

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PAMPA
ENGENHARIA QUÍMICA

TAINÁ FORGIARINI BOTELEIRO

**PRODUÇÃO DE NANOCELULOSE A PARTIR DE RESÍDUOS DA
OLIVICULTURA: AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DE
CENTRIFUGAÇÃO**

Bagé
2025

TAINÁ FORGIARINI BOTELEIRO

**PRODUÇÃO DE NANOCELULOSE A PARTIR DE RESÍDUOS DA
OLIVICULTURA: AVALIZAÇÃO DA INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DE
CENTRIFUGAÇÃO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Engenharia Química da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para obtenção do Título de Bacharel em Engenharia Química.

Orientador: Prof. Dr. André Ricardo Felkl de Almeida

Coorientadora: Prof^ª. Dr^ª. Gabriela Silveira da Rosa

Ficha catalográfica elaborada automaticamente com os dados fornecidos
pelo(a) autor(a) através do Módulo de Biblioteca do
Sistema GURI (Gestão Unificada de Recursos Institucionais) .

B748p Boteleiro, Tainá Forgiarini Boteleiro
Produção de Nanocelulose a Partir de Resíduos da
Olivicultura: Avaliação da Influência dos Parâmetros de
Centrifugação / Tainá Forgiarini Boteleiro Boteleiro.
76 p.

Tese(Doutorado)-- Universidade Federal do Pampa, ENGENHARIA
QUÍMICA, 2025.

"Orientação: André Ricardo Felkl de Almeida Almeida".

1. Nanocelulose. 2. Biomassa. 3. Endocarpo. I. Título.



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
Universidade Federal do Pampa

TAINÁ FORGIARINI BOTELEIRO

**PRODUÇÃO DE NANOCELULOSE A PARTIR DE RESÍDUOS DA OLIVICULTURA:
AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DE CENTRIFUGAÇÃO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Curso de Engenharia Química da Universidade Federal do Pampa, como requisito parcial para obtenção do Título de Bacharel em Engenharia Química.

Trabalho de Conclusão de Curso defendido e aprovado em: 16 de julho de 2025.

Banca examinadora:

Prof. Dr. André Ricardo Felkl de Almeida

Orientador

Unipampa

Prof.^a Dr.^a Gabriela Silveira da Rosa

Orientadora

Unipampa

Prof. Dr. Marcilio Machado Morais
Unipampa



Assinado eletronicamente por **ANDRE RICARDO FELKL DE ALMEIDA, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 16/07/2025, às 22:04, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



Assinado eletronicamente por **MARCILIO MACHADO MORAIS, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 16/07/2025, às 22:06, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



Assinado eletronicamente por **GABRIELA SILVEIRA DA ROSA, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 16/07/2025, às 22:06, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais aplicáveis.



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site https://sei.unipampa.edu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0, informando o código verificador **1785072** e o código CRC **820B2E3E**.

Referência: Processo nº 23100.011757/2025-62 SEI nº 1785072

AGRADECIMENTO

A minha família, deixo minha mais profunda gratidão. Seu suporte, acolhimento nas dificuldades e o conforto nas incertezas foram essenciais para que eu mantivesse o equilíbrio e a perseverança nos momentos mais desafiadores.

Aos meus orientadores, Prof. Dr. André Ricardo Felkl de Almeida e Prof^ª. Dr^ª. Gabriela Silveira da Rosa, agradeço não apenas pelas orientações acadêmicas, mas também pela forma como conduziram meu desenvolvimento científico e pessoal desde os primeiros passos na iniciação científica até a conclusão desta etapa tão significativa.

Aos demais professores do curso de Engenharia Química, agradeço pelas distintas perspectivas, metodologias e visões de mundo que me foram apresentadas. Cada um, com sua singularidade, tornou o ambiente de aprendizado mais plural.

Aos amigos que a graduação me trouxe, registro um agradecimento especial à Ana Paula Grassmann, Josué da Rosa, Kassiani Fuques e Vitória Mesquita. A convivência com vocês criou laços de amizade, admiração e companheirismo que levarei comigo.

Ao grupo de pesquisa GPEPSP, meu sincero reconhecimento. Estar entre vocês despertou em mim a curiosidade pela pesquisa. Foi neste ambiente que encontrei espaço para questionar, aprender e crescer.

Aos técnicos dos laboratórios de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos, agradeço pela prontidão, paciência e suporte constante nas atividades experimentais. De maneira especial, agradeço ao técnico Luciano Almeida, pelo auxílio na condução dos experimentos no HIUS, e ao técnico Anderson Cagliari, cuja dedicação foi essencial no desenvolvimento das etapas laboratoriais.

Aos colegas da pesquisa com nanocelulose, Paula Pedroso, Isabella Falcão e Eleonora Muro, agradeço pelas trocas de experiências, pela ajuda nos momentos de dúvida e pelas horas compartilhadas em bancada. Meu agradecimento se estende também ao Prof. Dr. André Gündel, pela disponibilidade e apoio nas análises de caracterização.

A todos que, de alguma forma, contribuíram com esta caminhada, deixo minha gratidão. Este trabalho não é apenas um produto científico, mas também um reflexo das relações, aprendizados e desafios que me formaram enquanto estudante e, sobretudo, enquanto ser humano em constante construção.

RESUMO

A oliveira (*Olea europaea* L.) é amplamente cultivada para a produção de azeite, especialmente em regiões subtropicais e temperadas. No Brasil, a Campanha Gaúcha surge como principal polo. A extração do azeite gera grandes volumes de bagaço, biomassa passível de conversão em nanocelulose, devido ao grau considerável de celulose presente no endocarpo (entre 20,1% e 40,4%). Neste contexto, foram investigados os efeitos da rotação e do tempo na etapa de centrifugação, operação unitária que, pela aplicação de força centrífuga, separa fase sobrenadante rica em nanofibrilas da fração rica em microfibrilas, influenciando diretamente o rendimento e na pureza da fração de nanofibrilas. Essa avaliação foi realizada através de um planejamento experimental fatorial, com o objetivo de avaliar estatisticamente as condições operacionais ótimas do processo e, assim, obter um melhor rendimento na produção de nanofibrila de celulose. A celulose foi obtida a partir do endocarpo de azeitona por pré-tratamento *acetosolv* e as nanofibrilas geradas por ultrassom de alta intensidade (HIUS). Os resultados do planejamento fatorial demonstram influência significativa ($p < 0,05$) dos parâmetros rotação e tempo sobre o rendimento, sendo que o tempo foi o fator mais importante. Foi considerada a condição de melhor rendimento encontrada (1900 rpm, 10 min) para realização das caracterizações. A análise termogravimétrica confirmou a remoção de hemicelulose e lignina. Análise por microscopia de força atômica revelou nanofibrilas de celulose com diâmetros entre 20,33 e 88,20 nm. A análise de espectroscopia no infravermelho por transformada de *Fourier* evidenciou a eliminação de grupos hidrofílicos e a preservação das ligações características da celulose. A morfologia revelou uma matriz lignocelulósica mais porosa e feixes fibrilares intactos. O potencial zeta relevou nanofibrilas de celulose com tendência moderada a aglomeração. Assim, o processo mostrou-se eficiente na conversão do endocarpo de azeitona, um resíduo abundante da olivicultura, em nanomateriais de alto valor agregado, configurando-se como rota tecnicamente viável para o aproveitamento integral desse resíduo.

Palavras-Chave: Celulose nanofibrilada, biomassa lignocelulósica, olivicultura, *eco-friendly*.

ABSTRACT

The olive tree (*Olea europaea* L.) is extensively cultivated for olive oil production, particularly in subtropical and temperate regions. In Brazil, the Campanha Gaúcha stands out as the main production hub. Olive oil extraction generates large amounts of olive pomace, a biomass suitable for conversion into nanocellulose owing to the considerable cellulose content in the endocarp, between 20.1 % and 40.4 %. In this context, the effects of rotation speed and centrifugation time were investigated. Centrifugation, by applying centrifugal force, separates a nanofibril-rich supernatant from a microfibril-rich fraction, directly influencing yield and the purity of the nanofibril fraction. This assessment was performed through a factorial experimental design to statistically determine optimal operating conditions and thus obtain higher yields in nanocellulose production. Cellulose was isolated from the olive endocarp using the acetosolv pretreatment, and nanofibrils were generated by high-intensity ultrasonication, HIUS. The factorial design results show a significant influence, $p < 0.05$, of rotation speed and time on yield, with time being the most important factor. The condition with the best yield, 1900 rpm, 10 min, was selected for characterizations. Thermogravimetric analysis confirmed the removal of hemicellulose and lignin. Atomic force microscopy revealed cellulose nanofibrils with diameters between 20.33 and 88.20 nm. Fourier transform infrared spectroscopy indicated the elimination of hydrophilic groups and the preservation of characteristic cellulose bonds. Morphology analysis showed a more porous lignocellulosic matrix with intact fibril bundles. Zeta potential indicated nanocellulose with moderate aggregation tendency. The process proved efficient in converting olive endocarp, an abundant by-product of olive cultivation, into high-value nanomaterials, establishing a technically viable route for the full valorization of this residue.

Keywords: Cellulose nanofibrils; lignocellulosic biomass; olive cultivation; eco-friendly.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Corte transversal e partes constituídas da azeitona.....	17
Figura 2 - Localização dos Olivais no Rio Grande do Sul.....	20
Figura 3 - Fluxograma do processo de extração do azeite de oliva.....	22
Figura 4 - Estrutura de biomassas lignocelulósicas.	25
Figura 5 - Composição da parede celular vegetal.....	26
Figura 6 - Efeito do pré-tratamento na estrutura lignocelulósica.	28
Figura 7 - Classificação dos pré-tratamentos.	30
Figura 8 - Estrutura de biomassas lignocelulósicas em diferentes escalas.	32
Figura 9 - Diferenças estruturais entre nanomateriais de fibras e de estruturas cristalinas.	34
Figura 10 - Mecanismo do ultrassom de alta intensidade.	38

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição do caroço de azeitona.	26
Tabela 2 - CNFs obtidas através de diferentes matérias-primas sintetizada por HIUS.	39

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Variações da polpação organosolv.....	31
Quadro 2 - Comparação da morfologia e propriedades físicas da CNF, CNC e BCN.....	35
Quadro 3 - Classificação de diferentes métodos para produção de NC.....	36

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
2.1 Objetivo Geral	16
2.1 Objetivos Específicos	16
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
3.1 Olivicultura	17
3.2 Olivicultura no Rio Grande do Sul	18
3.3 Resíduos da Olivicultura	21
3.4 Biomassa Lignocelulósica	25
3.5 Tipos de Pré-tratamentos	28
3.6 Celulose e Nanocelulose	31
3.7 Síntese da Nanocelulose	35
3.7.1 Hidrólise Ácida	36
3.7.2 Hidrólise Enzimática	37
3.7.3 Oxidação-TEMPO	37
3.7.4 Ultrassom de Alta Intensidade (HIUS)	38
3.8 Análise do uso do HIUS na Produção de Nanocelulose a Partir de Biomassas	39
4 ARTIGO	42
6 CONCLUSÃO	65
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	66
8 REFERÊNCIAS	67

1 INTRODUÇÃO

A oliveira (*Olea europaea* L.), pertencente à família Oleaceae, é valorizada pela produção de óleos com características sensoriais e propriedades nutricionais notáveis (DI GIOVACCHINO, 2000; HARWOOD; APARICIO, 2000). Originalmente cultivada no sul da Europa e em países mediterrâneos devido à sua adaptabilidade a climas quentes e secos, a olivicultura expandiu-se ao longo dos séculos para regiões como América do Sul e Austrália, consolidando-se como uma atividade de relevância econômica e cultural global (ALBIN; VILAMIL, 2003; HARWOOD; APARICIO, 2000).

No Brasil, as oliveiras têm encontrado condições favoráveis devido às regiões subtropicais e temperadas, o que estimulou seu cultivo em estados como Minas Gerais e Rio Grande do Sul, destacados como importantes polos de produção (SILVA, 2013). A Campanha Gaúcha, em particular, é reconhecida por suas condições climáticas ideais e excelentes campos nativos, características que incentivam a diversificação produtiva e a introdução de cultivares adaptadas às demandas do mercado (EPAMIG, 2014; GOMES *et al.*, 2018).

Em 2005, a Prefeitura de Bagé, por meio do programa BRASIL PRÓXIMO, implementou o projeto Olivais do Pampa, que busca valorizar a produção de azeite extravirgem e oferecer suporte técnico a pequenas e médias empresas da região (GOMES *et al.*, 2017). Esse esforço tem contribuído para a diversificação econômica local e fortalecido a Campanha Gaúcha como um núcleo relevante na produção de azeite de qualidade no Brasil (GOMES *et al.*, 2017). Além das ações municipais, o Rio Grande do Sul conta com políticas públicas estaduais voltadas para o desenvolvimento da olivicultura. Destaca-se o Programa Estadual de Desenvolvimento da Olivicultura (Pró-Oliva), instituído pelo Decreto nº 52.479, de 29 de julho de 2015, com o objetivo de fomentar e consolidar a cadeia produtiva da olivicultura no estado. Dados de 2023 revelam que o Rio Grande do Sul cultiva cerca de 6 mil ha de oliveiras, dos quais aproximadamente 1,2 mil ha concentram-se na Campanha Gaúcha. O estado abriga pouco mais de 320 produtores e responde por cerca de 75 a 80% do azeite extravirgem brasileiro (TV CÂMARA BAGÉ, 2023; SEAPI, 2023).

O crescimento da indústria de azeite apresenta desafios relacionados à gestão dos resíduos gerados durante o processamento, os quais, se devidamente aproveitados, podem agregar valor à cadeia produtiva e promover a sustentabilidade do setor (MARTINS, 2016). Dentre esses resíduos, destaca-se o bagaço de azeitona, subproduto obtido durante a extração convencional do azeite (BÖHMER, 2018). Esse material, assim como outros resíduos vegetais, é classificado como biomassa lignocelulósica, recurso que tem despertado grande interesse

devido às suas potenciais aplicações, como em combustíveis, alimentos e insumos químicos (SIQUEIRA *et al.*, 2017). Quando se considera apenas o endocarpo, as proporções de celulose, hemicelulose e lignina correspondem a 20 - 40%, 18 - 32% e 25 - 35%, respectivamente, acompanhado de fibras dietéticas (48 %), lipídios (30 %), proteínas (14 %) e compostos fenólicos (8 %) (EL FESSIKH *et al.*, 2025; VALVEZ *et al.*, 2021).

Segundo ALCAIDE *et al.* (2010), em moinhos europeus de processamento convencional, cada 1000 kg de azeitonas resulta em cerca de 800 kg de bagaço e outros resíduos sólidos, dos quais apenas 20 % é então efetivamente valorizado, sobretudo como combustível de baixo valor ou insumo para ração animal.

Dentro desse contexto, a valorização da biomassa lignocelulósica por meio da obtenção de nanocelulose surge como uma estratégia promissora (TRACHE *et al.*, 2020). A nanocelulose, material derivado da celulose, um dos principais componentes das biomassas lignocelulósicas, é caracterizada por sua estrutura em escala nanométrica e por suas propriedades, como biocompatibilidade, biodegradabilidade, elevada área superficial e transparência óptica (TRACHE *et al.*, 2020). Essas características tornam a nanocelulose um dos materiais sustentáveis mais promissores da atualidade, com aplicações potenciais em áreas como embalagens, dispositivos médicos e reforços em compósitos (KHALID *et al.*, 2021; MISHRA; SABU; TIWARI, 2018; TAHIR *et al.*, 2022; TRACHE *et al.*, 2020; YU *et al.*, 2021). Assim, o reaproveitamento do bagaço de azeitona para a produção de nanocelulose representa não apenas uma alternativa sustentável, mas também uma oportunidade de agregar valor econômico e reduzir os impactos ambientais associados à indústria de azeite.

A obtenção de nanocelulose requer a conversão da celulose em fibras na escala nanométrica (MOON *et al.*, 2011). Diversos métodos podem ser empregados (PHANTHONG *et al.*, 2018). A lignina e a hemicelulose presentes no endocarpo de azeitona formam uma matriz rígida ao redor das microfibrilas celulósicas (VALVEZ *et al.*, 2021; DONNER *et al.*, 2025). Por isso, etapas de deslignificação seguidas de branqueamento são necessárias para reduzir o teor de lignina para produzir nanofibrilas com alta cristalinidade e estabilidade (PADILLA-RASCÓN *et al.*, 2022)

Entre as técnicas de desagregação subsequentes, destaca-se o Ultrassom de Alta Intensidade (HIUS), cuja eficiência depende de uma série de fatores, tais como amplitude, tempo de sonicação e temperatura da suspensão (WANG; CHENG, 2009; DILAMIAN; NOROOZI, 2019; FRONE *et al.*, 2011; YANG *et al.*, 2020). Comparado a rotas mecânicas convencionais (homogeneização de alta pressão ou microfluidização), o HIUS reduz o consumo global de energia e de reagentes quando aliado a solventes verdes, reduz o tempo de

processamento, aumenta o rendimento (37 % vs. 29 % para fibras de arroz sob processamento alcalino) e melhora a dispersão coloidal graças ao controle fino da cavitação acústica (HOO *et al.*, 2022; FREITAS *et al.*, 2022; PRADHAN *et al.*, 2025; CHOWDHURY *et al.*, 2023)

Desde 2014, o Grupo de Pesquisa em Engenharia de Processos em Sistemas Particulados (GPEPSP) da Universidade Federal do Pampa (UNIPAMPA) tem se dedicado ao desenvolvimento de estudos focados no reaproveitamento de resíduos agroindustriais. Nesse contexto, destacam-se os trabalhos de Rodrigues (2021) e Almeida (2022), que investigaram a obtenção de acetato de celulose e lignina a partir do endocarpo de azeitona. Além disso, Fonseca Sobrinho (2023) conduziu um estudo voltado à otimização do processo de pré-tratamento para a produção de nanocelulose extraída desse mesmo resíduo. Em continuidade a essas pesquisas, o presente estudo se justifica com intuito de avaliar os parâmetros no processo de centrifugação para a síntese de nanocelulose, utilizando a técnica de ultrassom de alta intensidade (HIUS) para alcançar rendimentos mais significativos.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

O presente estudo tem como objetivo obter nanofibrilas de celulose a partir do resíduo agroindustrial de endocarpo de azeitona por meio de ultrassom de alta intensidade, e avaliar a influência dos parâmetros operacionais na etapa de centrifugação.

2.1 Objetivos Específicos

- Obter o endocarpo de azeitona a partir do bagaço por meio das operações de secagem, separação em leite de jorro, moagem e peneiramento
- Realizar o pré-tratamento *acetosolv* do endocarpo seco e moído através da deslignificação e branqueamento, visando a retirada da lignina e hemicelulose.
- Isolar a celulose proveniente do endocarpo de azeitona.
- Obter nanofibrilas de celulose através do ultrassom de alta intensidade (HIUS).
- Investigar a influência dos parâmetros experimentais no processo de centrifugação, com o objetivo de avaliar o rendimento das nanofibrilas de celulose.
- Realizar caracterizações dos materiais quanto a análise termogravimétrica (TGA), espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FT-IR), microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia de força atômica (AFM) e potencial zeta.
- Compilar os resultados obtidos em um artigo científico.

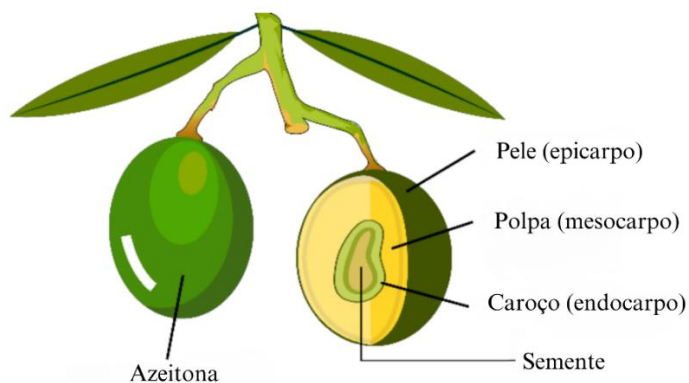
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Olivicultura

A olivicultura é uma das práticas agrícolas mais antigas da história, desempenhando um papel relevante em diversas civilizações mediterrâneas. A oliveira (*Olea europaea* L.) é uma espécie arbórea frutífera da família botânica Oleaceae, capaz de viver por até 500 anos (DI GIOVACCHINO, 2000). O azeite oriundo dos frutos é muito valorizados por suas características sensoriais e propriedades nutricionais (HARWOOD; APARICIO, 200). É cultivada comumente no sul da Europa e nos países mediterrâneos, devido a sua adaptabilidade a ambientes quentes e secos, com baixo índice pluviométrico (ALBIN; VILAMIL, 2003). Ao longo dos séculos, a olivicultura se expandiu para outras regiões do mundo, como América do Sul e Austrália, e continua sendo uma atividade de grande relevância econômica e cultural em diversas partes do globo (HARWOOD; APARICIO, 200). Estima-se que, mundialmente, o cultivo de oliveiras abranja cerca de 9,5 milhões de hectares, sendo que 90% dessa produção é destinada à obtenção de azeite, enquanto o restante é utilizado para a produção de azeitonas de mesa (RAMALHEIRO, 2009).

Segundo Ramalheiro (2009), o fruto da oliveira é pequeno, com formato elipsoidal ou globular, medindo entre 1 e 4 cm de comprimento e entre 0,6 e 2 cm de diâmetro. Trata-se de uma drupa ovoide, composta por uma camada externa chamada epicarpo, que corresponde à pele, e uma camada carnosa intermediária denominada mesocarpo, ou polpa, que contém o óleo utilizado na extração do azeite. O caroço, ou endocarpo, envolve a semente e é composto por material lignocelulósico, como é possível observar na Figura 1.

Figura 1 - Corte transversal e partes constituídas da azeitona.



Fonte: Adaptado de Valvez (2021)

Estima-se que quando o fruto está completamente desenvolvido, a semente representa cerca de 1 a 2%, e as outras partes constituintes, como mesocarpo e endocarpo, representam cerca de 60 a 90% e 10 a 40%, respectivamente. O peso da fruta será dependente de seu estágio de maturação e aspectos como condições de cultivo, tipo de solo, situação geográfica e principalmente o cultivar (RAMALHEIRO, 2009; WREGE *et al.*, 2015). Com relação a composição de água e gordura do mesocarpo, estima-se que o fruto contém entre 50 a 60% de água e 20 a 30% de lipídeos (BARRANCO *et al.*, 1999; GARCIA, 2005).

Essas variações na composição do fruto estão diretamente relacionadas às condições de cultivo e características ambientais (HANNACHI *et al.*, 2020). No Rio Grande do Sul, onde a olivicultura vem se consolidando, esses fatores são especialmente relevantes pois o estado apresenta condições geográficas e climáticas que influenciam não apenas o desenvolvimento das oliveiras, mas também o perfil dos frutos produzidos, impactando na qualidade do azeite e outros derivados (EPAMIG, 2014).

3.2 Olivicultura no Rio Grande do Sul

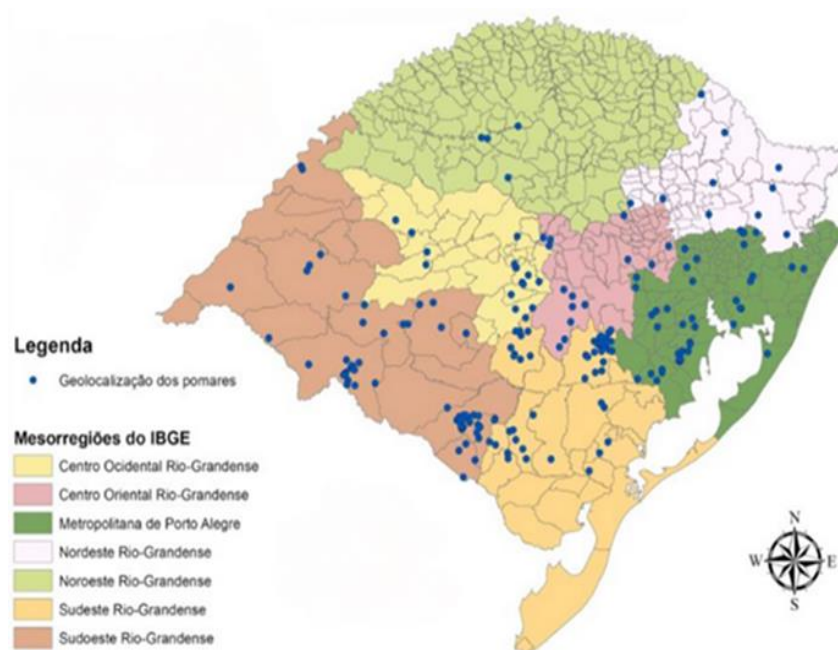
Conforme Silva (2013), a olivicultura chegou ao país no século XIX, trazida por imigrantes portugueses. Segundo o mesmo autor, as oliveiras se adaptam melhor a regiões subtropicais e temperadas, o que favoreceu o seu desenvolvimento no Brasil, devido à presença dessas condições climáticas. As plantações de oliveiras no país se estendem das regiões Sul às Sudeste, com destaque para Minas Gerais e Rio Grande do Sul como importantes polos de produção. Nesse contexto, instituições de pesquisa como a EPAMIG (Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais) e a Embrapa (Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária) buscam reduzir a dependência do Brasil em relação à importação de produtos derivados da oliveira, já que o país apresenta grande potencial para o cultivo dessa cultura (OLIVEIRA; OLIVEIRA; ALVES, 2012).

De acordo com dados do Programa Estadual de Desenvolvimento da Olivicultura (Pró-Oliva), o Rio Grande do Sul produziu no ano de 2022, um total de 580.228 litros de azeite, sendo considerado a maior produtor de azeite de oliva do país, porém, na safra de 2023/2024, essa produção foi de 193,5 mil litros, representando uma redução de aproximadamente 67% em comparação à temporada anterior. Além disso, o volume produzido corresponde a uma quebra de 73% em relação às estimativas iniciais estabelecidas pelo Pró-Oliva. Os dados foram apresentados em 12 de junho de 2024, durante uma reunião da Câmara Setorial das Oliveiras da Secretaria da Agricultura, Pecuária, Produção Sustentável e Irrigação (SEAPI), onde se

discutiu o impacto das chuvas excessivas na olivicultura no estado. Embora as condições climáticas adversas tenham influenciado significativamente a queda na produção, um fenômeno amplamente registrado em diversas culturas frutíferas também pode ter contribuído: a chamada produção alternada, também conhecida como produção bienal ou produção irregular (DASTKAR *et al.*, 2020). Esse fenômeno caracteriza-se por ciclos de alta produtividade (ano “ON”), seguidos por períodos de baixa produção (ano “OFF”) (SHALOM *et al.*, 2012; YANIK *et al.*, 2013). Segundo Dastkar *et al.* (2020), a produção de azeitonas pode variar de 30 a 5 toneladas por hectare entre os anos “ON” e “OFF”. O Conselho Regional de Desenvolvimento do Estado do Rio Grande do Sul visou estudar métodos de recuperação desta colheita através do planejamento de diretrizes gerais para o desenvolvimento regional através do Conselho Regional de Desenvolvimento (COREDE CAMPANHA 2020). Vale destacar também, que segundo a avaliação do presidente do Instituto Brasileiro de Olivicultura, Renato Fernandes, os índices pluviométricos e as temperaturas mensais atualmente registrados no estado indicam uma possível recuperação da colheita de olivas, com expectativa de aumento na produção a partir do primeiro trimestre de 2025.

Segundo a Nota Técnica nº 13/2022, publicada pelo Departamento de Diagnóstico e Pesquisa Agropecuária (DDPA) do Rio Grande do Sul, as mesorregiões que concentram a maior parte da produção de olivas no estado são, em ordem de relevância, o Sudeste Rio-Grandense, a Região Metropolitana de Porto Alegre e o Sudoeste Rio-Grandense. Essas três mesorregiões correspondem a 74% da produção de olivas no estado do RS. Na Figura 2, é possível observar a distribuição dessas mesorregiões em relação ao cultivo de oliveiras.

Figura 2 - Localização dos Olivais no Rio Grande do Sul.



Fonte: Adaptado de DDPA (2022)

Considerando as regiões mencionadas como os principais polos produtores, destacam-se os municípios de Encruzilhada do Sul, Canguçu, Pinheiro Machado, Bagé, Cachoeira do Sul, Santana do Livramento, Viamão e São Gabriel (DDPA, 2022).

A campanha gaúcha é reconhecida pelos seus excelentes campos nativos, resultado das condições climáticas favoráveis da região (GONÇALVES *et al.*, 2014). Observa-se, portanto, uma crescente busca por diversificação produtiva e de renda por meio de cultivares que atendam às demandas do mercado (GOMES *et al.*, 2018). Em 2005, a Prefeitura Municipal de Bagé aderiu ao convênio BRASIL PRÓXIMO, juntamente com seis outras prefeituras municipais, visando valorizar a produção de azeite extravirgem. Assim, foi criado o projeto Olivais do Pampa (GOMES *et al.*, 2017), cujo objetivo é oferecer assistência às prefeituras e pequenas e médias empresas. Esse novo cenário aponta para uma diversificação econômica na região, com potencial para agregar valor às propriedades locais e posicionar a Campanha gaúcha como um dos principais núcleos produtores de azeite de qualidade no Brasil.

De acordo com dados apresentados pela TV Câmara Bagé em 2023, o estado do Rio Grande do Sul possui uma área total de 6.000 hectares destinada ao cultivo de oliveiras, sendo que 1.200 hectares estão localizados na região da Campanha. Ainda segundo o levantamento, o estado abriga cerca de 320 produtores de olivais, e estima-se que 80% do azeite de oliva produzido no Brasil tenha origem em território gaúcho. No entanto, com o crescimento da

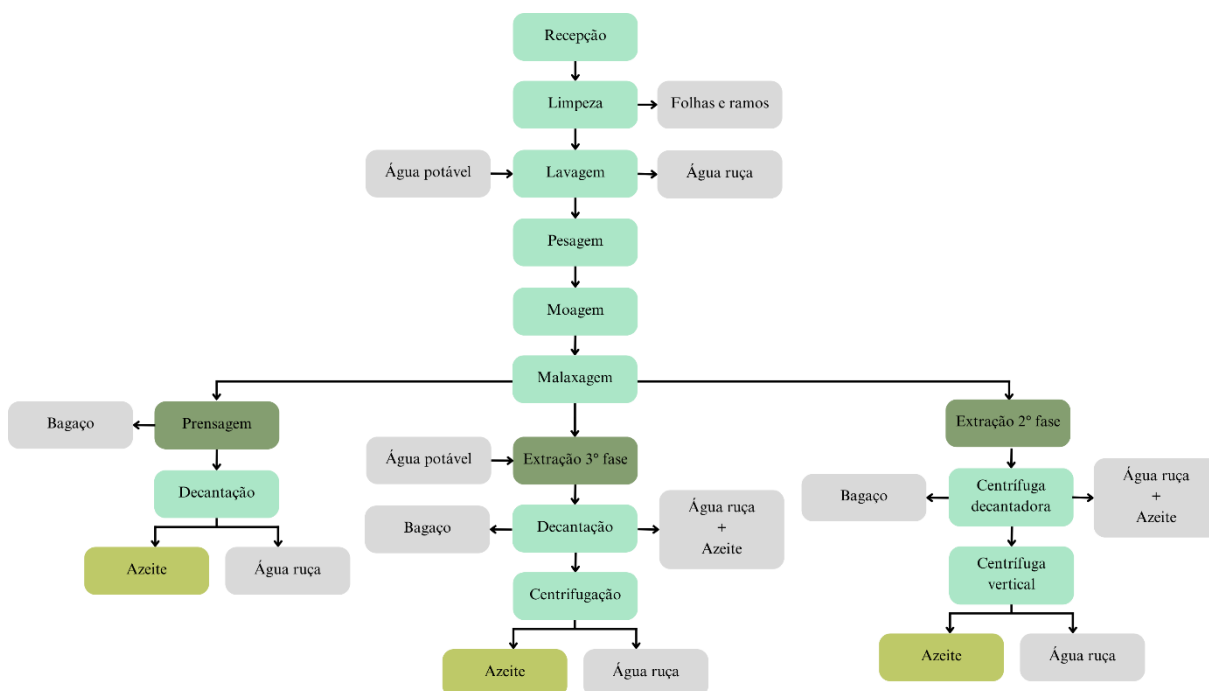
indústria do azeite, também surge a necessidade de considerar a gestão dos resíduos gerados durante o processo de produção (MARTINS, 2016). Segundo o mesmo autor, esses resíduos, se bem aproveitados, podem oferecer novas oportunidades para agregar valor e promover a sustentabilidade na cadeia produtiva do azeite.

3.3 Resíduos da Olivicultura

O processo produtivo de azeitonas e azeites gera, juntamente com o produto, subprodutos provenientes das diferentes etapas de extração do óleo, que podem ser resíduos sólidos ou líquidos (MORE, 2008). Durante a extração, são obtidos resíduos que consistem em biomassa, algo interessante do ponto de vista econômico e ambiental, pois podem ser convertidos em diversos produtos finais (VAZ JÚNIOR, 2020), como compostos para compostagem, herbicidas ou pesticidas, ração animal, extração de componentes orgânicos, entre outras aplicações (CABRERA *et al.*, 2010). Esses resíduos são compostos por polpa, epicarpo, partes do endocarpo triturado e água (ALCAIDE *et al.*, 2010). Segundo os mesmos autores, a quantidade de resíduos gerados depende do teor de óleo e água do fruto, assim como da proporção do endocarpo em relação às demais partes da azeitona. Estima-se que para cada 1000 kg de azeitonas processadas, cerca de 800 kg de resíduos são gerados, com um aproveitamento de aproximadamente 20% desse resíduo (ALCAIDE *et al.*, 2010).

Esses resíduos oriundos da olivicultura são provenientes principalmente de processos tradicionais de extração do azeite por prensagem (DERMECHE *et al.*, 2013). Segundo Moura-Rodeghiero (2016), existem duas formas de extração do azeite, onde o método tradicional envolve a aplicação de pressão contínua através de prensagem. Esse método é ideal para que as características do óleo da azeitona sejam mantidas, resultado em um produto de alta qualidade, porém, essa técnica é limitada em questões de rendimento. Outra forma de extração do óleo é utilizando variações de temperatura e pressão ou processos de moagem seguidos por centrifugação. Essa forma tem sido mais utilizada atualmente devido a obtenção de um maior rendimento do azeite (MÁXIMO *et al.*, 2013). Os diferentes métodos de extração estão representados no fluxograma expresso na Figura 3.

Figura 3 - Fluxograma do processo de extração do azeite de oliva.



Fonte: Autora (2024)

A colheita das azeitonas pode ser realizada de forma manual ou mecanizada, porém, a colheita mecanizada é geralmente preferida por ser mais rentável (LIMA, 2015). Após a colheita, é realizado o transporte das azeitonas para o local de processamento, onde devem permanecer por um período inferior a 24 h, a fim de evitar danos aos frutos ou o início da fermentação (MOURA-RODEGHIRO, 2016). As azeitonas passam pela etapa de limpeza, que visa remover impurezas como galhos, folhas, terra e outras partículas. Elas são lavadas com água potável para eliminar sujidades aderidas (COUTINHO, 2009; KAPELLAKIS *et al.*, 2008). Após esse processo, as azeitonas são pesadas e encaminhadas para o moinho (CAMPOS, 2013), onde são trituradas por martelos mecânicos, promovendo a liberação das partículas de óleo e formando uma massa homogênea (VOSEN, 2007). Esse processo ocorre de forma contínua e lenta, utilizando um leve aquecimento, entre 25 e 30 °C, para garantir a uniformização da massa e a coalescência das pequenas gotículas de azeite em gotículas maiores, facilitando a separação do óleo na etapa seguinte (JULIO, 2015). A separação entre o azeite, a água remanescente utilizada na lavagem e o bagaço pode ser realizada por três diferentes métodos, podendo ser de separação em duas ou três fases, ou ainda utilizando o método convencional de prensagem (BÖHMER, 2018). No tratamento do método convencional, utiliza-se para esse fim prensas em um sistema descontínua de prensas hidráulicas (BÖHMER *et al.*, 2018). Nesse processo, a massa é adicionada a discos perfurados, permitindo que o azeite

seja liberado através dos discos. A fração líquida resultante é então coletada em um tanque de decantação (DI GIOVACCHINO, 2000; APARICIO e HARWOOD 2003; PETRAKIS, 2006). Segundo Böhmer (2018), o processo de prensagem tem uma longa duração e ocorre de maneira descontínua. Além disso, durante o procedimento, ocorre o acúmulo de massa de azeitona nos compartimentos internos dos discos de prensagem, sendo difícil a remoção completa desses resíduos, mesmo com lavagens intensivas, favorece a ocorrência de fermentação, comprometendo a qualidade final do azeite produzido.

No sistema de extração em três fases, adiciona-se entre 50 e 100% de água à pasta de azeitona moída, conforme a umidade inicial do material e as condições desejadas para o processo (BÖHMER *et al.*, 2018). Segundo o mesmo autor, a separação do bagaço e da fração líquida ocorre por decantação, resultando na produção de uma fração líquida composta de azeite e água ruça. A fração líquida é então submetida a uma centrífuga vertical de pratos para separar o azeite da água ruça, gerando, ao final, resíduos de água ruça e bagaço. A introdução do sistema de centrifugação em três fases representou um avanço na extração de azeite, ao mesmo tempo em que modificou as características e o potencial de aproveitamento dos subprodutos gerados (GOMEZ *et al.*, 2010). A principal vantagem desse sistema é a maior produtividade, pois através da utilização desse método não ocorre perda de massa.

A água ruça oriunda do processo de centrifugação consiste em 83 a 94% de água, 0,4 a 2,5% de sais minerais e de 4 a 18% de matérias orgânicos (MARTINS, 2016), sendo os materiais orgânicos compostos majoritariamente por açúcares, lipídeos, poliálcoois, polifenóis, ácidos voláteis e pectinas (RODRIGUES, 2021). Esses compostos quando em contato com o solo, podem reduzir a demanda bioquímica de oxigênio, afetando negativamente a flora local e o solo como um todo (AZBAR *et al.*, 2004). Com o grande volume gerado, esses resíduos mostram-se altamente poluentes caso descartados diretamente na natureza. Portanto, desenvolveu-se o sistema em duas fases, visando diminuir o nível de resíduos gerados (JULIO, 2014).

Com a utilização do sistema de duas fases, foi possível a centrifugação sem a adição de água (ALBUQUERQUE *et al.*, 2006). Também é implementado nesse processo a utilização de talco, um material orgânico inerte, que é incorporado na etapa de malaxagem (etapa de aglutinação das gotas do azeite). O talco facilita a quebra da emulsão e melhora a eficiência da extração, porém, sua incorporação no processo pode causar problemas em termos da legislação. Mesmo o de grau alimentício autorizado na produção de azeite pela União Europeia (ESAO, 2019), reside principalmente o risco inerente de contaminação por asbesto (amianto). O talco é um mineral que, em sua ocorrência natural, frequentemente se encontra em depósitos

geológicos próximos aos de minerais de asbesto, como a tremolita (IARC, 2010). Fibras de asbesto são carcinógenas, associados a doenças graves como o mesotelioma e câncer de ovário (BIRD *et al.*, 2021). Embora a indústria afirme utilizar processos para garantir talco livre de asbesto desde a década de 1970, pesquisas recentes revelaram que a contaminação pode persistir, levantando sérias preocupações sobre a segurança de produtos contendo talco (BIRD *et al.*, 2021).

Após a malaxagem e a utilização dos adjuvantes de extração, a pasta é direcionada para a centrífuga decantadora que realiza a separação do bagaço e da fração líquida. Posteriormente, a fração líquida passa por uma nova centrifugação em uma centrífuga vertical, onde ocorre a separação do azeite e da água vegetativa proveniente da azeitona denominada *alpeorujo* (ALBUQUERQUE *et al.*, 2006; JÚLIO, 2014). Utilizando esse processo de extração do azeite, é possível realizar a extração de óleo residual presente no bagaço por meio da utilização de solventes apolares, como o hexano (CUEVAS, 2020; SÁNCHEZ, 2019; GARCÍA MARTÍN *et al.*, 2020).

Como etapa de finalização, o azeite é armazenado em silos de aço inoxidável selados sob nitrogênio e mantido a 12–18 °C para evitar a oxidação e formação de subprodutos (SANMARTIN *et al.*, 2018).

O sistema de duas fases apresenta como vantagem, além da redução da produção reduzida de águas ruças (águas residuais), a obtenção de um azeite com maior concentração de antioxidantes, além da menor necessidade de mão de obra, porém, maior capacidade de laboração (BÖHMER *et al.*, 2018). Segundo o mesmo autor, as desvantagens desse sistema incluem a necessidade de operadores especializados e a geração de maior quantidade de bagaço de azeitona, com cerca de 800 kg por tonelada de azeitona processada, o que é superior à quantidade produzida pelo sistema contínuo de três fases (500-600 kg por tonelada) e pelo sistema tradicional de prensas (400 kg por tonelada). Esse resíduo, conhecido como bagaço de azeitona úmido, apresenta um alto teor de umidade, o que pode ocasionar problemas nos lagares de azeite que utilizam esse sistema (AIRES, 2007; ALBUQUERQUE *et al.*, 2004).

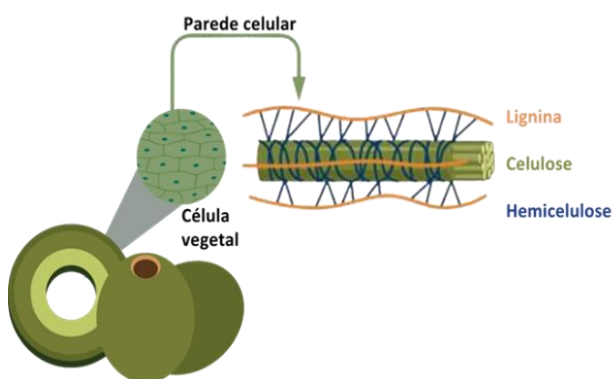
O bagaço, assim como outros materiais vegetais, pode ser considerado uma fonte de biomassa lignocelulósica, pelos teores relativamente altos de lignina, hemicelulose e celulose (Tabela 1), algo que tem atraído muito interesse devido a suas diversas aplicações (VAZ JÚNIOR, 2020), como em combustíveis, alimentos a insumos químicos, sendo a sua aplicação um fator dependente da sua composição (SIQUEIRA *et al.*, 2017).

3.4 Biomassa Lignocelulósica

As características dos resíduos vegetais variam de acordo com a espécie e o ambiente de cultivo, sendo influenciadas por diferentes propriedades físicas e químicas do solo (VAZ JÚNIOR, 2020). A complexidade química das biomassas vegetais desperta grande interesse para seu uso como matéria-prima, devido ao seu custo reduzido e menor impacto ambiental, além de agregar valor econômico a diversas cadeias agroindustriais (VAZ JÚNIOR, 2020).

A parede celular das plantas é composta principalmente por três componentes orgânicos: celulose, hemicelulose e lignina, que juntos caracterizam as biomassas lignocelulósicas, como é possível observar na Figura 4 (CHEN, 2014; ROJAS, 2016; VAZ JÚNIOR, 2020).

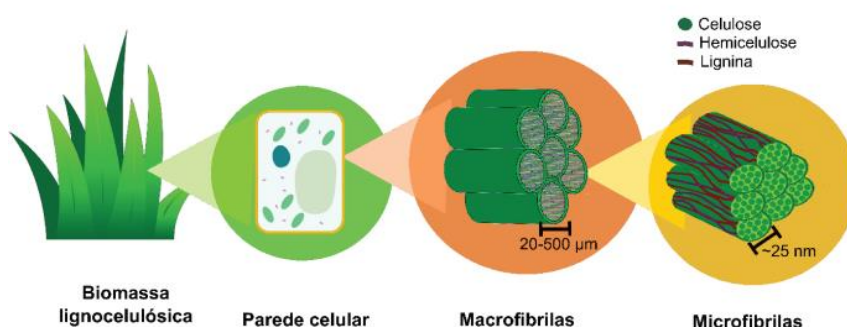
Figura 4 - Estrutura de biomassas lignocelulósicas.



Fonte: Adaptado de Heinze (2015)

Esses componentes se distribuem na célula vegetal formando uma cadeia de celulose que é estruturada em microfibrilas unidas por ligações de *Van de Waals* e ligações de hidrogênio intramoleculares e intermoleculares (SCOPEL, 2019). Segundo o mesmo autor, as estruturas de microfibrilas são unidas por hemicelulose e lignina, formando as macrofibrilas que integram a parede celular das plantas. Essa estrutura pode ser observada na Figura 5.

Figura 5 - Composição da parede celular vegetal.



Fonte: Scopel (2019)

Apesar das biomassas lignocelulósicas serem alternativas propícias para reduzir a atual dependência de recursos fósseis, esses materiais apresentam baixa solubilidade e processabilidade, sendo necessário a utilização de pré-tratamentos para que seja possível a sua utilização (BLASI, 2023). A composição das biomassas lignocelulósicas são dependentes da fonte. Na Tabela 1 é possível observar a composição química do caroço de azeitona, que representa entre 30 e 35% do volume total do bagaço. Conforme Nogueira (2012), a composição é dependente de fatores como aspectos agrônômicos, condições edafoclimáticas, cultivar da azeitona, métodos de processamento, regime de irrigação, estado de desenvolvimento e maturação dos frutos.

Tabela 1 - Composição do caroço de azeitona.

(continua)

Quantidade (%)					
Celulose	Hemicelulose	Lignina	Extrativos	Cinzas	Referência
21,9	20,19	16,23	-	-	BIRON (2016)
24,0	23,60	48,40	9,4	3,3	DEMIRBAS (2002)
28,1 – 40,4	18,5 – 32,2	25,3 – 27,2	-	-	ROMERO-GARCÍA <i>et al.</i> (2014)

Tabela 1 - Composição do caroço de azeitona.

					(conclusão)
20,1	29,92	38,87	10,54	0,57	HERNÁN_ DEZ <i>et al.</i> (2014)
34,2	25,0	33,5	-	0,75	CUEVAS <i>et al.</i> (2010)
36,4	26,8	26	-	-	SOARES (2019)

Fonte: Rodrigues (2021)

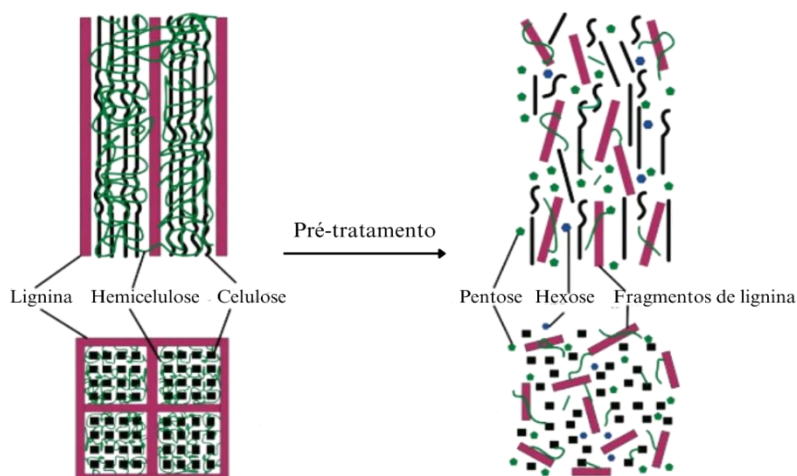
Conforme apresentado na Tabela 1, a fração de celulose apresenta teores entre 20,1% e 40,4%, mostrando um potencial para isolamento da celulose.

A celulose é um polímero linear envolto por uma matriz amorfa de hemicelulose e lignina. As microfibrilas de celulose conferem propriedades físico-químicas para a biomassa (BLOMQUIST *et al.*, 2007). Quimicamente, é formada por longas cadeias lineares, conectadas por ligações glicosídicas (β -1-4) (GENG *et al.*, 2019). Suas cadeias conferem uma estrutura cristalina e rígida, oferecendo à celulose características de resistência mecânica e estabilidade térmica (ZOGHLAMI; PAËS, 2019).

Ao contrário da celulose, a hemicelulose possui uma estrutura amorfa e altamente ramificada, o que a torna menos rígida e mais facilmente hidrolisada (GENG *et al.*, 2019).

A lignina tem uma rede polimérica complexa, atuando como uma barreira física para acessar a celulose e hemicelulose (MANKAR *et al.*, 2021). É resistente à degradação enzimática e química, o que atrasa a extração da celulose e hemicelulose, tornando mais difícil a aplicação de biomassas lignocelulósicas em larga escala (ACHINIVU *et al.*, 2021), sendo necessário a utilização de pré-tratamento (deslignificação) que permitam a abertura da estrutura, com mostra a Figura 6 (BHATIA *et al.*, 2020).

Figura 6 - Efeito do pré-tratamento na estrutura lignocelulósica.



Fonte: Adaptada de Zhao, Zhang e Liu (2012)

Nota-se, portanto, que o pré-tratamento é utilizado para remoção de hemicelulose e lignina, a fim de purificar a biomassa e obter a celulose (ALVIRA *et al.*, 2010). Esse processo pode ser dificultado dependendo da quantidade e distribuição de hemicelulose e lignina (BARUAH *et al.*, 2018; LEE; HAMID; ZAIN, 2014; TRACHE *et al.*, 2020). Devido aos fatores que aumentam a complexidade do pré-tratamento, faz-se necessário abordar as diferentes estratégias específicas empregadas nessa etapa. Segundo Baruah *et al.* (2018), os métodos de pré-tratamento podem ser classificados em químicos, físicos, físico-químicos e biológicos.

3.5 Tipos de Pré-tratamentos

Pré-tratamentos devem ser utilizados, devido a natureza complexa e recalcitrante das biomassas lignocelulósicas (BARUAH *et al.*, 2018), e durante o processo de pré-tratamento, essas estruturas são separadas (GUERRIERO *et al.*, 2016), resultando em um rompimento da estrutura lignocelulósica, e em uma quebra da bainha de lignina, além da degradação da hemicelulose e redução da cristalinidade, assim como do grau de polimerização (LOOW *et al.*, 2015; CHEN *et al.*, 2017), promovendo acessibilidade à fração rica em celulose (Kargarzadeh *et al.*, 2017).

A redução da cristalinidade da celulose durante o pré-tratamento é um fenômeno crucial para aumentar a acessibilidade das enzimas à celulose, facilitando sua conversão em açúcares fermentescíveis (WOŹNIAK *et al.*, 2025; VINUTHANA *et al.*, 2025). A celulose nas biomassas lignocelulósicas existe em regiões cristalinas altamente ordenadas e regiões amorfas menos ordenadas (VINUTHANA *et al.*, 2025). As regiões cristalinas são compactadas através

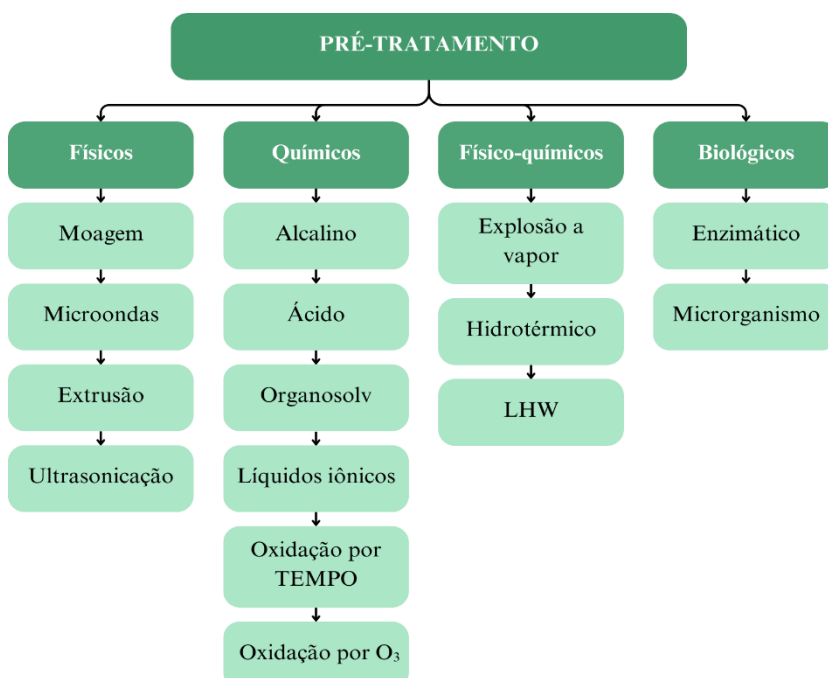
de uma extensa rede de ligações de hidrogênio intra e intermoleculares, o que confere rigidez à estrutura e limita o acesso de enzimas e reagentes químicos (VINUTHANA *et al.*, 2025; WOŹNIAK *et al.*, 2025). O principal objetivo de muitos pré-tratamentos é justamente desorganizar essa estrutura cristalina para melhorar a hidrólise enzimática (VINUTHANA *et al.*, 2025; WOŹNIAK *et al.*, 2025).

Diferentes métodos de pré-tratamento atuam por mecanismos distintos para reduzir ou modificar a cristalinidade (WOŹNIAK *et al.*, 2025). Por exemplo, pré-tratamentos alcalinos, como o uso de hidróxido de sódio (NaOH), causam o inchaço (*swelling*) das fibras celulósicas (TAN *et al.*, 2021). Esse inchaço rompe as ligações de hidrogênio intermoleculares, levando a uma separação das cadeias de celulose e à conversão de regiões cristalinas em amorfas, diminuindo o índice de cristalinidade geral (TAN *et al.*, 2021; WOŹNIAK *et al.*, 2025). Pré-tratamentos ácidos, embora mais focados na hidrólise da hemicelulose, também podem afetar a cristalinidade; em condições mais severas, podem hidrolisar preferencialmente as regiões amorfas, o que pode levar a um aumento relativo da cristalinidade residual, mas também podem clivar ligações glicosídicas nas regiões cristalinas, reduzindo o grau de polimerização (WOŹNIAK *et al.*, 2025; TAN *et al.*, 2021). Métodos físicos também podem romper a estrutura cristalina por ação mecânica ou quebra de ligações, aumentando a área superficial e a reatividade (WOŹNIAK *et al.*, 2025). Portanto, a redução da cristalinidade é um resultado direto da ação química ou física do pré-tratamento sobre as ligações de hidrogênio e a organização estrutural das cadeias de celulose (VINUTHANA *et al.*, 2025; WOŹNIAK *et al.*, 2025).

A escolha do pré-tratamento mais adequado será um fator dependente do tipo de biomassa lignocelulósica que está sendo tratada, pois composições de lignina, hemicelulose e celulose variam (DAHADHA *et al.*, 2017).

Na Figura 7, é possível observar as diversas classificações para pré-tratamentos.

Figura 7 - Classificação dos pré-tratamentos.



Fonte: Adaptado de Baruah *et al.* (2018).

O pré-tratamento físico de moagem deve ser realizado antes do emprego dos outros pré-tratamentos, com o objetivo principal de aumento da área superficial da partícula, além de diminuição no grau de cristalinidade e polimerização, para que dessa forma os processos seguintes tenham uma maior eficácia (CHEN *et al.*, 2017; RAJENDRAN *et al.*, 2017).

Para a escolha do pré-tratamento a ser empregado, é necessário levar em consideração a finalidade do material e sua composição, sendo possível também a combinação de processos apresentados na Figura 7 (RODRIGUES, 2021; SILVA, 2014).

Os processos de pré-tratamento *organosolv* apresentam a vantagem de uso de substâncias menos prejudiciais à saúde e ao meio ambiente em comparação a outros processos, como por exemplo o *kraft* ou sulfito (RUIZ *et al.*, 2011), que são variações desse método com a utilização de diferentes tipos de solventes (ALVIRA *et al.*, 2010; SINGH; SINHA; KUNDU, 2022; SOUZA, 2018). Essas variações da metodologia *organosolv* quanto às suas características estão expressas no Quadro 1.

Os processos *organosolv* também se destacam por sua seletividade, permitindo a remoção eficiente da lignina, enquanto preserva as fibras celulósicas (TRACHE *et al.*, 2020). Além disso, o uso de solventes com baixo ponto de ebulição facilita o processo de recuperação e reutilização, enquanto o aumento da área superficial do material tratado e a ruptura da estrutura da lignina promovem melhores condições para etapas subsequentes, como a hidrólise

enzimática (TRACHE *et al.*, 2020). O autor também destaca uma limitação importante do método, que é a formação de inibidores durante a deslignificação, o que pode comprometer a eficiência de processos posteriores.

Quadro 1 - Variações da polpação *organosolv*.

Processo	Característica
<i>Acetosolv</i>	Polpação com ácido acético/HCl
ASAM	Método a base de sulfito, antraquinona e metanol em meio alcalino
<i>Avidel</i>	Polpação com ácido acético e ácido fórmico
<i>Etanosolv</i>	Polpação com etanol/NaOH
<i>Kraft</i>	Polpação em meio alcalino a elevada temperatura
<i>Lignol</i>	Polpação a base de etanol e água

Fonte: Adaptado de Souza (2018)

Para a extração de materiais celulósicos, a primeira etapa envolve a utilização de um pré-tratamento, e posteriormente, obtém-se as fibras purificadas para a remoção dos componentes não celulósicos (TAIPINA, 2012), para ser possível o isolamento do material em sua forma microfibrilada ou cristalina (MOON *et al.*, 2011).

3.6 Celulose e Nanocelulose

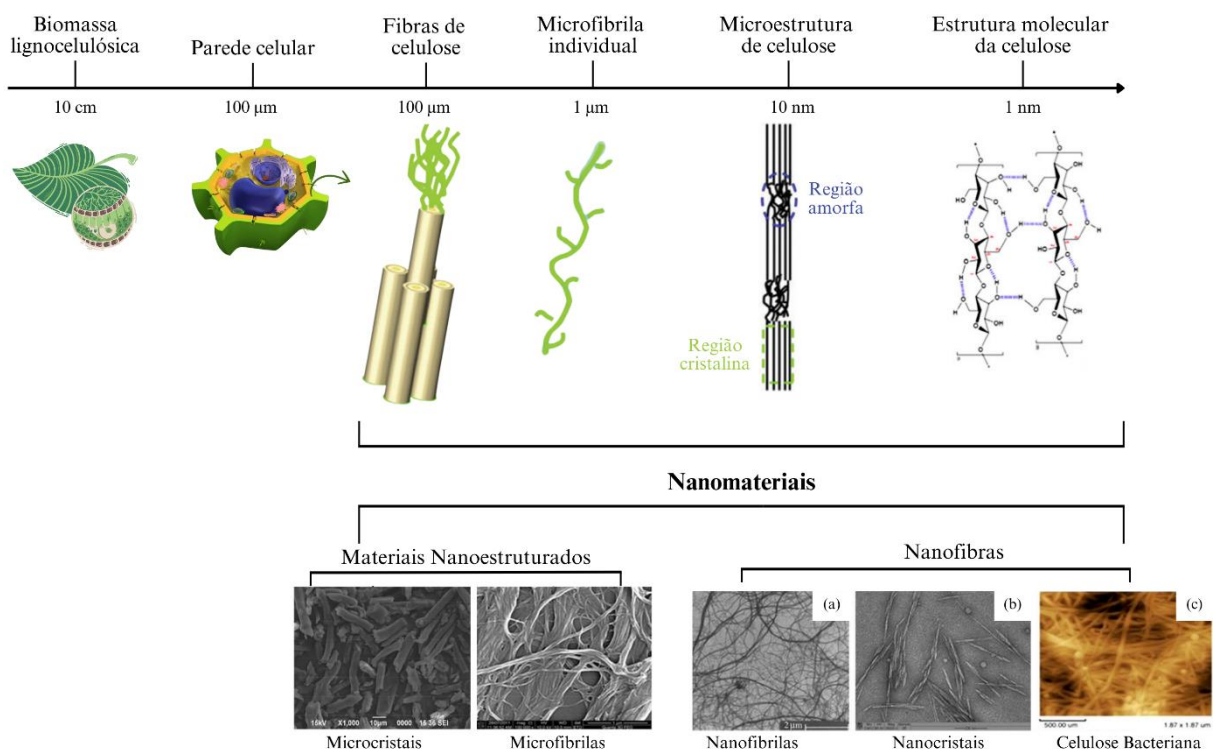
A nomenclatura das partículas de celulose não é padronizada, o que resulta em um uso inconsistente dos termos na literatura para descrever os diferentes tipos de partículas. Nesta revisão, optou-se por adotar uma terminologia alinhada às tendências mais recentes na área, visando maior clareza e uniformidade.

A falta de padronização na nomenclatura das partículas de celulose reflete a diversidade de estruturas e propriedades dessas partículas, o que também contribui para a complexidade em sua classificação (MOON *et al.*, 2011). Nesse contexto, a nanocelulose (NC), caracterizada por sua estrutura em escala nanométrica, destacou-se como um dos materiais sustentáveis mais promissores da atualidade (TRACHE *et al.*, 2020). Essa crescente atenção aos materiais de NC

se deve a suas diversas propriedades, tais como biocompatibilidade, biodegradabilidade, elevada área superficial, transparência óptica, alta rigidez e resistência, baixo coeficiente de expansão térmica e baixa densidade (KHALID *et al.*, 2021; MISHRA; SABU; TIWARI, 2018; TAHIR *et al.*, 2022; TRACHE *et al.*, 2020; YU *et al.*, 2021; PHANTHONG *et al.*, 2018). Devido à elevada cristalinidade desses nanomateriais, eles apresentam excelentes propriedades mecânicas, sendo superior ao módulo de elasticidade de fibras de vidro (85 GPa) e de arames metálicos (65 GPa) (AZIZI SAMIR *et al.*, 2004). Segundo os mesmos autores, essa característica contribui significativamente para a melhoria das propriedades das matrizes às quais são incorporados.

De acordo com Trache *et al.* (2020), a presença de grupos hidroxila em abundância facilita diversas funcionalizações por reações químicas, possibilitando a criação de materiais com propriedades adaptáveis às mais variadas aplicações. Esses materiais podem ser divididos em duas classes principais, podendo ser materiais nanoestruturados ou nanofibras (TRACHE *et al.*, 2020). Os materiais nanoestruturados podem ser divididos em microcristais de celulose e microfibrilas de celulose, enquanto as nanofibras são divididas em nanofibrila de celulose, nanocristais de celulose ou celulose bacteriana (TRACHE *et al.*, 2020). A Figura 8 mostra uma estrutura hierárquica da celulose, desde a matéria-prima natural até a sua molécula fundamental.

Figura 8 - Estrutura de biomassa lignocelulósicas em diferentes escalas.



Fonte: Adaptado de Trache *et al.*, (2017) e Shojaeiarani; Bajwa; Chanda (2021)

Os nanomateriais apresentados na Figura 8 ilustram os diferentes tipos de nanocelulose. A imagem (a) exibe a microscopia eletrônica de transmissão (MET) de nanofibrilas de celulose preparadas a partir de polpa de batata, conforme retratado por Dufresne (2017). A imagem (b) mostra o MET de nanocristais de celulose extraídos das folhas de *Mengkuang*, também descritos por Dufresne (2017). Por fim, a imagem (c) apresenta o MET de celulose bacteriana, conforme retratado por Mokhena e John (2019).

As características dos materiais nanoestruturados são fatores dependentes da origem da celulose e das condições de isolamento, incluindo a síntese e o tipo de pré-tratamento que foi empregado (TRACHE *et al.*, 2020).

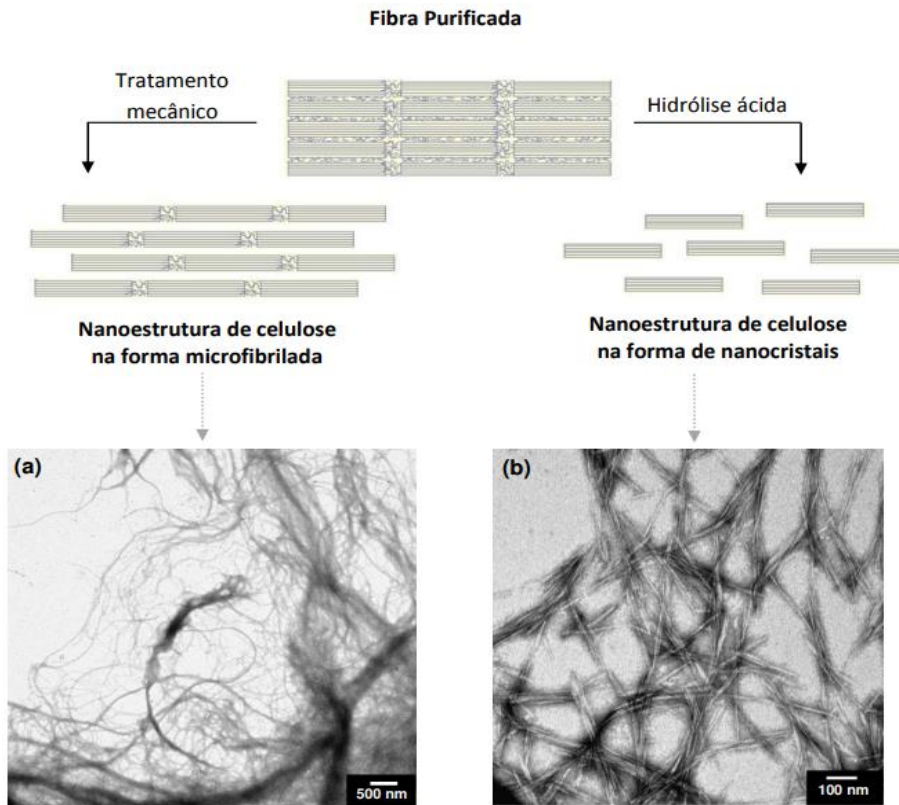
A celulose nanocristalina (CNC) é consistida por nanopartículas cilíndricas e alongadas semelhantes a bastonetes com 5 a 70 nm de largura e 100 a 6.000 nm de comprimento, normalmente são obtidas a partir do método químico, como a hidrólise ácida, uma vez que as regiões cristalinas são insolúveis aos ácidos empregados, resultando em nanocristais em forma de agulhas com dimensões dependentes da fonte de celulose (TRACHE *et al.*, 2020; TAIPINA, 2012). A celulose nanocristalina possui um índice de cristalinidade de 54 a 88%, além de apresentarem alta rigidez, resistência mecânica e baixa densidade (TAIPINA, 2012; NAZ, 2019).

A celulose nanofibrilada (CNF) é comumente obtida através de tratamentos mecânicos como uso de moedores, refinadores e homogeneizadores da alta pressão, podendo também ser isolada por meio de processo químico-mecânicos (TAIPINA, 2012). As nanofibrilas apresentam uma estrutura de rede emaranhada com nanofibras flexíveis (TRACHE *et al.*, 2020; BHATNAGAR; SAIN, 2005; STENSTAD *et al.*, 2008). Diferentemente das CNCs, as CNFs possuem uma menor cristalinidade, além de estruturas mais longas e largas (TRACHE *et al.*, 2020). As nanofibrilas são fibras longas e finas de celulose, e suas dimensões variam entre 20 nm e 40 nm de diâmetro (SVAGAN; SAMIR; BERGLUND, 2007).

Segundo Taipina (2012) o maior obstáculo para isolar a celulose nanofibrilada é o gasto de energia, uma vez que é necessário a utilização de tratamentos mecânicos para a sua obtenção. Contudo, é possível realizar tratamentos prévios ao tratamento mecânico, como a hidrólise química ou enzimática (TAIPINA, 2012; HENRIKSSON *et al.*, 2007). A utilização desses tratamentos tem como consequência a separação das fibras, de forma que facilite o processo mecânico de fibrilação, fazendo com que seja mais favorável com relação ao consumo de energia (HENRIKSSON *et al.*, 2007).

Na Figura 9 é possível observar a diferença entre a celulose nanofibrilada e a celulose nanocristalina, onde (a) representa a estrutura microfibrilada e (b) a estrutura nanocristalina, ambas obtidas através de folhas de eucalipto.

Figura 9 - Diferenças estruturais entre nanomateriais de fibras e de estruturas cristalinas.



Fonte: Taipina (2012)

A principal diferença entre os dois tipos de estruturas é que a celulose nanocristalina consiste em pequenas partículas compostas predominantemente por domínios cristalinos de celulose, enquanto a celulose nanofibrilada apresenta domínios amorfo que são ligados a domínios cristalinos por longos fios de celulose (TAIPINA, 2012).

Devido as propriedades mencionadas, a CNC é ideal para aplicações que exigem materiais com elevada resistência e rigidez, como reforço em compósitos (TRACHE *et al.*, 2020). Já a CNF proporciona maior flexibilidade e capacidade de formar redes tridimensionais, características que favorecem seu uso em aplicações que requerem materiais flexíveis, como na produção de filmes transparentes e flexíveis (EMENIKE *et al.*, 2023; KAUR *et al.*, 2021). Além disso, a CNF tem sido empregada na fabricação de papéis e embalagens devido à sua capacidade

de melhorar a resistência mecânica e as propriedades de barreira contra óleos e gorduras (EMENIKE *et al.*, 2023).

As nanocelulose bacterianas (BCN) formam-se a partir de bactérias, possuindo propriedades únicas, como alta pureza, resistência mecânica e capacidade de retenção de água (STANISLAWSKA, 2016; GATENHOLM; KLEMM, 2010). A BCN é caracterizada como nanofibras ultrafinas e em forma de fitas de aproximadamente 20 nm de diâmetro e 100 nm de comprimento que se entrelaçam formando uma rede tridimensional (TRACHE *et al.*, 2020).

A alta cristalinidade e a fina rede, semelhante a uma teia, da BNC contribuem para suas excelentes propriedades mecânicas e biocompatibilidade (OLYVEIRA *et al.*, 2011).

A celulose bacteriana não contém extrativos, hemicelulose e lignina, o que dispensa a necessidade de pré-tratamentos (TRACHE *et al.*, 2020). No entanto, sua produção em escala industrial ainda apresenta custos elevados (OUN *et al.*, 2020). Apesar disso, ela possui grande potencial de aplicação em áreas biomédicas (TRACHE, 2018; CARVALHO *et al.*, 2019; SHARMA; BHARDWAJ, 2019).

Comparações de morfologia e propriedades físicas da CNF, CNC e BCN estão resumidas no Quadro 2.

Quadro 2 - Comparação da morfologia e propriedades físicas da CNF, CNC e BCN.

Nanocelulose	Comprimento	Seção transversal	Grau de polimerização	Cristalinidade/ estrutura cristalina
Nanocelulose bacteriana (BCN)	Diferentes tipos de redes de nanofibras	20 – 100 nm	4000 – 10.000	Maior grau de cristalinidade
Celulose nanofibrilada (CNF)	0.1–2 µm	5 – 60 nm	≥ 500	Menor grau de cristalinidade
Celulose nanocristalina (CNC)	100–250 nm (de celulosas vegetais); 100 nm (de celulosas de tunicados, algas, bactérias)	5 – 70 nm	500 – 15.000	Grau médio de cristalinidade

Fonte: Adaptado de Klemm *et al.*, (2018)

3.7 Síntese da Nanocelulose

A síntese da nanocelulose envolve a quebra da celulose em fibras em nanoescala para o isolamento da celulose na forma microfibrilada e/ou cristalina (MOON *et al.*, 2011). Para essa

finalidade, é possível emprego de diferentes tipos de métodos (PHANTHONG *et al.*, 2018). Esses métodos podem ser observados no Quadro 3.

Quadro 3 - Classificação de diferentes métodos para produção de NC.

Classificação	Método
Biológico	Hidrólise enzimática
Químico	Hidrólise ácida, líquido iônico, oxidação-TEMPO
Mecânico	Microfluidização de alta pressão, ultrassonificação, e moinho de bolas

Fonte: Rodrigues (2024)

O isolamento de materiais na forma microfibrilada ou nanofibrilada é mais comumente realizado por hidrólise ácida, hidrólise enzimática e por tratamentos mecânicos (MOON *et al.*, 2011).

3.7.1 Hidrólise Ácida

A hidrólise ácida é o método mais tradicional de síntese de nanocelulose, pois tem um baixo consumo de energia e elevada eficiência (LEE; HAMID; ZAIN, 2014; TRACHE *et al.*, 2017). Esse método envolve o tratamento da celulose com ácidos fortes, como o ácido sulfúrico, ácido clorídrico, ácido nítrico, ácido fosfórico ou ácido carbônico, em condições controladas de temperatura (entre 100 a 215°C), concentração (entre 0,5 e 5%) e tempo (LOOW *et al.*, 2016; JUNG; KIM, 2015; ZHAO; ZHOU; LIU, 2012; ZHANG *et al.*, 2010). O ácido penetra na estrutura da celulose, hidrolisando as regiões amorfas mais suscetíveis, enquanto as regiões cristalinas, mais resistentes, permanecem intactas, formando partículas de tamanhos nanométricos (KVIEN; TANEM; OKSMAN, 2005; DURÁN *et al.*, 2011; TAIPINA, 2012).

Utilizando o ácido sulfúrico para a realização do tratamento por hidrólise ácida, a nanocelulose sintetizada possui cargas negativas em sua superfície, resultando em suspensões coloidais aquosas e estáveis (AZIZI SAMIR; ALLOIN; DUFRESNE, 2005). A literatura reporta a utilização de tratamentos mecânicos juntamente da hidrólise ácida para a redução dos aglomerados de nanofibrilas (TIBOLLA; PELISSARI; MENEGALLI, 2014).

3.7.2 Hidrólise Enzimática

Além dos métodos tradicionais de polpação utilizados, a polpação biológica ou enzimática tem despertado crescente interesse (TRACHE *et al.*, 2017). Este método baseia-se na capacidade de determinados microrganismos e suas enzimas de degradar diretamente a hemicelulose e modificar a interface entre lignina e celulose, facilitando, assim, a remoção da fração de hemicelulose associada à lignina (SUN; CHENG, 2002; TRACHE *et al.*, 2017). Esse processo simplifica a obtenção de celulose purificada, resultando em menor degradação do material e na produção de polpas de qualidade superior (TRACHE *et al.*, 2017). Diferentes tipos de enzimas são capazes de interagir melhor com diferentes regiões da cadeia celulósica, devido a essa característica, para realizar a hidrólise completa da celulose emprega-se até dois ou três tipos diferentes de enzimas (RIBEIRO *et al.*, 2019). As condições experimentais para a realização da hidrólise enzimática devem ser cuidadosamente ajustadas, uma vez que fatores como temperatura e pH estão diretamente relacionados às especificidades do tipo de enzima empregada no processo (MICHELIN *et al.*, 2020; BABICKA *et al.*, 2021).

O processo de hidrólise enzimática pode ser subdividido em três etapas principais: a adsorção das enzimas à superfície das fibras de celulose, seguida pela biodegradação da celulose em açúcares fermentáveis e, por fim, pela dessorção das enzimas (SCOPEL, 2019).

3.7.3 Oxidação-TEMPO

A oxidação-TEMPO normalmente é empregada juntamente de um processo mecânico, e ocorre na superfície das fibras da celulose e em seus domínios amorfos dispostos na solução aquosa (TRACHE *et al.*, 2017), a partir da desintegração da celulose utilizando o reagente 2,2,6,6-tetrametilpiperidil-1-oxil (TEMPO) juntamente de agentes oxidantes (LEE; HAMID; ZAIN, 2014). À medida que o teor de grupos carboxila aumenta, a estrutura da celulose é significativamente modificada, levando à sua dispersão em soluções aquosas (TRACHE *et al.*, 2017). Essa propriedade permite a liberação de nanofibrilas ou nanocristais de celulose, dependendo das condições do processo (TRACHE *et al.*, 2017).

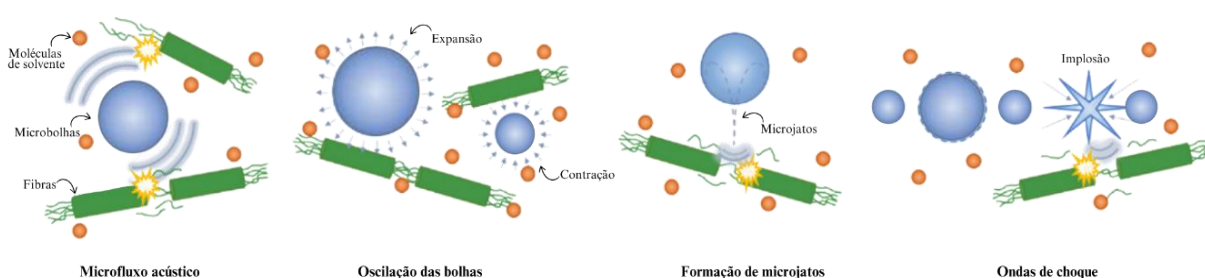
A partir desse método é possível a obtenção da celulose nanofibrilada oxidada por TEMPO. Apresenta alta dispersibilidade em água e boas propriedades mecânicas, ópticas e de barreira (TRACHE *et al.*, 2017). Essas características tornam o material promissor para aplicações em filmes, revestimentos, nanocompósitos e dispositivos biomédicos (TRACHE *et al.*, 2017).

3.7.4 Ultrassom de Alta Intensidade (HIUS)

A técnica de ultrassom de alta intensidade (HIUS) é uma abordagem mecânica, fundamentada nas forças hidrodinâmicas geradas pela cavitação ultrassônica (PRADHAN; JAISWAL; JAISWAL, 2022). Este método utiliza altas potências ($10\text{-}1000\text{ W}\cdot\text{cm}^{-2}$) e baixas frequências (20-100 kHz), o que resulta na formação de microbolhas e sua subsequente implosão, promovendo interações físicas e químicas intensas (HOO *et al.*, 2022).

O mecanismo utilizado para o HIUS pode ser observado na Figura 10.

Figura 10 - Mecanismo do ultrassom de alta intensidade.



Fonte: Adaptado de Hoo *et al.*, (2022)

O processo envolve dois estágios principais: a nucleação das bolhas e sua dinâmica, que abrange expansão, oscilação e colapso (HOO *et al.*, 2022). Durante o procedimento, destacam-se mecanismos como defibrilação, transferência de calor e massa, homogeneização e desaglomeração das fibras de celulose (HOO *et al.*, 2022; MASON *et al.*, 2001).

A energia ultrassônica gerada no HIUS é absorvida pelas moléculas do líquido, criando oscilações mecânicas que levam à formação, crescimento e implosão de microbolhas (PRADHAN; JAISWAL; JAISWAL, 2022). Essas bolhas, ao colapsarem, geram ondas de choque que interagem diretamente com a superfície das fibras de celulose, causando a erosão das ligações de hidrogênio intermoleculares presentes na estrutura das microfibras. Como resultado, as microfibras são individualizadas, formando nanofibras de celulose (DILAMIAN; NOROOZI, 2019; HOO *et al.*, 2022).

Diversos fatores influenciam a eficiência do HIUS na produção de nanocelulose. Entre eles, destacam-se a temperatura, intensidade da energia ultrassônica, concentração de celulose, tempo de tratamento, distância da ponteira ultrassônica e o tamanho inicial das fibras de celulose (WANG; CHENG, 2009; DILAMIAN; NOROOZI, 2019; FRONE *et al.*, 2011; YANG *et al.*, 2020). A combinação otimizada desses parâmetros é essencial para maximizar a

eficiência do processo e obter materiais com propriedades adequadas para aplicações específicas (HOO *et al.*, 2022).

O uso do HIUS em escala industrial, entretanto, apresenta desafios, como o alto consumo energético e a necessidade de equipamentos especializados (WANG; CHENG, 2009).

3.8 Análise do uso do HIUS na Produção de Nanocelulose a Partir de Biomassas

A eficiência do HIUS depende de parâmetros específicos, como a concentração da biomassa, o tempo de exposição ao ultrassom, a intensidade e frequência aplicadas, além da temperatura do processo (WANG; CHENG, 2009; YANG *et al.*, 2020).

Neste tópico são apresentados estudos que investigaram a produção de nanocelulose utilizando ultrassom de alta intensidade. A análise comparativa abrange a matéria-prima utilizada, condições de potência e frequência ultrassônica utilizadas no HIUS (Cd_{HIUS}), concentração da suspensão de microfibrilas (C_{MFC}), temperatura (T) e tempo de processamento (t), índice de cristalinidade (IC), diâmetro (d) e rendimento (y). Essas informações estão organizadas na Tabela 2.

Tabela 2 - CNFs obtidas através de diferentes matérias-primas sintetizada por HIUS.

(continua)

Matéria-Prima	Cd_{HIUS}	C_{MFC} (%)	T (°C)	t (min)	IC (%)	d (nm)	y (%)	Referência
Caroço de azeitona	550 W; 20kHz	1	-	45	32,08	24 - 80	-	FONSECA SOBRINHO (2024)
Acácia-negra esgotada	550 W; 20 kHz	1	25	30	52,21	9 - 28	$3,01 \pm 0,52$	RODRIGUES (2023)
Coco Babaçu	550 W; 20 kHz	1	25	30	62,55	60 - 80	-	CARVALHO (2024)
Bagaço de laranja	750 W; 20 kHz	20	-	15	-	-	10,8	KOUTSIANITIS <i>et al.</i> (2015)
Bambu	19,5 – 20,5 kHz	-	-	10 – 80	-	37 – 133	-	MARIÑO <i>et al.</i> (2021)

Tabela 2 - CNFs obtidas através de diferentes matérias-primas sintetizada por HIUS.

Matéria-Prima	Cd_{HIUS}	C_{MFC} (%)	T (°C)	t (min)	IC (%)	d (nm)	y (%)	(conclusão)
								Referência
Capim Elefante	1000 W; 20 kHz	0,004	-	30	60,3 – 89,2	5,15 – 9,83	62,66 – 85,62	YUAN <i>et al.</i> (2023)
Casca de aveia	20 kHz	10	-	60	-	-	60 - 65	DEBIAGI <i>et al.</i> (2020)
Casca de milho	750 W; 20 kHz	20	-	15	-	-	38,50	KOUTSIANITIS <i>et al.</i> (2015)
Fibra de rami	400 W; 22 kHz	2	-	60	73,65	-	83,90 – 89,35	SYAFRI. <i>et al.</i> (2019)
Fibras de palha de canola	20 kHz	1	-	20	-	-	36.45 - 46.07	FRONE <i>et al.</i> (2011)
Palha de cana de açúcar	750 W; 20 kHz	20	-	15	-	-	24	KOUTSIANITIS <i>et al.</i> (2015)
Resíduos de café	750 W; 20 kHz	20	-	15	-	-	33	KOUTSIANITIS <i>et al.</i> (2015)

Fonte: Autora (2024)

A elevação da potência aplicada no HIUS faz com que as ondas emitidas se intensifiquem, ocasionando em um aumento no grau de nanofibrilação, levando a formação nanopartículas mais uniformes, que pode ser esse fator melhorado com o aumento do tempo de contato (PRADHAN *et al.*, 2022; YIANG *et al.*, 2020; WANG; CHENG, 2009). O aumento da potência no HIUS também ocasiona uma melhora no rendimento do processo, como pode ser observado por YUAN *et al.* (2023), que obtiveram celulose nanofibrilada a partir do Capim Elefante, utilizando uma potência de 1000 W, obtendo um rendimento de 62,66 – 85,62%. SYAFRI *et al.* (2019) obtiveram celulose nanofibrilada a partir de fibra de rami, realizando sua síntese em um tempo de processamento de 60 min, obtendo um rendimento de 83.90 - 89,35%, indicando que tempos de processamentos mais prolongados são influentes no rendimento.

Os estudos desenvolvidos pelo Grupo de Pesquisa em Engenharia de Processos em Sistemas Particulados (GPEPSP) apresentaram baixos rendimentos em trabalhos anteriores, conforme relatado por Fonseca Sobrinho (2024), Rodrigues (2024) e Carvalho (2024). Carvalho (2024) obteve celulose nanofibrilada a partir do coco babaçu, enquanto Rodrigues (2024) avaliou a influência das condições aplicadas no ultrassom de alta intensidade (HIUS) para a

síntese de celulose nanofibrilada a partir de acácia-negra esgotada. Fonseca Sobrinho (2024), sintetizou celulose nanofibrilada a partir do endocarpo de azeitona, focando na otimização das etapas de pré-tratamento para melhorar o rendimento. Todos esses trabalhos empregaram condições similares para o uso do HIUS. O presente estudo justifica-se pela necessidade de melhorar o processo de separação entre MFC e NFC, especialmente considerando que a etapa de pré-tratamento já foi previamente otimizada.

4 ARTIGO

Nanocelulose obtida de bagaço de azeitona: efeito da rotação e do tempo de centrifugação na separação da CNF

Resumo

Este estudo avaliou, por meio de planejamento fatorial 2², a influência da velocidade de rotação e do tempo na etapa de centrifugação, visando o isolamento de nanofibrilas de celulose a partir do endocarpo de azeitona e a maximização do rendimento no sobrenadante obtido. A celulose foi isolada via pré-tratamento *acetosolv*, e as nanofibrilas de celulose foram obtidas por ultrassom de alta intensidade (HIUS). Os fatores rotação e tempo impactaram significativamente o rendimento, com predomínio do tempo. Microscopia de força atômica revelou diâmetros entre 20,33 e 88,20 nm. A análise termogravimétrica comprovou a remoção de hemicelulose e lignina. O FT-IR indicou eliminação de grupos hidrofílicos e conservação das ligações características da celulose. As morfologias obtidas mostraram aumento da porosidade e feixes fibrilares coesos. O potencial zeta revelou nanofibrilas de celulose com tendência moderada à aglomeração. O processo demonstrou melhora na eficiência na conversão do endocarpo de azeitona em nanomateriais de alto valor agregado, levando em consideração estudos previamente realizados. Os resultados confirmam a viabilidade técnica do método e indicam desempenho superior aos relatados na literatura para conversão de endocarpo de azeitona em nanocelulose de alto valor agregado.

1 Introdução

A olivicultura é a prática agrícola dedicada ao cultivo de oliveiras (*Olea europaea* L.), representando um setor de grande importância econômica e cultural em diversas regiões do mundo, particularmente na bacia do Mediterrâneo, onde se concentra a maior parte da produção global (FAO, 2023). A produção mundial de azeitonas tem apresentado uma tendência de crescimento nas últimas décadas, impulsionada tanto pelo aumento do consumo de azeite de oliva, reconhecido por seus benefícios à saúde, quanto pela expansão da área cultivada para novas regiões com potencial agroclimático (FAO, 2023; MOREIRA *et al.*, 2025). Espanha, Itália e Grécia historicamente lideram a produção mundial, mas outros países têm emergido como produtores relevantes, diversificando a geografia desta cultura (FAO, 2023).

No Brasil, a olivicultura é uma atividade relativamente recente, mas que tem demonstrado um crescimento expressivo e promissor nos últimos anos (SOUZA *et al.*, 2024;

BAILEY, 2022). Embora o volume de produção nacional ainda seja novo quando comparado aos grandes produtores mundiais e o país permaneça como um grande importador de azeite e azeitonas de mesa, o interesse pelo cultivo tem aumentado significativamente, impulsionado pela busca por azeites de alta qualidade e pela adaptação de variedades às condições climáticas locais (MOREIRA *et al.*, 2025). Estudos de mapeamento agroclimático têm identificado diversas regiões com aptidão para o cultivo, expandindo o potencial para além das áreas tradicionalmente conhecidas (MOREIRA *et al.*, 2025).

A região Sul do Brasil, com destaque para o estado do Rio Grande do Sul, consolidou-se como o principal polo produtor de azeitonas e azeite de oliva do país (SOUZA *et al.*, 2024; BAILEY, 2022). As condições climáticas específicas da metade Sul do estado, com invernos mais frios, favorecem o desenvolvimento das oliveiras e a produção de azeites extravirgens de alta qualidade, que têm conquistado reconhecimento em concursos nacionais e internacionais (BAILEY, 2022).

Com o avanço da produção de azeite cresce a preocupação com os resíduos gerados, o moderno sistema de extração em duas fases produz um bagaço de azeitona úmido e pastoso, formado por polpa, casca, fragmentos de endocarpo e grande quantidade de água (BAKARI *et al.*, 2024; FERNÁNDEZ *et al.*, 2021; ALU'DATT *et al.*, 2022). Outros subprodutos incluem as folhas e ramos removidos durante a colheita e limpeza, e as águas residuais (ALU'DATT *et al.*, 2022; BAKARI *et al.*, 2024). O descarte inadequado desses resíduos, ricos em matéria orgânica e compostos fenólicos, pode causar problemas ambientais, como a poluição do solo e da água (BAKARI *et al.*, 2024; RAJIN *et al.*, 2022).

Contudo, esses resíduos, antes vistos apenas como um problema ambiental e um custo para a indústria, têm despertado crescente interesse científico e tecnológico devido ao seu potencial de valorização (TAMBURRANO *et al.*, 2024; DA SILVA *et al.*, 2024). O bagaço de azeitona, em particular, é rico em compostos de alto valor agregado, como polissacarídeos (celulose e hemicelulose), lignina, compostos fenólicos com atividade antioxidante, e uma fração de óleo residual (FERNÁNDEZ *et al.*, 2021; ALU'DATT *et al.*, 2022). Essa composição abre possibilidades para o desenvolvimento de novos produtos e processos dentro do conceito de biorrefinaria e economia circular, transformando um passivo ambiental em matéria-prima para diversas aplicações industriais, incluindo a produção de biocombustíveis, biopolímeros, compostos bioativos para as indústrias alimentícia, farmacêutica e cosmética, e materiais avançados (TAMBURRANO *et al.*, 2024; DA SILVA *et al.*, 2024; ZHANG *et al.*, 2025).

A valorização da biomassa lignocelulósica presente no bagaço de azeitona para a obtenção de nanocelulose surge como uma alternativa promissora e alinhada aos princípios da

química verde e da bioeconomia (ZHANG *et al.*, 2025). A celulose, principal componente estrutural das plantas e polímero mais abundante na natureza, pode ser extraída desses resíduos e processada para gerar nanomateriais (MOON *et al.*, 2020). A nanocelulose, que engloba as nanofibrilas de celulose (CNF), nanocristais de celulose (CNC) e celulose bacteriana (BCN), destaca-se por sua alta área superficial, excelentes propriedades mecânicas, baixa densidade, biocompatibilidade e biodegradabilidade, tornando-a um material de grande interesse para aplicações em compósitos, embalagens, biomedicina, eletrônica, tratamento de água, entre outras (MOON *et al.*, 2020; ZHANG *et al.*, 2025).

A nanocelulose, especificamente as nanofibrilas (CNF), consiste em agregados de microfibrilas de celulose com diâmetros na escala nanométrica (tipicamente 5 - 60 nm) e comprimentos que podem chegar a micrômetros, formando uma rede interconectada (MOON *et al.*, 2020). Sua obtenção a partir de fontes lignocelulósicas geralmente envolve etapas de pré-tratamento químico para remover lignina e hemicelulose, seguidas por processos de desintegração mecânica para individualizar as fibrilas (ZHANG *et al.*, 2025). A utilização de resíduos agroindustriais como o bagaço de azeitona como matéria-prima para a produção de nanocelulose não só agrega valor a um subproduto de baixo custo, mas também contribui para a sustentabilidade do processo (TAMBURRANO *et al.*, 2024).

Entre os métodos de desintegração mecânica para a produção de nanocelulose, o ultrassom de alta intensidade tem ganhado destaque como uma tecnologia eficiente e sustentável (RAJIN *et al.*, 2022; KHAN *et al.*, 2023). A aplicação de ondas ultrassônicas de alta potência em um meio líquido gera o fenômeno da cavitação acústica – a formação, crescimento e colapso implosivo de microbolhas (RAJIN *et al.*, 2022; KHAN *et al.*, 2023). Esse colapso gera condições extremas localizadas de temperatura e pressão, ondas de choque e microjatos líquidos, que promovem a desfibrilação das fibras celulósicas em nanoescala (VUKOVIĆ *et al.*, 2022; KHAN *et al.*, 2023; ABDULRAHIM *et al.*, 2025). O ultrassom pode ser utilizado isoladamente ou em combinação com outros tratamentos (químicos ou mecânicos) para otimizar a extração e individualização das nanofibrilas (KHAN *et al.*, 2023), podendo influenciar propriedades como cristalinidade e diâmetro das fibras (VUKOVIĆ *et al.*, 2022).

Após a produção da suspensão de nanocelulose, uma etapa crítica é a sua purificação e separação de frações não totalmente desfibriladas ou de microfibrilas residuais. A centrifugação surge como uma técnica importante para essa finalidade, permitindo não apenas a purificação, mas também o fracionamento da nanocelulose com base no tamanho e outras características das partículas (LI *et al.*, 2024; DONG *et al.*, 2020). A otimização dos parâmetros de centrifugação (como velocidade e tempo) é fundamental para maximizar a recuperação da fração nanométrica

desejada e obter suspensões com distribuição de tamanho mais homogênea, o que impacta diretamente nas propriedades e no desempenho do material em suas aplicações finais (LI *et al.*, 2024). No entanto, um desafio oriundo desse processo é que uma porção significativa das nanofibrilas pode co-precipitar com as microfibrilas durante a centrifugação, reduzindo o rendimento da fração nanométrica purificada. Diante dessa problemática, o presente trabalho visa investigar os efeitos operacionais no processo de centrifugação, com foco em identificar as melhores condições de separação entre microfibrilas e nanofibrilas e obter rendimentos mais significativos.

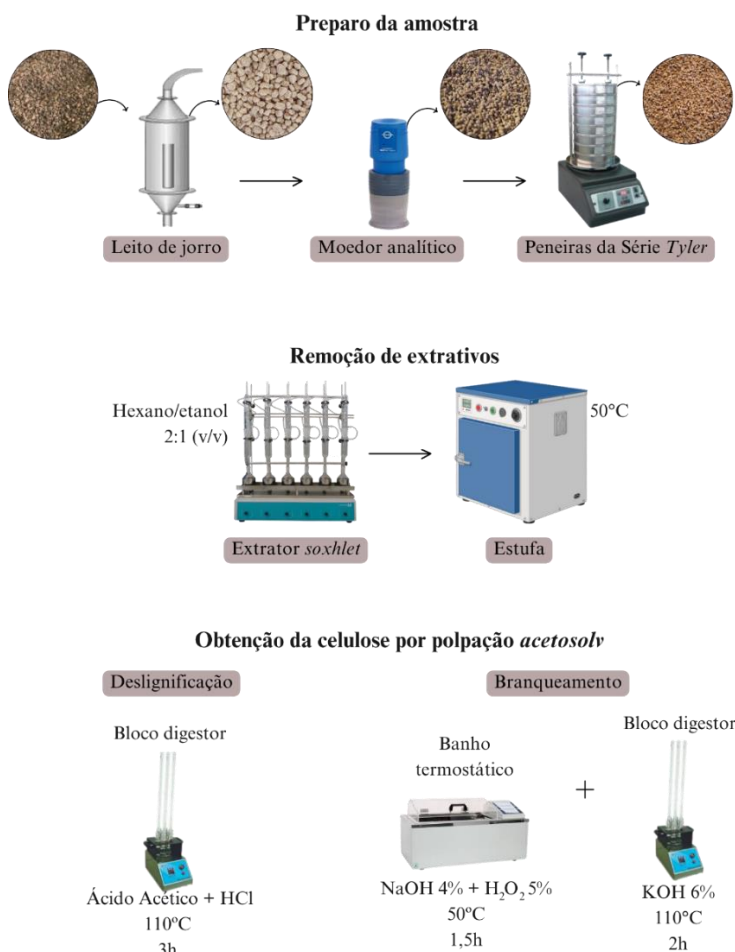
2 Materiais e Métodos

2.1 Preparo e síntese da celulose nanofibrilada

O bagaço de azeitona utilizado neste estudo foi fornecido pela empresa Azeites do Pampa, localizada em Bagé, Rio Grande do Sul, com o cultivar do tipo koroneiki. O material foi seco em estufa com convecção forçada de ar a 60 °C por 48 h, submetido à separação da fração rica em endocarpo (FE) da fração rica em polpa em um leito de jorro, conforme Rodrigues *et al.* (2021) e Fonseca Sobrinho (2024).

A Figura 1 apresenta uma visão geral do processo, abrangendo desde o preparo da matéria-prima até a obtenção da celulose purificada.

Figura 1 - Etapas do processo de obtenção da celulose purificada a partir do endocarpo de azeitona.



Fonte: Autora (2025)

FE foi moída em um moedor analítico e peneirada (peneiras da série Tyler), a fim de se obter partículas de diâmetro inferior a 1 mm, conforme Rodrigues *et al.* (2021) e Fonseca Sobrinho (2024). Seguindo a metodologia dos mesmos autores, realizou-se a remoção dos extrativos através de um determinador de gordura (TE-044, TECNAL) com uma solução de hexano e etanol na proporção de 2:1 (v/v) e tempo de residência de 2 h. O material obtido foi seco em estufa com circulação forçada de ar, a 50°C durante 18 h.

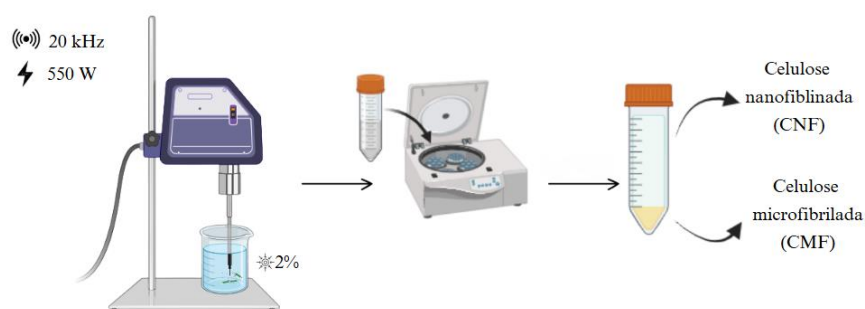
A obtenção da celulose purificada foi realizada pelo método *acetosolv* conforme descrito por Fonseca Sobrinho (2024), que apresentou os melhores rendimentos de celulose purificada em estudos prévios. Para essa etapa, o endocarpo moído foi imerso em uma solução composta por 96% de ácido acético glacial (CH₃COOH) e 0,3% de ácido clorídrico (HCl), sob refluxo em bloco digestor (Quimis) por 3 h. A proporção de amostra para solução foi de 3:100 (g/mL), resultando na obtenção do endocarpo deslignificado. O branqueamento do material deslignificado foi dividido em duas etapas. Na primeira etapa, foi empregada uma solução

contendo 5% (v/v) de H₂O₂ e 4% (m/v) de NaOH 1 M, mantida a 50 °C por 1,5 h. Já a segunda etapa foi realizada submetendo a amostra a refluxo com uma solução aquosa de KOH 1,1 M (6% m/v) a 115 °C por 2 h, resultando na obtenção da celulose branqueada, como também descrito por Fonseca Sobrinho (2024).

Para a produção de nanofibrilas de celulose, adotou-se a metodologia descrita por Rodrigues *et al.* (2021) e Fonseca Sobrinho (2024). A celulose purificada foi processada utilizando um ultrassonicador de alta intensidade (HIUS, Eco-Sonics) com ponteira de 20 mm de diâmetro, operando a uma frequência ultrassônica de 20 kHz e potência máxima de 550 W, com ajuste de potência de 90%. Nesse processo, utilizou-se uma concentração de suspensão de MFC (microfibrilas de celulose) diluídas em 2% e tempo de processamento de 45 min, conforme descrito por Fonseca Sobrinho (2024).

Com a obtenção das CNF, as amostras foram submetidas a centrifugação sob condições definidas por um planejamento fatorial 2² com três repetições no ponto central, visando identificar os parâmetros ideais para a separação entre nanofibrilas e microfibrilas precipitadas. O sobrenadante, rico em nanofibrilas, foi transferido para placas de Petri e submetido à secagem em estufa de convecção forçada a 50 °C por 24 h. A Figura 2 mostra uma esquematização da síntese e separação da CNF.

Figura 2 - Obtenção de nanofibrilas de celulose através do HIUS.



Fonte: Autora (2025)

O rendimento da CNF (y) foi calculado pela Equação 1, sendo m_f a massa final obtida na placa de Petri após a secagem e m_i a massa inicial da amostra branqueada.

$$y (\%) = \frac{m_f}{m_i} \cdot 100 \quad (1)$$

As amostras sem extrativo, deslignificado e branqueado foram submetidas a análises de caracterização térmica, estrutural e química, por meio das técnicas de análise termogravimétrica

(TGA), espectroscopia no infravermelho com transformada de *Fourier* (FT-IR) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). A celulose nanofibrilada obtidas também foi avaliada por estas mesmas análises, sendo adicionalmente caracterizadas por microscopia de força atômica (AFM) e potencial zeta.

As caracterizações realizadas em cada uma das etapas estão expressas na Figura 3.

Figura 3 - Caracterizações realizadas nas etapas de pré-tratamento e na nanofibrila de celulose sinterizada.



Fonte: Autora (2025)

A análise termogravimétrica foi realizada em um analisador térmico TGA-50 (*Shimadzu*), utilizando amostras com massa entre 5 e 7 mg, acondicionadas em células de platina. Os ensaios foram conduzidos sob atmosfera inerte de nitrogênio, com fluxo controlado de $50 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$. O aquecimento consistiu em uma taxa de $15 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$, com patamares mantidos a $100 \text{ }^\circ\text{C}$, por 30 minutos, para remoção da umidade residual, e a $650 \text{ }^\circ\text{C}$, também por 30 minutos, para promover a degradação térmica completa dos constituintes orgânicos. O procedimento seguiu a metodologia descrita por Rodrigues *et al.* (2023).

A caracterização morfológica por microscopia de força atômica foi realizada utilizando um equipamento modelo 5500 (*Agilent Technologies*), operando em temperatura ambiente, no modo de contato. As imagens foram obtidas com o uso de uma ponteira do tipo PPP-CONT

(NANOSENSORS), com constante de força de $0,2 \text{ N}\cdot\text{m}^{-1}$ e frequência de ressonância de 13 kHz. Para a realização da análise, 5 mL do sobrenadante (CNF) foram diluídos em 20 mL de água destilada. Uma alíquota dessa solução foi depositada sobre uma lâmina de mica com superfície lisa, sendo deixada para secagem à temperatura ambiente.

A determinação dos grupos funcionais obtida através da técnica de espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier, foi realizada utilizando o modelo *Thermo Scientific Nicolet iS5 FTIR*, *Thermo Fisher Scientific, Madison, Wisconsin, USA*. A microscopia eletrônica de varredura foi realizada utilizando o modelo *TM3000*, *Hitachi, Japan*. E o potencial zeta realizado por meio do modelo *NanoBrook Omni*, *Brookhaven Instruments Corporation, Holtsville, New York, USA*.

2.7 Planejamento experimental fatorial

Com o objetivo de verificar a influência das condições experimentais na operação de centrifugação, foi adotado um planejamento experimental fatorial 2^2 com réplica no ponto central. As variáveis independentes selecionadas para o estudo foram a rotação (rpm) e o tempo de centrifugação (min), cujos níveis estão apresentados no Quadro 1. Os níveis foram definidos com base no estudo de Fonseca Sobrinho (2024).

Quadro 1 - Variáveis independentes do planejamento experimental.

Fatores	Níveis		
	-1	0	1
Rotação (rpm)	800	1900	3000
Tempo (min)	5	10	15

Fonte: Autora (2025)

Os dados foram analisados por meio do software estatístico Statistica®, versão 13.5 (SAS Institute, Cary, NC, EUA). A influência dos fatores foi avaliada por meio da análise do gráfico de Pareto, considerando um intervalo de confiança de 95%.

3 Resultados e Discussão

A Tabela 1 apresenta os resultados obtidos em termos de rendimento de CNF.

Tabela 1 – Resultados experimentais obtidos a partir da variação das condições operacionais da centrífuga.

Amostra	Rotação (rpm)	Tempo (min)	Rendimento (%)
CNF1	800	5	4,05
CNF2	800	15	4,70
CNF3	3000	5	3,35
CNF4	3000	15	4,46
CNF5 (C)	1900	10	5,95
CNF6(C)	1900	10	5,90
CNF7(C)	1900	10	5,86

Fonte: Autora (2025)

Os rendimentos obtidos neste estudo para nanofibrilas de celulose provenientes do endocarpo de azeitona variam entre 3,35% e 5,95%. O rendimento máximo obtido foi superior ao relatado por Rodrigues (2023), que alcançou $3,01 \pm 0,52$ % para nanofibrilas obtidas da casca de acácia-negra sob centrifugação de 3000 rpm durante 10 min, evidenciando desempenho relativamente superior das condições aqui empregadas. Apesar disso, a literatura reporta rendimentos de celulose nanofibrilada obtida por HIUS superiores aos obtidos no presente estudo, conforme indicado na Tabela 3.

Tabela 3 - CNFs obtidas através de diferentes matérias-primas sintetizada por HIUS.

(continua)

Matéria-Prima	Cd_{HIUS}	C_{MFC} (%)	T (°C)	t (min)	IC (%)	d (nm)	y (%)	Referência
Acácia-negra esgotada	550 W; 20 kHz	1	25	30	52,21	9 - 28	$3,01 \pm 0,52$	RODRIGUES (2023)
Bagaço de laranja	750 W; 20 kHz	20	-	15	-	-	10,8	KOUTSIANITIS <i>et al.</i> (2015)
Capim Elefante	1000 W; 20 kHz	0,004	-	30	60,3 – 89,2	5,15 – 9,83	62,66 – 85,62	YUAN <i>et al.</i> (2023)
Casca de aveia	20 kHz	10	-	60	-	-	60 - 65	DEBIAGI <i>et al.</i> (2020)
Casca de milho	750 W; 20 kHz	20	-	15	-	-	38,50	KOUTSIANITIS <i>et al.</i> (2015)

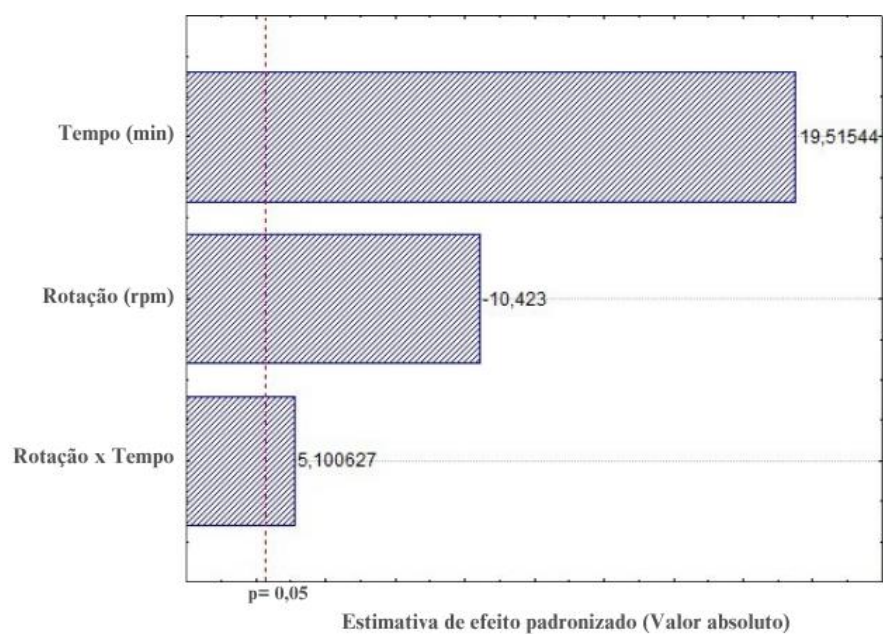
Tabela 4 - CNFs obtidas através de diferentes matérias-primas sintetizada por HIUS.

								(conclusão)
Matéria-Prima	Cd_{HIUS}	C_{MFC} (%)	T (°C)	t (min)	IC (%)	d (nm)	y (%)	Referência
Fibra de rami	400 W; 22 kHz	2	-	60	73,65	-	83,90 - 89,35	SYAFRI. <i>et al.</i> (2019)
Fibras de palha de canola	20 kHz	1	-	20	-	-	36.45 -	FRONE <i>et al.</i> (2011)
Palha de cana de açúcar	750 W; 20 kHz	20	-	15	-	-	24	KOUTSIANITIS <i>et al.</i> (2015)
Resíduos de café	750 W; 20 kHz	20	-	15	-	-	33	KOUTSIANITIS <i>et al.</i> (2015)

Fonte: Autora (2025)

O gráfico de Pareto apresentado na Figura 5 fornece uma representação visual da significância estatística dos efeitos, com um nível de significância de 95%.

Figura 5 – Gráfico de Pareto.



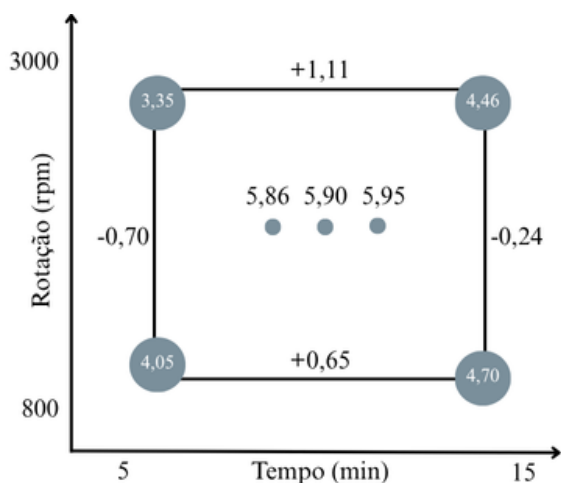
Fonte: Autora (2025)

Observa-se que todos os efeitos analisados podem ser considerados estatisticamente significativos para o processo de separação. O tempo de centrifugação é o fator de maior impacto, com efeito indicando uma forte influência positiva sobre o rendimento da CNF, ou seja, ao aumentar o tempo de centrifugação há um aumento na fração de CNF recuperada. Contudo, estudos realizados por Ryan (2020) observou-se que, ao ultrapassar cerca de 45 min de centrifugação, a concentração de fibras CNF se estabilizou em torno de 9% em massa, indicando que tempos adicionais além disso produzem ganhos mínimos.

A centrifugação aplica uma aceleração muito superior à gravidade, gerando fluxos de líquido e arraste ao redor das fibrilas (RICHARDSON *et al.*, 2002). Essas forças hidrodinâmicas tendem a empurrar as nanofibrilas para fora da suspensão (em direção ao fundo do tubo), sendo contrabalançadas pela resistência viscosa do fluido (RICHARDSON *et al.*, 2002). O movimento relativo entre partículas e fluido pode ser descrito pela Lei de Stokes para sedimentação (RICHARDSON *et al.*, 2002). Essas forças de arraste e inércia dependem do tamanho e densidade das partículas (RICHARDSON *et al.*, 2002), portanto, partículas maiores (microfibrilas) sedimentam mais rapidamente que partículas menores (nanofibrilas). Rotações excessivamente altas comprimem o leito de nanofibrilas, compactando-as e dificultando a redispersão. A suspensão pode tornar-se suficientemente viscosa a ponto de poder ser comparada com um gel em cerca de 3% para CNF e 10% para CNC (SINQUEFIELD *et al.*, 2020). Portanto, rotações muito baixas não produzem força centrífuga suficiente para vencer o arraste viscoso e as repulsões coloidais, resultando em baixo rendimento. Assim, uma faixa intermediária de aceleração costuma maximizar a separação sem provocar sobre-compactação (AMINI *et al.*, 2019; SINQUEFIELD *et al.*, 2020; RICHARDSON *et al.*, 2002), evidenciando o melhor rendimento obtido no ponto central no presente estudo.

A Figura 4 ilustra o comportamento do rendimento da CNF em função dos parâmetros operacionais, o qual está sendo representado através de um quadrado de respostas no sistema cartesiano.

Figura 4 – Quadrado de resposta 2^2 com tréplica no ponto central.



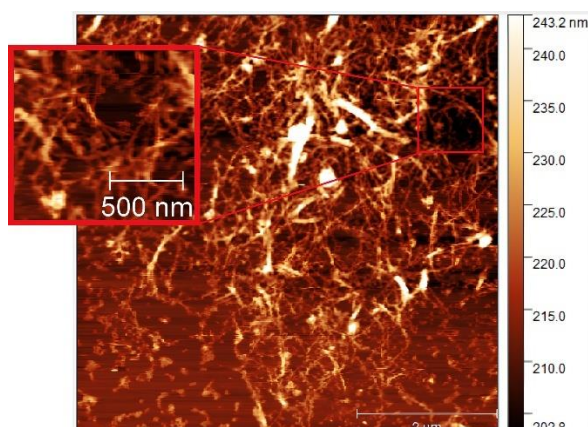
Fonte: Autora (2025)

A distribuição dos rendimentos no quadrado de resposta revela que, ao centrifugar suspensões de CNF, o fracionamento das nanofibrilas resulta não só da diferença de tamanho entre as partículas, mas também das suas propriedades de superfície, especialmente carga elétrica e hidrofobicidade (SVAGAN *et al.*, 2024). Esse padrão decorre do equilíbrio entre a força centrífuga e as interações coloidais, fortemente influenciado pela heterogeneidade intrínseca das fibras, como variações em comprimento, razão de aspecto e distribuição de carga (SVAGAN *et al.*, 2024). Um comportamento semelhante foi relatado por Svagan *et al.* (2024) ao produzirem CNC por hidrólise ácida, onde os autores registraram rendimentos dos nanocristais com resposta não linear.

A condição de maior rendimento obtida no ponto central, pode ser explicada pelo princípio de sedimentação diferencial, onde existe um equilíbrio ótimo entre a força centrífuga aplicada e o tempo de processamento (MCCABE *et al.*, 2005). De acordo com Zhai *et al.* (2020), em seu estudo sobre fracionamento centrífugo para redução e distribuição de tamanhos de CNFs, tempos de centrifugação muito prolongados podem compactar excessivamente as nanofibrilas, que ocasionam em um aprisionamento das nanofibrilas junto às microfibrilas. Analisando também o parâmetro operacional de rotação, observa-se que rotações muito altas podem ocasionar em compactação das CNFs e rotações muito baixas podem não produzir força o suficiente para as partículas vencerem a viscosidade do fluido (AMINI *et al.*, 2019; SINQUEFIELD *et al.*, 2020; RICHARDSON *et al.*, 2002).

A caracterização dos materiais foi realizada levando em consideração a condição de melhor rendimento obtida através da investigação do planejamento experimental fatorial. A imagem obtida por AFM está representada na Figura 13.

Figura 13 – Morfologia das nanofibrilas de celulose obtida do caroço de azeitona.



Fonte: Autora (2025)

A análise microscópica revelou que o tratamento por ultrassom resultou na obtenção de estruturas celulósicas com dimensões nanométricas variando entre 20,33 e 88,20 nm de diâmetro. Considerando suas características morfológicas específicas, estas nanopartículas foram identificadas como nanofibrilas de celulose, conforme critérios estabelecidos por Khalid *et al.* (2021). As dimensões observadas são consistentes com resultados reportados por Fonseca Sobrinho (2024), que obteve nanofibrilas de celulose a partir do endocarpo de azeitona com diâmetros variando entre 24 e 80 nm. Também é consistente com resultados obtidos por Rodrigues (2023) que obteve nanofibrilas de celulose a partir da casca de acácia-negra com diâmetros variando entre 9 e 28 nm. Estudos conduzidos por diferentes grupos de pesquisa documentaram diâmetros entre 15 e 26 nm para nanofibrilas extraídas mediante protocolos similares (ZHAO *et al.*, 2007; LI *et al.*, 2012; SUTKA *et al.*, 2013; HUERTA *et al.*, 2020).

A Tabela 3 apresenta valores comparativos de dimensões das CNFs obtidas por HIUS.

Tabela 3 - Celulose nanofibrilada obtida através de diferentes matérias-primas sintetizada por ultrassom de alta intensidade.

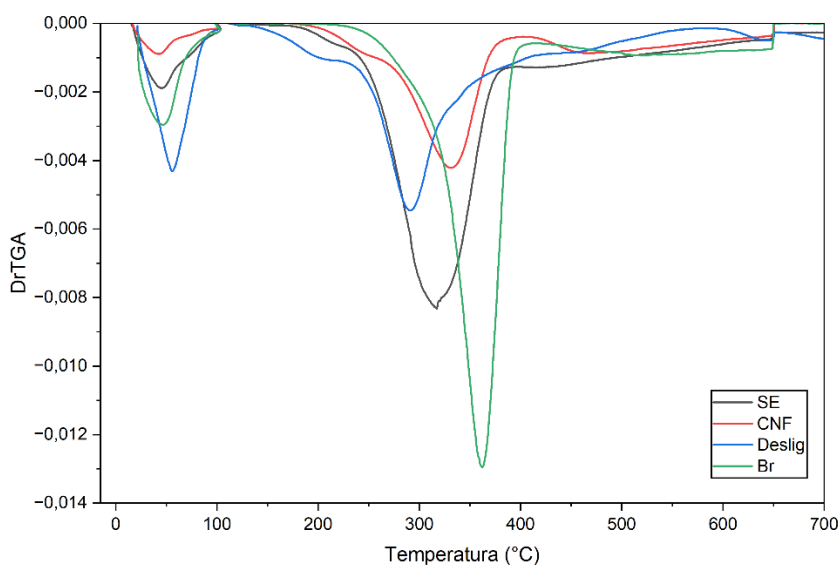
Matéria – prima	D (nm)	Referência
Caroço de azeitona	20 – 88	AUTORA (2025)
Caroço de azeitona	24 – 80	FONSECA SOBRINHO (2024)
Acácia-negra esgotada	9 – 28	RODRIGUES (2023)
Coco Babaçu	60 - 80	CARVALHO (2024)
Bambu	37 – 133	MARIÑO <i>et al.</i> (2021)
Capim Elefante	5,15 – 9,83	YUAN <i>et al.</i> (2023)

Fonte: Autora (2025)

Esta convergência dimensional sugere que o método de ultrassonicação empregado neste trabalho foi eficaz na desintegração da estrutura celulósica até a escala nanométrica desejada.

A Figura 14 apresenta as análises termogravimétricas realizadas das amostras sem extrativos (SE), deslignificada (Deslig), Branqueada (Br) e para a CNF sintetizada.

Figura 14 – Análises termogravimétricas.



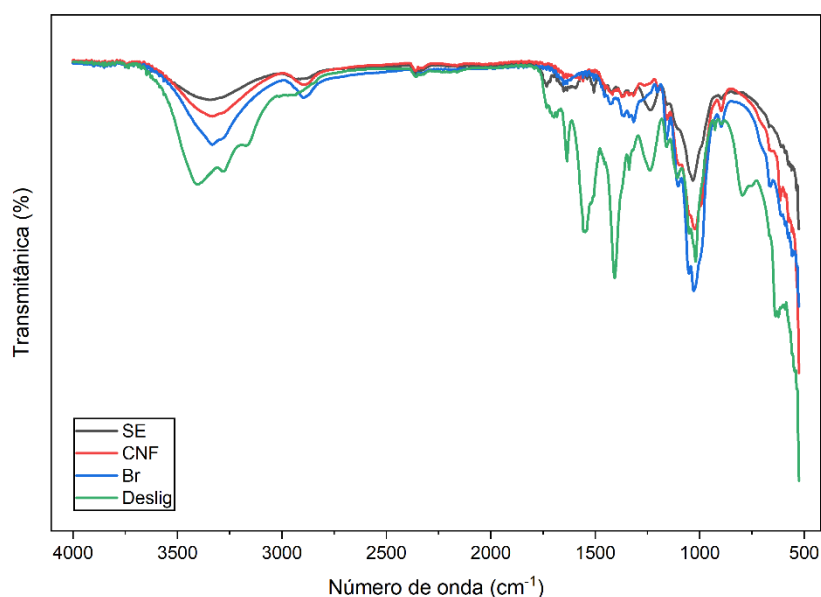
Fonte: Autora (2025)

A análise termogravimétrica evidenciou duas etapas principais de decomposição, correspondentes à perda de umidade e à degradação dos constituintes lignocelulósicos nas faixas de temperatura características de 150 – 500 °C (RODRIGUES *et al.*, 2023). Para todas as amostras analisadas, houve uma leve perda de massa abaixo de 150 °C, atribuída à evaporação de umidade residual (RODRIGUES *et al.*, 2023; TZVETKOV *et al.*, 2016; ROVANI *et al.*, 2016). Observa-se a principal zona de decomposição entre 200 °C e 500 °C, na qual ocorre a degradação térmica das frações de hemicelulose, celulose e lignina (RODRIGUES *et al.*, 2023; KIM *et al.*, 2006). A hemicelulose tende a degradar majoritariamente entre 180 - 350 °C, enquanto a celulose apresenta decomposição principal em 275 - 350 °C, e a lignina, devido à sua estrutura aromática complexa, degrada-se mais lentamente ao longo de uma faixa ampla de temperatura de aproximadamente 250 - 500 °C (KIM *et al.*, 2006; RODRIGUES *et al.*, 2023). Todas as amostras apresentam perda de massa em torno de 350 °C, o que pode indicar degradação da celulose (RODRIGUES *et al.*, 2023). A

presença de um pico alongado para a amostra Br em torno 350 °C indica a eficiência do pré-tratamento para remoção de hemicelulose e lignina.

A Figura 15 mostra os resultados obtidos pela análise de espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier, na qual é possível a identificação dos grupos funcionais presentes nas amostras SE, Deslig, Br e CNF.

Figura 15 – Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier.



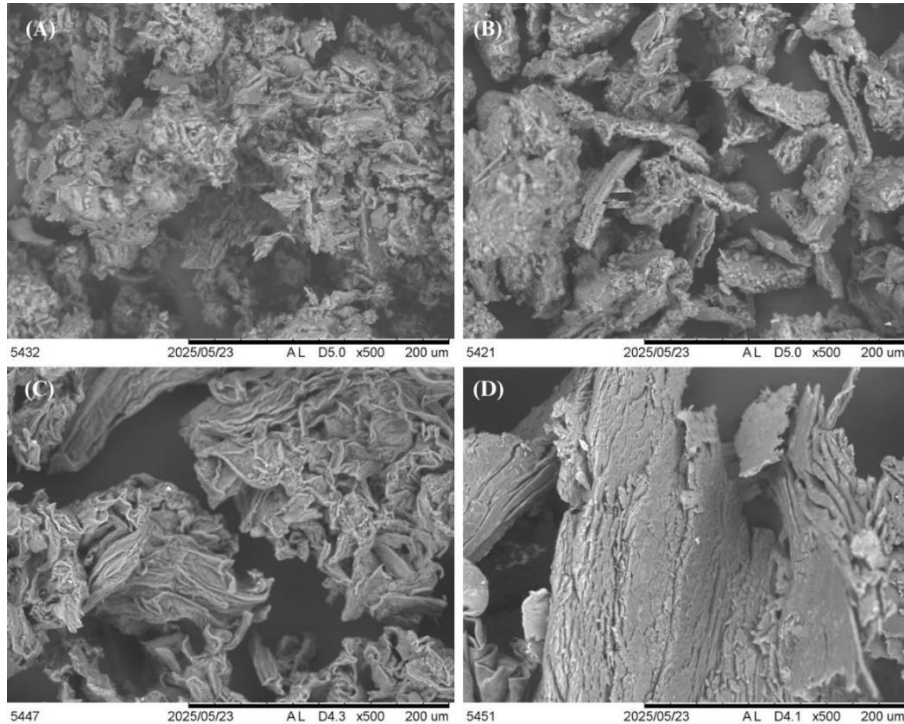
Fonte: Autora (2025)

A banda situada em torno de 3300 cm^{-1} corresponde ao alongamento assimétrico dos grupos hidroxila (OH) da celulose. A redução de sua intensidade após o pré-tratamento confirma a remoção de constituintes hidrofílicos (ALEXANDER et al., 2019; BORSOI et al., 2019; ASHGAR et al., 2015; RODRIGUES et al., 2023). O pico em torno de 2900 cm^{-1} , atribuído aos alongamentos simétrico e assimétrico dos grupos metila (CH_3) na estrutura celulósica, inclui contribuições de ligações OH associadas à umidade residual (ALEXANDER et al., 2019; DE FREITAS et al., 2020). Já o aumento progressivo da banda próxima de 1630 cm^{-1} ao longo das etapas de pré-tratamento evidencia a eficiência na remoção da hemicelulose e está relacionado às vibrações C–O, C=O e aos alongamentos C–C–O característicos da matriz celulósica (RODRIGUES et al., 2023; ALEXANDER et al., 2020; ASHGAR et al., 2015).

A Figura 16 é correspondente a microscopia eletrônica de varredura para as diferentes amostras analisadas, onde (A) representa o material sem extrativos, (B) o material

deslignificado, (C) o material branqueado e (D) a CNF sintetizada. Todas as imagens expostas estão com o grau de magnificação de 500x.

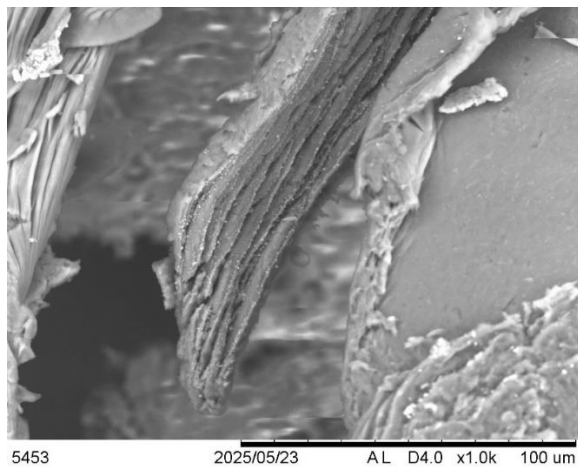
Figura 16 – Microscopia eletrônica de varredura.



Fonte: Autora (2025)

A Figura 17 mostra a nanofrila de celulose sintetizada com o grau de magnificação de 1000x.

Figura 17 – Microscopia eletrônica de varredura da CNF.

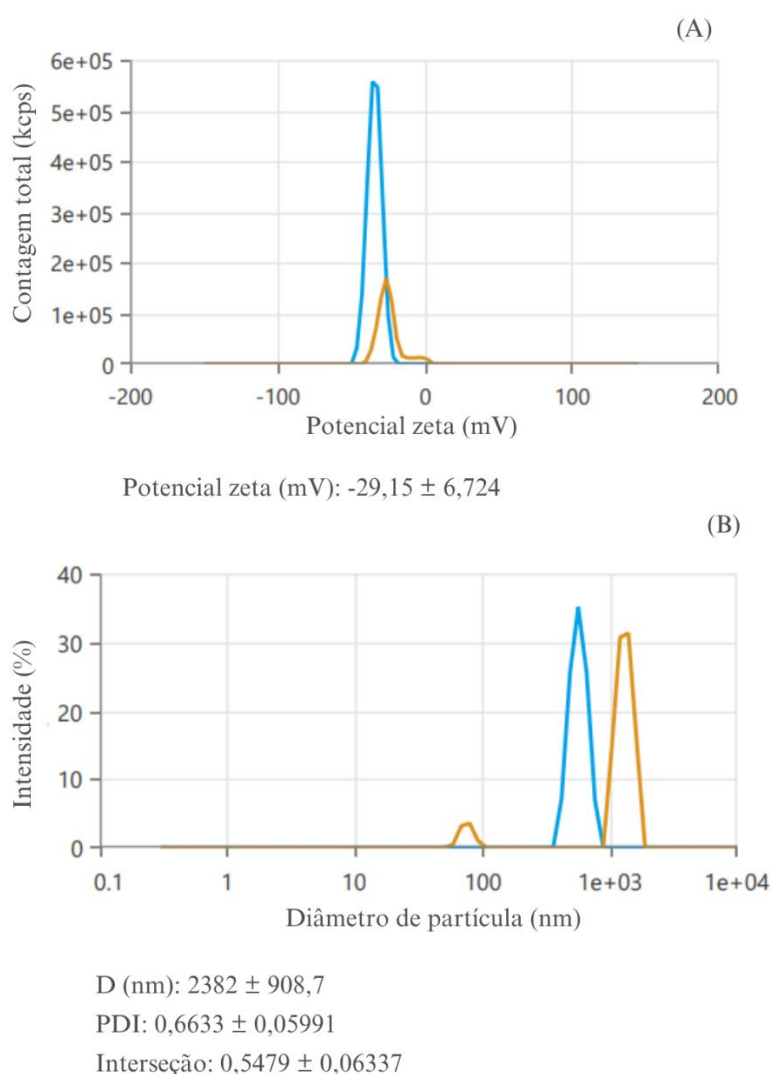


Fonte: Autora (2025)

A morfologia para o material sem extrativos (Figura 16A) se assemelha à biomassa bruta, formando uma estrutura porosa e irregular, com cavidades profundas e poros de diversos tamanhos, como também observado por Alardhi et al. (2023) para o endocarpo de azeitona. Esse material contém lignina e hemicelulose, que após o pré-tratamento, ocorre a dissociação destes compostos, o que ocasiona em formação de novos poros (MOHAN et al., 2024; RODRIGUES et al., 2023; BORSOI et al., 2019; ASHGAR et al., 2015). A morfologia da CNF revela agrupamentos fibrilares com dimensões heterogêneas, o que pode indicar ausência de modificação química (PRADHAN et al., 2024) ou refletir o forte grau de agregação das partículas (MOON et al., 2025).

A Figura 18 exibe a distribuição do potencial zeta (A) e o diâmetro de partícula (B) obtidos para CNF.

Figura 18 – Potencial zeta.



Fonte: Autora (2025)

O potencial zeta médio observado na Figura 18A foi de $-29,15 \pm 6,724$ mV, valor esse muito próximo ao limiar de -30 mV considerado indicativo de estabilidade coloidal aceitável para suspensões de nanofibrilas de celulose. Os valores obtidos no presente estudo são coerentes com os observados por Lan et al. (2020) que relataram que CNFs provenientes de bagaço de cana-de-açúcar, após pré-tratamento com ácido p-toluenossulfônico e hidrolisadas com ácido fórmico, apresentaram potencial zeta de $-9,96$ mV, enquanto aquelas hidrolisadas com ácido clorídrico atingiram $-29,63$ mV. Em estudo de Leite et al. (2017), CNFs obtidas a partir de bagaço e casca de mandioca, por hidrólise com ácido sulfúrico, exibiram potenciais zeta entre -48 e -91 mV, evidenciando carga superficial negativa significativa. Esses resultados indicam que a suspensão apresenta potencial zeta próximo ao limiar geralmente associado à estabilidade coloidal, sugerindo uma dispersão moderadamente estável. No entanto, valores mais negativos, como os reportados na literatura (inferiores a -40 mV), têm sido frequentemente associados a sistemas com maior estabilidade eletrostática.

Na Figura 18B observam-se partículas com diâmetro médio de $2382 \pm 908,7$ nm e índice de polidispersão (PDI) de $0,6633 \pm 0,0599$. Este PDI relativamente alto indica heterogeneidade na amostra o que pode estar associado com a reprodutibilidade entre as medições, evidenciando o grau de agregação encontrado. O grau de agregação também pode ser evidenciado pelo diâmetro médio encontrado. Observou-se a presença em um pico de menor intensidade na faixa de diâmetro inferior a 100 nm, o que confirma a presença das CNFs na amostra.

4 Conclusão

Foi possível obter nanofibrilas de celulose (CNF) a partir do endocarpo de azeitona. A separação da fração rica em endocarpo no leite de jorro mostrou-se eficiente com velocidade de escoamento inferior a $0,5$ m s⁻¹. A análise termogravimétrica comprovou a remoção de hemicelulose e lignina, ratificando a eficácia do pré-tratamento empregado. O uso de ultrassom de alta intensidade (HIUS) permitiu a síntese de nanopartículas com diâmetros entre $20,33$ e $88,20$ nm, classificadas como CNF. O planejamento experimental fatorial revelou influência estatisticamente significativa dos fatores rotação e tempo, sendo este último o mais determinante para elevar o rendimento de CNF. As condições de rotação de 1900 rpm e 10 min apresentaram o melhor desempenho. O espectro FTIR confirmou a eliminação de grupos hidrofílicos e da umidade residual, além da remoção da matriz hemicelulósica, preservando as ligações características da celulose. As análises morfológicas revelou agrupamentos de fibras de CNFs com dimensões heterogêneas, refletindo um forte grau de agregação de partículas. O

potencial zeta mostrou estabilidade próxima ao limiar para celulose nanofibrilada, evidenciando sua capacidade de aglomeração.

O processo mostrou-se eficiente na conversão do endocarpo de azeitona, um resíduo abundante da olivicultura, em nanomateriais de alto valor agregado, configurando-se como uma rota tecnicamente viável e ambientalmente promissora para o aproveitamento integral desse resíduo.

5 Referências

ABDULRAHIM, H. *et al.* **Processes**, v. 13, n. 3, p. 790, 2025. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2227-9717/13/3/790>.

ALARDHI, S. M.; SALIH, H. G.; ALI, N. S. *et al.* Olive stone as an eco-friendly bio-adsorbent for elimination of methylene blue dye from industrial wastewater. **Scientific Reports**, v. 13, p. 21063, 2023. <https://doi.org/10.1038/s41598-023-47319-x>.

ALEXANDER, R. A.; INNASIMUTHU, G. M.; RAJARAM, S. K.; JEGANATHAN, P. M.; SOMASUNDARAR, S. C. Process optimization of microwave-assisted alkali pretreatment for enhanced delignification of Prosopis juliflora biomass. **Environmental Progress & Sustainable Energy**, v. 39, p. 1–11, 2019. <https://doi.org/10.1002/ep.13289>.

ALU'DATT, M. H. *et al.* **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 21, n. 1, p. 231–252, jan. 2022. Disponível em: <https://ift.onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/1541-4337.12882>.

AMINI, E. N.; TAJVIDI, M.; BOUSFIELD, D. W. *et al.* Dewatering Behavior of a Wood-Cellulose Nanofibril Particulate System. **Scientific Reports**, v. 9, p. 14584, 2019. <https://doi.org/10.1038/s41598-019-51177-x>.

ASHGAR, U.; NADEEM, M.; IRFAN, M.; SYED, Q.; NELOFER, R.; IRAM, M. Effect of alkaline pretreatment on delignification of wheat straw. **Natural Product Research**, v. 29, p. 125–131, 2015. <https://doi.org/10.1002/ep.12211>.

BAILEY, D. Agricultural Entrepreneur Looks to Expand Brazil's Olive Oil Sector. **Olive Oil Times**, 4 ago. 2022. Disponível em: <https://www.oliveoiltimes.com/production/agricultural-entrepreneur-brazil-olive-oil-sector/111629>.

BAKARI, E. *et al.* **Environmental Science and Pollution Research**, v. 31, n. 4, p. 5879–5893, fev. 2024. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11356-024-32468-x>.

BORSOI, C.; DAHLEM JÚNIOR, M. A.; BELTRAMI, L. V. R.; HANSEN, B.; ZATTERA, A. J.; CATTO, A. L. Grape stalk fibers as reinforcing filler for polymer composites with a polystyrene matrix. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 136, p. 1–10, 2019. <https://doi.org/10.1007/s10973-019-08666-y>.

CARVALHO, M. L. D. **Aproveitamento dos resíduos agroextrativos das quedras de Coco Babaçu na produção de nanocelulose**. Trabalho de Conclusão de Curso II - Bagé: Universidade Federal do Pampa, 11 julho 2024.

CHENG, Y. *et al.* Evaluation of High Solids Alkaline Pretreatment of Rice Straw. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, v. 162, p. 1768–1784, 2010.

DA SILVA, D. *et al.* **ChemBioEng Reviews**, v. 11, n. 1, p. 78–95, jan. 2024. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/full/10.1002/cben.202300045>.

DEBIAGI, F. *et al.* A Green Approach Based on Reactive Extrusion to Produce Nanofibrillated Cellulose from Oat Hull. **Waste Biomass Valorization**, [S. l.], v. 12, p. 1051-1060, 2020.

DONG, S. *et al.* **Scientific Reports**, v. 10, n. 1, p. 1–10, jul. 2020. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/s41598-020-68642-7>.

FAO. **FAOSTAT – Food and Agriculture Organization of the United Nations: produção mundial de azeitonas**. Roma: FAO, 2023. Disponível em: <https://www.fao.org/faostat>.

FERNÁNDEZ, M. I. *et al.* **Materials**, v. 14, n. 20, p. 1–18, out. 2021. Disponível em: <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC8510343/>.

FONSECA SOBRINHO, M. A. S. **Nanocelulose a Partir de Resíduos Agroindustriais: O potencial do Carçoço de azeitona**. Trabalho de Conclusão de Curso II – Bagé: Universidade Federal do Pampa, 2024.

FREITAS, R. R. M.; CARMO, K. P.; RODRIGUES, J. S.; LIMA, V. H.; SILVA, J. O.; BOTARO, V. R. Influence of alkaline treatment on sisal fibre applied as reinforcement agent in composites of corn starch and cellulose acetate matrices. **Plastics, Rubber and Composites**, v. 50, p. 1–9, 2020. <https://doi.org/10.1080/14658011.2020.1816119>.

FRONE, A. N. *et al.* Preparation and characterization of PVA composites with cellulose nanofibers obtained by ultrasonication. **BioResources**, [S. l.], 6, p. 487-512, 2011.

HUERTA, R. R.; SILVA, E. K.; EL-BIALY, T.; SALDANA, M. D. A. Clove essential oil emulsion-filled cellulose nanofiber hydrogel produced by high-intensity ultrasound technology for tissue engineering applications. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 64, p. 104845, 2020.

KHALID, M. Y. *et al.* Recent advances in nanocellulose-based different biomaterials: types, properties, and emerging applications. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 14, p. 2601–2623, 2021.

KHAN, A. *et al.* **Nanomaterials**, v. 13, n. 9, p. 1350, set. 2023. Disponível em: <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC10498174/>.

KIM, H. *et al.* Thermal properties of bio-flour-filler polyolefin composites with different compatibilizing agent type and content. **Thermochimica Acta**, v. 451, p. 181–188, 2006.

KOUTSIANITIS, D. *et al.* Properties of ultrasound extracted bicomponent lignocellulose thin films. **Ultrasonics Sonochemistry**, [S. l.], v. 23, p. 148-155, 2015

LAN, T. et al. Preparation and characterization of lignin-containing nanofibrillated cellulose. **Bioresources**, v. 15, n. 3, p. 4689–4698, 2020. DOI: 10.15376/biores.15.3.4689-4698.

LEITE, A. L. M. P. et al. Isolation and characterization of cellulose nanofibers from cassava root bagasse and peelings. **Carbohydrate Polymers**, v. 157, p. 962–970, 2017. DOI: 10.1016/j.carbpol.2016.10.048.

LI, H. *et al.* **Carbohydrate Polymers**, v. 320, p. 121188, mar. 2024. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0144861723011888>.

LI, W.; YUE, J.; LIU, S. Preparation of nanocrystalline cellulose via ultrasound and its reinforcement capability for poly (vinyl alcohol) composites. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 19, p. 479–485, 2012.

MARIÑO, M. A. *et al.* Agroindustry Residues as a Source for Cellulose Nanofibers Production. **Journal of Brazilian Chemical Society**, [S. l.], v. 32, p. 878-888, 2021.

MCCABE, W. L.; SMITH, J. C.; HARRIOTT, P. **Unit operations of chemical engineering**. 7. ed. Boston: McGraw-Hill, 2005.

MOHAN, P.; MOHD YUSOF, N. S.; THOMAS, S.; ABD RAHMAN, N. M. M. Ultrasound-alkali-assisted isolation of cellulose from coconut shells. **BioResources**, v. 19, n. 4, p. 7870–7885, 2024. <https://doi.org/10.15376/biores.19.4.7870-7885>.

MOON, R. J. *et al.* **Frontiers in Chemistry**, v. 8, p. 392, 2020. Disponível em: <https://www.frontiersin.org/articles/10.3389/fchem.2020.00392/full>.

MOON, R. J. et al. Perspectives on cellulose nanofibril size measurement using scanning electron microscopy. **Cellulose**, v. 32, p. 2793–2810, 6 mar. 2025. DOI: 10.1007/s10570-025-06458-2

MOREIRA, J. P. *et al.* **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 104, n. 2, p. 655–666, fev. 2025. Disponível em: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/jsfa.13221>.

PRADHAN, D.; JAISWAL, S.; TIWARI, B. K.; JAISWAL, A. K. Nanocellulose separation from barley straw via ultrasound-assisted choline chloride–formic acid deep eutectic solvent pretreatment and high-intensity ultrasonication. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 110, p. 107048, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2024.107048>.

RAJIN, M. *et al.* **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 89, p. 106162, 2022. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1350417722002723>.

RICHARDSON, J. F.; HARKER, J. H.; BACKHURST, J. R. **Coulson & Richardson's Chemical Engineering: Particle Technology and Separation Processes**. Vol. 2. 5. ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2002.

RODRIGUES, T. L. **Acetilação de compostos lignocelulósicos oriundos do reaproveitamento de resíduo da olivicultura**. Trabalho de Conclusão de Curso – Bagé: Universidade Federal do Pampa, 2021.

RODRIGUES, T. L. *et al.* Obtaining of a rich-cellulose material from black wattle (*Acacia mearnsii* De Wild.) bark residues. **Environmental Science and Pollution Research**, 17 out. 2023.

RODRIGUES, T. L. **Produção de nanofibras de celulose a partir dos resíduos de casca de acácia-negra (*Acacia mearnsii* De Wild.)**. Dissertação—Bagé: Universidade Federal do Pampa, 1 dez. 2023.

ROVANI, S. *et al.* Synthesis and characterization of activated carbon from agroindustrial waste – Preliminary study of 17 β -estradiol removal from aqueous solution. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 4, n. 2, p. 2128–2137, 2016.

RYAN, L. **Comparison of Drying Methods of Cellulose Nanofibrils Low Density Foams and Their Effects On Structural Properties**. 2020. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Biomédica) – University of Maine, Orono, 2020. Disponível em: <https://digitalcommons.library.umaine.edu/honors/701>.

SOUZA, C. A.; ROSA, C. E.; COSTA, A. S. **Revista de Política Agrícola**, v. 33, n. 1, p. 50–62, mar. 2024. Disponível em: <https://seer.sede.embrapa.br/index.php/RPA/article/download/1729/pdf>.

SUTKA, A. *et al.* Characterization of Cellulose Microfibrils Obtained from Hemp. **Materials Science Conference Paper**, v. 2013, p. 1–5, 2013.

SVAGAN, A. J.; VILAPLANA, F.; PETTERSSON, T.; ANUSUYADEVI, P. R.; HENRIKSSON, G.; HEDENQVIST, M. Centrifuge fractionation during purification of cellulose nanocrystals after acid hydrolysis and consequences on their chiral self-assembly. **Carbohydrate Polymers**, v. 328, p. 121723, 2024. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0144861723011888>.

SYAFRI, E. *et al.* Cellulose nanofibers isolation and characterization from ramie using a chemical-ultrasonic treatment. **Journal of Natural Fibers**, [S. l.], v. 16, p. 1145-1155, 2019.

TRACHE, D.; TARCHOUN, A. F.; DERRADJI, M.; HAMIDON, T. S.; *et al.* Nanocellulose: from fundamentals to advanced applications. **Frontiers in Chemistry**, v. 8, p. 392, 2020.

TZVETKOV, G. *et al.* Mechanochemical and chemical activation of lignocellulosic material to prepare powdered activated carbons for adsorption applications. **Powder Technology**, v. 299, p. 41–50, 2016.

VUKOVIĆ, M. *et al.* **Molecules**, v. 27, n. 9, p. 2624, 2022. Disponível em: <https://www.mdpi.com/1420-3049/27/9/2624>.

YUAN, J. *et al.* Facile production of cellulose nanofibers from raw elephant grass by an aluminum chloride-enhanced acidic deep eutectic solvent. **International Journal of Biological Macromolecules**, [S. l.], v. 246, 125687, 2023

YUAN, J. *et al.* Facile production of cellulose nanofibers from raw elephant grass by an aluminum chloride-enhanced acidic deep eutectic solvent. **International Journal of Biological Macromolecules**, [S. l.], v. 246, 125687, 2023.

ZHAI, L.; KIM, H. C.; KIM, J. W.; KANG, J.; KIM, J. Fractionation of cellulose nanofibrils by centrifugation: Effect of centrifugation time on sediment yield and mechanical properties. **Scientific Reports**, v. 10, p. 16023, 2020. <https://www.nature.com/articles/s41598-020-68642-7>.

ZHANG, Y. *et al.* **Biotech Sustainable Materials**, v. 2, p. 12–35, mar. 2025. Disponível em: <https://biotechsustainablematerials.biomedcentral.com/articles/10.1186/s44316-025-00025-2>.

ZHAO, H.; FENG, X.; GAO, H. Ultrasound technique for extracting nanofibers from natural materials. **Applied Physics Letters**, v. 90, p. 1–3, 2007.

6 CONCLUSÃO

A produção de nanofibrilas de celulose (CNF) a partir do endocarpo de azeitona representa uma estratégia tecnológica para a valorização de um resíduo agroindustrial abundante. A operação em leito de jorro, com velocidade de escoamento inferior a $0,5 \text{ m s}^{-1}$, permitiu isolar com eficiência a fração rica em endocarpo. A análise termogravimétrica apresentou curvaturas típicas de biomassas lignocelulósicas e evidenciou a eficiência no pré-tratamento empregado. A aplicação de ultrassom de alta intensidade (HIUS) viabilizou a obtenção de partículas com diâmetros entre 20,33 e 88,20 nm, que está dentro de faixas características para esse tipo de material.

O planejamento experimental fatorial evidenciou que rotação e tempo influenciam significativamente o rendimento, sendo o tempo de centrifugação o fator mais determinante; o ponto central apresentou o melhor desempenho quantitativo. O espectro FTIR confirmou a eliminação de grupos hidrofílicos e umidade residual, bem como a ruptura da matriz hemicelulósica, preservando as ligações típicas da celulose. A microscopia revelou aumento de porosidade após o pré-tratamento e feixes fibrilares intactos e coesos na CNF final. O potencial zeta mostrou estabilidade próxima ao limiar para celulose nanofibrilada, indicando capacidade moderada de aglomeração.

Do ponto de vista econômico e ambiental, o método mecânico baseado em HIUS destaca-se por ter baixo consumo de reagentes, configurando-se como uma rota *eco-friendly* e economicamente promissora. Assim, este trabalho reforça o potencial do endocarpo de azeitona como matéria-prima renovável para a geração de nanomateriais de alto valor agregado.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Investigar parâmetros adicionais, para além da rotação e do tempo, na etapa de centrifugação.
- Explorar metodologias alternativas para a obtenção das nanopartículas.
- Empregar nanofibrilas de celulose como reforço em matrizes poliméricas, visando ao desenvolvimento de embalagens biodegradáveis com elevado desempenho mecânico, tornando-as competitivas no mercado de embalagens.
- Examinar potenciais aplicações das nanofibrilas de celulose obtidas nas condições estabelecidas.

8 REFERÊNCIAS

ACHINIVU, E. C.; MOHAN, M.; CHOUDHARY, H.; DAS, L.; HUANG, K.; MAGURUDENIYA, H. D.; PIDATALA, V. R.; GEORGE, A.; SIMMONS, B. A.; GLADDEN, J. M. A predictive toolset for the identification of effective lignocellulosic pretreatment solvents: a case study of solvents tailored for lignin extraction. **Green Chemistry**, v. 23, n. 18, p. 7269-7289, 2021.

AIRES, C. M. G. L. S. "**Contribuição para o estudo da aplicação de subprodutos da indústria de extração de azeite em solos agrícolas - Efeito sobre alguns parâmetros químicos indicadores do estado de fertilidade do solo, o estado de nutrição e produtividade de algumas culturas.**" Tese de Doutorado, Instituto Superior de Agronomia – Universidade Técnica de Lisboa, 2007.

ALBIN A.; VILLAMIL J. **Aceite de oliva: tradicional sabor mediterrâneo, rejuvenecido en tierras Uruguayas.** Montevideo: Editora de Vecho, 2003. p. 25-28.

ALCAIDE, E.M.; GARCÍA, A.I.M.; RUIZ, D.R.Y. Los subproductos del olivar en la alimentación de rumiantes. **Informe Veterinario, Portal Veterinaria Albeitar**, n.140, p.32-34, 2010.

ALVES, SILVÉRIO HUDSON. **Extração e caracterização de nanocristais de celulose a partir de sabugo de milho, e sua aplicação como agente de reforço em nanocompósitos poliméricos utilizando poli (álcool vinílico) como matriz.** 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2013. Disponível em: Acesso em: 20 nov. 2024.

ALVIRA, P. *et al.* Pretreatment technologies for an efficient bioethanol production process based on enzymatic hydrolysis: A review. **Bioresource technology**, v. 101, n. 13, p. 4851–61, jul. 2010.

AMBROSINI, Larissa Bueno *et al.* **Cadastro olivícola do Rio Grande do Sul 2022.** Porto Alegre: SEAPDR/DDPA, 2022. 28 p. (Circular: divulgação técnica, 13).

AZIZI SAMIR, M. A. S.; ALLOIN, F.; DUFRESNE, A. Review of recent research into cellulosic whiskers, their properties and their application in nanocomposite field. **Biomacromolecules**, v. 6, n. 2, p. 612–626, 2005. DOI: 10.1021/bm0493685.

BABICKA, M. *et al.* The effect of the time process of enzymatic hydrolysis on nanocellulose properties. **Forestry and Wood Technology**, [S. l.], v. 115, p. 101-107, 2021.

BARRANCO, D.; FERNÁNDEZ-ESCOBAR, R.; RALLO, L. (1999). **El cultivo del olivo, Botánica y morfología**, 35 (2): 51-52; Variedades e patrones, 61 (3): 72-77.

BARUAH, J. *et al.* Recent Trends in the Pretreatment of Lignocellulosic Biomass for Value-Added Products. **Frontiers in Energy Research**, v. 6, n. DEC, 18 dez. 2018.

BHATIA, S. K.; JAGTAP, S. S.; BEDEKAR, A. A.; BHATIA, R. K.; PATEL, A. K.; PANT, D.; BANU, J. R.; RAO, C. V.; KIM, Y.-G.; YANG, Y.-H. Recent developments in pretreatment technologies on lignocellulosic biomass: effect of key parameters, technological improvements, and challenges. **Bioresource Technology**, v. 300, p. 122724, 2020.

BHATNAGAR, A.; SAIN, M. **Processing of cellulose nanofiber-reinforced composites.** *Journal of Reinforced Plastic and Composites*, v. 24, p. 1259, 2005.

BIRD, T. *et al.* **A review of the talc industry's influence on federal regulation and scientific standards for asbestos in talc.** *New Solutions: A Journal of Environmental and Occupational Health Policy*, v. 31, n. 2, p. 152–169, 2021. DOI: 10.1177/1048291121996645. Disponível em: <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC8261788/>.

BIRON, C. **Caroço de azeitona (*Olea europaea* L.):** preparação, caracterização e sua aplicação como biossorvente na remoção do corante violeta de metila de solução aquosa. 2016. 102 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Federal do Pampa. Programa de Pós-Graduação em Engenharia, Bagé, 2016.

BLASI, A.; VERARDI, A.; LOPRESTO, C. G.; SICILIANO, S.; SANGIORGIO, P. **Lignocellulosic agricultural waste valorization to obtain valuable products: an overview.** *Recycling*, v. 8, n. 4, p. 61, 2023. DOI: <https://doi.org/10.3390/recycling8040061>.

BLOMQUIST, K. *et al.* Cellulose Biosynthesis in Forest Trees. Em: **Cellulose: Molecular and Structural Biology.** Dordrecht: Springer Netherlands, 2007. p. 85–106.

CARVALHO, M. L. D. **Aproveitamento dos resíduos agroextrativos das quedras de Coco Babaçu na produção de nanocelulose.** Trabalho de Conclusão de Curso II - Bagé: Universidade Federal do Pampa, 11 julho 2024.

CARVALHO, T.; GUEDES, G.; SOUSA, F. L.; FREIRE, C. S.; SANTOS, H. A. **Latest advances on bacterial cellulose-based materials for wound healing, delivery systems, and tissue engineering.** *Biotechnology Journal*, v. 14, 2019. DOI: 10.1002/biot.201900059.

CENTRE D'INITIATIVE POUR LA PRODUCTION PROPRE. **Prévention de la pollution dans la production d'huile d'olive.** Barcelona: CIPPP, 2000. Disponível em: http://www.cprac.org/docs/oli_fr.pdf. Acesso em: 26 Out. 2024.

CHANG, V. S.; HOLTZAPPLE, M. T. **Fundamental factors affecting biomass enzymatic reactivity.** *Applied Biochemistry and Biotechnology*, v. 84-86, n. 1-9, p. 5-38, 2000. DOI: 10.1385/abab:84-86:1-9:5.

CHEN, H. **Biotechnology of Lignocellulose.** Dordrecht: Springer Netherlands, 2014.

CHEN, H. *et al.* **A review on the pretreatment of lignocellulose for high-value chemicals.** *Fuel Processing Technology*, v. 160, p. 196–206, 2017. DOI: 10.1016/j.fuproc.2016.12.007.

CHENG, Y. *et al.* Evaluation of High Solids Alkaline Pretreatment of Rice Straw. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, v. 162, p. 1768-1784, 2010

COREDE CAMPANHA. **Regimento Interno do Conselho Regional de Desenvolvimento da Região da Campanha** – COREDE Campanha. Bagé, 2020.

CUEVAS, M. *et al.* **Determination of optimal pre-treatment conditions for ethanol production from olive-pruning debris by simultaneous saccharification and fermentation.** *Fuel*, [S. l.], v. 89, n. 10, p. 2891-2896, Oct. 2010. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0016236110000542>. Acesso em: 08 de nov. 2024.

CUNHA, Izabel Figueiredo. **Análise térmica e pirólise analítica de sabugo de milho**. 2020. 51 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2020.

DAHADHA, S.; AMIN, Z.; BAZYAR LAKEH, A. A.; ELBESHBISHY, E. **Evaluation of different pretreatment processes of lignocellulosic biomass for enhanced biomethane production**. *Energy Fuels*, v. 31, p. 10335–10347, 2017. DOI: 10.1021/acs.energyfuels.7b02045.

DASTKAR, E.; SOLEIMANI, A.; JAFARY, H.; *et al.* **Differential expression of genes in olive leaves and buds of ON- versus OFF-crop trees**. *Scientific Reports*, v. 10, p. 15762, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1038/s41598-020-72895-7>. Acesso em: 18 abr. 2025.

DE OLYVEIRA, G. M.; MANZINE COSTA, L. M.; BASMAJI, P.; XAVIER FILHO, L. Bacterial nanocellulose for medicine regenerative. **Journal of Nanotechnology in Engineering and Medicine**, v. 2, n. 3, p. 034001, 2011. DOI: 10.1115/1.4004181.

DEBIAGI, F. *et al.* A Green Approach Based on Reactive Extrusion to Produce Nanofibrillated Cellulose from Oat Hull. **Waste Biomass Valorization**, [S. l.], v. 12, p. 1051-1060, 2020.

DEMIRBAS, A. **Fuel characteristics of olive husk and walnut, hazelnut, sunflower, and almond shells**. *Energy Sources*, [S. l.], v. 24, n. 3, p. 215-221, Mar. 2002. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/263154223_Fuel_Characteristics_of_Olive_Husk_and_Walnut_Hazelnut_Sunflower_and_Almond_Shells.

DERMECHE, S. *et al.* **Olive mill wastes: Biochemical characterizations and valorization strategies**. *Process Biochemistry*, v. 48, n. 10, p. 1532–1552, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2013.07.010>.

DI GIOVACCHINO, L. Technological Aspects. Em: **Handbook of Olive Oil**. Boston, MA: Springer US, 2000. p. 17–59.

DUFRESNE, A. Cellulose nanomaterials as green nanoreinforcements for polymer nanocomposites. **Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences**, v. 376, n. 2112, p. 20170040, 2017. DOI: 10.1098/rsta.2017.0040.

DURÁN, N., LEMES, A., DURÁN, M., FREER, J., BAEZA, J., A minireview of cellulose nanocrystals and its potential integration as co-production in bioethanol production, **Chilean Chemical Society**, (2011), 56, 672

EMENIKE, E. C.; IWUOZOR, K. O.; SALIU, O. D.; RAMONTJA, J.; ADENIYI, A. G. Advances in the extraction, classification, modification, emerging and advanced applications of crystalline cellulose: A review. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, v. 6, p. 100337, 2023. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.carpta.2023.100337>.

EPAMIG. Informe Aropecuário. **Azeite de Oliva: Ouro Verde e Amarelo**, Belo Horizonte, v. 35, n. 282, p. 1 – 100, 2014. ISSN 0100-3364.

ESAO – Escuela Superior del Aceite de Oliva. **Use of the talcum powder in olive oil production**. ESAO Blog, 17 dez. 2019. Disponível em: <https://blog.esao.es/en/use-of-the-talcum-powder-in-olive-oil-production>.

FONSECA SOBRINHO, M. A. S. **Nanocelulose a Partir de Resíduos Agroindustriais: O potencial do Caroco de azeitona.** Trabalho de Conclusão de Curso II - Bagé: Universidade Federal do Pampa, 2024.

FRONE, A. N. *et al.* Preparation and characterization of PVA composites with cellulose nanofibers obtained by ultrasonication. **BioResources**, [S. l.], 6, p. 487-512, 2011.

GARCIA, A. G. Cultivo moderno do olival. Lisboa: Publicações **Europa-América**, 2005.

GATENHOLM, Paul; KLEMM, Dieter O. **Bacterial nanocellulose as a renewable material for biomedical applications.** MRS Bulletin, v. 35, p. 208-213, 2010.

GENG, W.; NARRON, R.; JIANG, X.; PAWLAK, J. J.; CHANG, H.-m.; PARK, S.; JAMEEL, H.; VENDITTI, R. A. The influence of lignin content and structure on hemicellulose alkaline extraction for non-wood and hardwood lignocellulosic biomass. **Cellulose**, v. 26, n. 5, p. 3219-3230, 2019.

GOMES, L. da S. *et al.* Criar e Disseminar Conhecimento: Um Estudo sobre os Olivais da Região da Campanha Gaúcha. Em: **XX SEMEAD- Seminário em Administração**. 2017. ISSN 21177-3866. Acesso em: 11 de Out. de 2024.

GOMES, L. da S.; CALDAS, N. V.; NASCIMENTO, S. G. da S. **Produção de Oliveiras e diversificação produtiva: Uma abordagem sobre o potencial estratégico para o desenvolvimento territorial.** 2018. 186 p. Dissertação (Faculdade de Administração e Turismo Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel). Disponível em: [22103520-dissertacao-producao-de-oliveiras-e-diversificacao-produtiva.pdf](https://repositorio.ufrgs.br/bitstream/handle/21124/122103520-dissertacao-producao-de-oliveiras-e-diversificacao-produtiva.pdf) (agricultura.rs.gov.br). Acesso em: 12 de Out. de 2024.

GONÇALVES, E. D. *et al.* Aspectos agronômicos que influenciam na elaboração de azeite de oliva de qualidade. **Informe Agropecuário**, Belo Horizonte, v. 35, n. 282, p. 13 – 21, 2014. ISSN 0100-3364.

GRANDE, C. J.; TORRES, F. G.; GOMEZ, C. M.; TRONCOSO, O. P.; CANET-FERRER, J.; MARTINEZ-PASTOR, J. Morphological characterisation of bacterial cellulose-starch nanocomposites. **Polymer Composites**, v. 16, p. 181-185, 2008.

GUERRIERO, G.; HAUSMAN, J. F.; STRAUSS, J.; ERTAN, H.; SIDDIQUI, K. S. **Lignocellulosic biomass: biosynthesis, degradation, and industrial utilization.** Engineering in Life Sciences, v. 16, p. 1–16, 2016. DOI: 10.1002/elsc.201400196.

HANNACHI, H. *et al.* Amino and fatty acids composition of olive stones for the discrimination of *Olea europaea* subsp. *europaea* varieties. **Mediterranean Botany**, [S. l.], v. 41, n. 2, p. 163-172, Sep. 2020. Disponível em: <https://revistas.ucm.es/index.php/MBOT/article/download/65609/4564456554279>. Acesso em: 04 Nov. de 2024.

HENRIKSSON, M.; HENRIKSSON, G.; BERGLUND, L.; LINDSTRÖM, T. **An environmentally friendly method for enzyme-assisted preparation of microfibrillated cellulose (MFC) nanofibers.** European Polymer Journal, v. 43, p. 3434, 2007.

HERNÁNDEZ, V. *et al.* Techno-economic and environmental assessment of an olive stone based biorefinery. **Resources, Conservation and Recycling**, [S. l.], v. 92, p. 145-150, Nov. 2014. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0921344914001980>. Acesso em: 08 de nov. 2024.

HOO, D. Y. *et al.* Ultrasonic cavitation: An effective cleaner and greener intensification technology in the extraction and surface modification of nanocellulose. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 90, p. 106176, 1 nov. 2022.

INTERNATIONAL AGENCY FOR RESEARCH ON CANCER – IARC. **Carbon black, titanium dioxide, and talc**. *IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans*, v. 93, 2010. Disponível em: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/books/NBK326506/>.

JUNG, Young Hoon; KIM, Kyoung Heon. Acidic Pretreatment. **Pretreatment Of Biomass**, [S.L.], p. 27-50, 2015. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/b978-0-12-800080-9.00003-7>.

KARGARZADEH, H.; AHMAD, I.; THOMAS, S.; DUFRESNE, A. **Manual de Nanocelulose e Nanocompósitos de Celulose**. Weinheim: John Wiley & Filhos, 2017. DOI: 10.1002/9783527689972.

KAUR, P. *et al.* Nanocellulose: resources, physio-chemical properties, current uses and future applications. **Frontiers in Nanotechnology**, v. 3, 2021. DOI: 10.3389/fnano.2021.747329.

KLEMM, D.; CRANSTON, E. D.; FISCHER, D.; GAMA, M.; KEDZIOR, S. A.; KRALISCH, D.; RAUCHFUß, F. Nanocellulose as a natural source for groundbreaking applications in materials science: today's state. **Materials Today**, 2018. DOI: 10.1016/j.mattod.2018.02.001.

KN, Y. *et al.* **Lignocellulosic biomass-based pyrolysis: A comprehensive review**. **Chemosphere**, v. 286, p. 131824, jan. 2022.

KOUTSIANITIS, D. *et al.* Properties of ultrasound extracted bicomponent lignocellulose thin films. **Ultrasonics Sonochemistry**, [S. l.], v. 23, p. 148-155, 2015.

Kvien, I., Tanem, B., Oksman, K., **Characterization of cellulose whiskers and their nanocomposites by atomic force and electron microscopy**, *Biomacromolecules*, (2005), 6, 3160.

LEE, H. V.; HAMID, S. B. A.; ZAIN, S. K. Conversion of Lignocellulosic Biomass to Nanocellulose: Structure and Chemical Process. **The Scientific World Journal**, v. 2014, p. 1–20, 2014.

LOOW, Y. L. *et al.* **Recent advances in the application of inorganic salt pretreatment for transforming lignocellulosic biomass into reducing sugars**. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 63, p. 8349–8363, 2015. DOI: 10.1021/acs.jafc.5b01813.

LOOW, Yu-Loong; WU, Ta Yeong; JAHIM, Jamaliah Md.; MOHAMMAD, Abdul Wahab; TEOH, Wen Hui. Typical conversion of lignocellulosic biomass into reducing sugars using dilute acid hydrolysis and alkaline pretreatment. **Cellulose**, [S.L.], v. 23, n. 3, p. 1491-1520, 18 abr. 2016. Springer Science and Business Media LLC. <http://dx.doi.org/10.1007/s10570-016-0936-8>.

MANKAR, A. R.; PANDEY, A.; MODAK, A.; PANT, K. Pretreatment of lignocellulosic biomass: a review on recent advances. **Bioresource Technology**, v. 334, p. 125235, 2021.

MARIÑO, M. A. *et al.* Agroindustry Residues as a Source for Cellulose Nanofibers Production. **Journal of Brazilian Chemical Society**, [S. l.], v. 32, p. 878-888, 2021.

MARTINS, D. A. O. **Valorização de resíduos da indústria do azeite: análise do potencial da recuperação de antioxidantes e de água**. Mestrado—Coimbra: Universidade de Coimbra, set. 2016.

MASON, T. J.; LORIMER, J. P.; SALEEM, S.; PANIWNKY, L. Controlling emissions from electroplating by the application of ultrasound. **Environmental Science & Technology**, v. 35, p. 3375–3377, 2001. DOI: 10.1021/es010201f.

MÁXIMO, T. C. B. **Práticas agrícolas associadas à olivicultura em modo de produção biológico e efeito na qualidade da azeitona e azeite na região de Trás-os-Montes**. Dissertação (Mestrado em Qualidade e Segurança Alimentar) – Escola Superior Agrária, Instituto Politécnico de Bragança, Bragança, 2013. Disponível em: <http://hdl.handle.net/10198/9186>.

MICHELIN, M. *et al.* Nanocellulose production: Exploring the enzymatic route and residues of pulp and paper industry. **Molecules**, [S. l.], v. 25, 2020.

MOKHENA, T. C.; JOHN, M. J. Cellulose nanomaterials: new generation materials for solving global issues. **Cellulose**, v. 27, n. 3, p. 1149–1194, 2019. DOI: 10.1007/s10570-019-02889-w.

MOON, R. J. *et al.* Perspectives on cellulose nanofibril size measurement using scanning electron microscopy. **Cellulose**, v. 32, p. 2793–2810, 6 mar. 2025. DOI: 10.1007/s10570-025-06458-2

MOON, R.; MARTINE, A.; NAIRN, J.; SIMONSEN, J.; YOUNGBLOOD, J. **Cellulose nanomaterials review: structure, properties and nanocomposite**. *Chemical Society Review*, v. 40, p. 3941, 2011.

MORE. **Market of olive residues for energy**. 2008. Disponível em: <https://www.calameo.com/books/0013654577c90725d1106>. Acesso em: 06 Out. 2024.

MOURA-RODEGHIERO, Janice de. **Caracterização físico-química e atividade antioxidante de azeites de oliva produzidos no Rio Grande do Sul**. 2016. 80 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2016.

NAZ, S.; ALI, J. S.; ZIA, M. **Nanocellulose isolation characterization and applications: a journey from non-remedial to biomedical claims**. *Biodesign and Manufacturing*, v. 2, p. 187–212, 2019. DOI: 10.1007/s42242-019-00049-4.

OLIVEIRA, M.C. de *et al.* Enraizamento de estacas em cultivares de oliveiras promissoras para a Serra da Mantiqueira. **Ceres**, Viçosa, MG, v.59, n. 1, p.147-150, jan./fev. 2012.

OUN, A. A.; SHANKAR, S.; RHIM, J. W. Multifunctional nanocellulose/metal and metal oxide nanoparticle hybrid nanomaterials. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 60, p. 435-460, 2020. DOI: 10.1080/10408398.2018.1536966.

PHANTHONG, P. *et al.* Extraction of Nanocellulose from Raw Apple Stem. **Journal of the Japan Institute of Energy**, [S. l.], v. 94, p. 787-793, 2015.

PHANTHONG, P. *et al.* **Nanocellulose: extraction and application.** *Carbon Resources Conversion*, v. 1, p. 32–43, 2018. DOI: 10.1016/j.crcon.2018.05.004.

PUTRO, J. N.; SOETAREDJO, F. E.; LIN, S.-Y.; JU, Y.-H.; ISMADJI, S. **Pretreatment and conversion of lignocellulose biomass into valuable chemicals.** *RSC Advances*, v. 6, n. 52, p. 46834-46852, 2016.

RAJENDRAN, K.; DRIELAK, E.; VARMA, V. S.; MUTHUSAMY, S.; KUMAR, G. **Updates on the pretreatment of lignocellulosic feedstocks for bioenergy production—a review.** *Biomass Conversion and Biorefinery*, v. 8, p. 471–483, 2017. DOI: 10.1007/s13399-017-0269-3.

RAMALHEIRO, J. P. DA S. C. **Contribuição para a caracterização bioquímica do estado de maturação de azeitonas de diferentes variedades.** Mestrado—Lisboa: Universidade Técnica de Lisboa, 2009.

RODRIGUES, T. L. **Acetilação de compostos lignocelulósicos oriundos do reaproveitamento de resíduo da olivicultura.** Trabalho de Conclusão de Curso—Bagé: Universidade Federal do Pampa, 13 maio 2021.

RODRIGUES, T. L. *et al.* Obtaining of a rich-cellulose material from black wattle (*Acacia mearnsii* De Wild.) bark residues. **Environmental Science and Pollution Research**, 17 out. 2023.

RODRIGUES, T. L. **Produção de nanofibras de celulose a partir dos resíduos de casca de acácia-negra (*Acacia mearnsii* De Wild.).** Dissertação—Bagé: Universidade Federal do Pampa, 1 dez. 2023.

ROJAS, ORLANDO J., ed. **Cellulose Chemistry and Properties: Fibers, Nanocelluloses and Advanced Materials.** Cham: Springer International Publishing, 2016. <http://dx.doi.org/10.1007/978-3-319-26015-0>.

ROMERO-GARCÍA, J. M. *et al.* **Biorefinery based on olive biomass. State of the art and future trends.** *Bioresource Technology*, [S. l.], v.159, p. 421-32, 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0960852414003678>. Acesso em: 08 nov. 2024.

RUIZ, H. A. *et al.* Development and characterization of an environmentally friendly process sequence (Auto hydrolysis and Organosolv) for wheat straw delignification. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, v.164, p.629-641, 2011.

SANMARTIN, C. *et al.* **The effects of packaging and storage temperature on the shelf-life of extra virgin olive oil.** *Heliyon*, v. 4, n. 11, p. e00888, 2018. DOI: 10.1016/j.heliyon.2018.e00888.

SCOPEL, E. **Aproveitamento integral do capim elefante na produção de etanol celulósico.** 2019. 130 f. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2019.

SHALOM, L. *et al.* **Alternate bearing in citrus: Changes in the expression of flowering control genes and in global gene expression in on-versus off-crop trees.** *PLoS ONE*, v. 7,

e46930, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0046930>. Acesso em: 18 abr. 2025.

SHARMA, C.; BHARDWAJ, N. K. **Bacterial nanocellulose: present status, biomedical applications and future perspectives**. *Materials Science and Engineering C*, v. 104, 2019. DOI: 10.1016/j.msec.2019.109963.

SHOJAEIARANI, J.; BAJWA, D. S.; CHANDA, S. Cellulose nanocrystal based composites: A review. **Composites Part C: Open Access**, v. 5, p. 100164, 2021. DOI: 10.1016/j.jcomc.2021.100.

SILVA, T.M. da. **Caracterização da estrutura da cadeia produtiva da olivicultura no estado do Rio Grande do Sul: O caso das propriedades rurais de Cachoeira do Sul**. 2013. 76p. Trabalho (Conclusão de Graduação Tecnológica em Desenvolvimento Rural) – Faculdade de Ciências Econômicas, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Cachoeira do Sul.

SINGH, S.; SINHA, R.; KUNDU, S. Role of organosolv pretreatment on enzymatic hydrolysis of mustard biomass for increased saccharification. **Biomass Conversion and Biorefinery**, v. 12, n. 5, p. 1657–1668, 1 maio 2022.

SOARES, B. M. **Pré-tratamentos aquosos do bagaço e caroço de azeitona para obtenção de compostos de valor acrescentado**. 2019. 59 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Alimentar) - Universidade de Lisboa, Lisboa, 2019. Disponível em: <https://www.repository.utl.pt/bitstream/10400.5/18372/1/Disserta%C3%A7%C3%A3o%20Mestrado%20Final.pdf>. Acesso em: 08 de nov. 2024.

SOUZA, N. F. **Aplicação conjunta de processos para melhoria técnica e ambiental da obtenção de nanocelulose a partir das fibras de dendê**. **Doutorado**—Fortaleza: Universidade Federal do Ceará, 2 mar. 2018.

STANISLAWSKA, A. Bacterial nanocellulose as a microbiological derived nanomaterial. **Advances in Materials Science**, v. 16, n. 4, p. 45-57, 1 dez. 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1515/adms-2016-0022>. Acesso em: 20 nov. 2024.

STENSTAD, P.; ANDRESEN, M.; TANEM, B.; STENIUS, P. **Chemical surface modifications of microfibrillated cellulose**. *Cellulose*, v. 15, p. 35, 2008.

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

SVAGAN, A.; SAMIR, M.; BERGLUND, L. **Biomimetic polysaccharide nanocomposites of high cellulose content and high toughness**. *Biomacromolecules*, v. 8, p. 2556, 2007.

SYAFRI, E. *et al.* Cellulose nanofibers isolation and characterization from ramie using a chemical-ultrasonic treatment. **Journal of Natural Fibers**, [S. l.], v. 16, p. 1145-1155, 2019.

TAIPINA, Márcia de Oliveira. **Nanocristais de celulose: obtenção, caracterização e modificação de superfície**. 2012. 89 p. Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, Campinas, SP. Disponível em: <https://hdl.handle.net/20.500.12733/1617914>. Acesso em: 20 nov. 2024.

TAN, N. *et al.* **The combination of acidic and alkaline pretreatment for a lignocellulose material in simultaneous saccharification and fermentation (SSF) process.** *Chemical Engineering Transactions*, v. 89, p. 43–48, 2021. DOI: 10.3303/CET2189008. Disponível em: <https://www.cetjournal.it/cet/21/89/008.pdf>.

TIBOLLA, H.; PELISSARI, F. M.; MENEGALLI, F. C. Cellulose nanofibers produced from banana peel by chemical and enzymatic treatment. **LWT - Food Science and Technology**, v. 59, n. 2, p. 1311–1318, 2014. DOI: 10.1016/j.lwt.2014.04.011.

TRACHE, D. *et al.* Nanocellulose: From Fundamentals to Advanced Applications. **Frontiers in chemistry**, v. 8, p. 392, 6 maio 2020.

TRACHE, D. *et al.* Recent progress in cellulose nanocrystals: sources and production. **Royal Society of Chemistry**, [S. l.], v. 5, p. 1-24, 2017.

TRACHE, D. **Nanocellulose as a promising sustainable material for biomedical applications.** *AIMS Materials Science*, v. 5, p. 201–205, 2018. DOI: 10.3934/matserci.2018.2.201.

VAZ JÚNIOR, S. **Aproveitamento de resíduos agroindustriais: Uma abordagem sustentável.** Brasília: Embrapa. 26 p, 2020.

VINUTHANA, V. H. *et al.* **Harnessing lignocellulosic biomass: insights into pre-treatment strategies and hydrolytic enzyme production.** *Industrial Crops and Products*, v. 229, p. 120986, 2025. DOI: 10.1016/j.indcrop.2025.120986.

WOŹNIAK, A. *et al.* **Review of lignocellulosic biomass pretreatment using physical, thermal and chemical methods for higher yields in bioethanol production.** *Sustainability*, v. 17, n. 1, p. 287, 2025. DOI: 10.3390/su17010287.

WREGE, M. S.; COUTINHO, E. F.; PANTANO, A. P.; JORGE, R. O. **DISTRIBUIÇÃO POTENCIAL DE OLIVEIRAS NO BRASIL E NO MUNDO.** *Revista Brasileira de Fruticultura*, Jaboticabal, v. 37, n. 3, p. 656–666, set. 2015. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1590/0100-2945-174/14>. Acesso em: 18 abr. 2025.

YANIK, H. *et al.* **Genome-wide identification of alternate bearing-associated microRNAs (miRNAs) in olive (*Olea europaea* L.).** *BMC Plant Biol.*, v. 13, p. 1, 2013. Acesso em: 18 abr. 2025.

YUAN, J. *et al.* Facile production of cellulose nanofibers from raw elephant grass by an aluminum chloride-enhanced acidic deep eutectic solvent. **International Journal of Biological Macromolecules**, [S. l.], v. 246, 125687, 2023.

ZHANG, Rui; LU, Xuebin; SUN, Youshan; WANG, Xinying; & ZHANG, Shuting. (2010). Modeling and optimization of dilute nitric acid hydrolysis on corn stover. **Journal of Chemical Technology & Biotechnology**, 86(2), 306–314. doi:10.1002/jctb.2529

ZHAO, X.; ZHANG, L.; LIU, D. Biomass recalcitrance. Part II: Fundamentals of different pre-treatments to increase the enzymatic digestibility of lignocellulose. **Biofuels, Bioproducts and Biorefining**, v. 6, p. 561–579, 2012. DOI: 10.1002/bbb.1350.

ZOGLAMI, A.; PAËS, G. Lignocellulosic biomass: understanding recalcitrance and predicting hydrolysis. **Frontiers in Chemistry**, v. 7, p. 874, 2019. DOI: <https://doi.org/10.3389/fchem.2019.00874>.