O USO DE HIDRÓLISE ÁCIDA PARA DESPOLIMERIZAÇÃO DE MASSA CENTRIFUGADA DE HIDRÓLISE ENZIMÁTICA

Marco Antônio Silva Carvalho, Yusen Estrada Tortosa, José Geraldo da Cruz Pradella

Universidade do Vale do Paraíba/Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento, Avenida Shishima Hifumi, 2911, Urbanova - 12244-000 - São José dos Campos-SP, Brasil, mascarvalho7@gmail.com, yusen.estrada@gmail.com, jpradella51@gmail.com.

Resumo

Este trabalho avaliou a despolimerização da massa úmida resultante do processo de hidrólise enzimática da Fração Orgânica de Lixo Urbano (FOLU), extraída por meio da centrifugação do material gerado, visando ampliar a liberação de açúcares para a rota de Combustível Sustentável de Aviação (SAF) desenvolvido no IP&D/UNIVAP. Metodologicamente, realizou-se 10 testes de Hidrólise Ácida diluída adaptada com soluções de H_2SO_4 em concentrações de 5-0,5% (v/v), carga de sólidos de 7,5% (m/v), mantida a temperatura de 120 °C por 30 minutos em reator pressurizado, com posterior neutralização com $Ca(OH)_2$. Os resultados obtidos demonstram que as condições ideais para o maior rendimento de açúcares redutores extraídos da FOLU são 1% (v/v) de H_2SO_4, 120 °C e 30 minutos de reação. Finalmente, compreende-se que os resultados obtidos são favoráveis à recuperação dos açúcares redutores contidos na biomassa, considerando que o ponto ótimo de obtenção dos açúcares ocorre de maneira análoga a metodologia proposta na literatura analisada.

Palavras-chave: Hidrólise Ácida. Resíduos sólidos urbanos. Combustível Sustentável de Aviação. Biorrefinaria.

Área do Conhecimento: Bioquímica

Introdução

A busca por fontes energéticas mais sustentáveis e a pesquisa em função da conversão de lixo urbano em combustíveis sustentáveis têm se expandido nos últimos anos, principalmente devido a mudanças climáticas severas e à emissão excessiva de gases do efeito estufa (GEE) (Vieira *et al.*, 2016). Nesse contexto, vale destacar vertentes de pesquisa como os projetos de inovação para combustíveis *SAF* e leis que viabilizam e fomentam sua produção e uso, como a Lei n° 14.248/2021 que propõe a mistura de 2% a 5% de *SAF* em combustíveis de aviação entre os anos de 2027 e 2030 (Brasil, 2021).

Como alternativa acessível e alinhada aos conceitos da economia circular, o uso da Fração Orgânica de Lixo Urbano (FOLU) se destaca por ter baixo custo, alta disponibilidade e por ser um ativo econômico de custo zero ou negativo, reduzindo drasticamente o custo de produção de bioprodutos (Molina-Peñate *et al.*, 2022). Em 2024, o Brasil gerou 81,6 milhões de toneladas de resíduo sólido urbano dos quais cerca de 45% é composto por resíduos orgânicos, representando 36,7 milhões de toneladas de lixo urbano geradas por ano e cujo 40% desse valor é destinado incorretamente para lixões (Abrema, 2025).

Alinhada a valorização de resíduos, o IP&D/UNIVAP, no âmbito de projeto de pesquisa financiada pelo CNPq (Processo CNPq 407946/2022-5) desenvolve um método de aproveitamento da FOLU para produção de lipídios microbiano – denominado *Single Cell Oil* (SCO) – que são posteriormente convertidos em *SAF* por rota catalítica. Nesse processo biotecnológico, a FOLU passa por hidrólise enzimática, gerando um licor rico em açucares (como glicose e xilose). Contudo, após a centrifugação utilizada para separação e recuperação do licor, resta uma massa sólida centrifugada rica em cadeias poliméricas não convertidas. Como o custo de coquetéis enzimáticos é alto e representa cerca de 34% do valor total da obtenção dos açucares, o uso de um processo termoquímico de baixo custo para hidrólise ácida diluída desse material descartado apresenta-se como uma estratégia indispensável para maximizar o rendimento global de carboidratos, sem impactar economicamente o bioprocesso (Barreto, 2026).

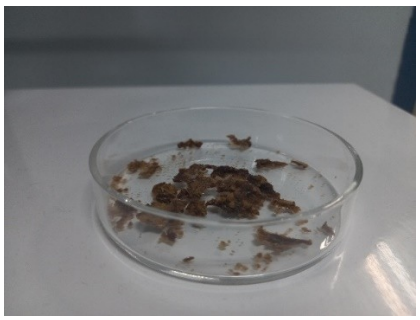
Diante do exposto, o presente trabalho tem como objetivo avaliar o uso de hidrólise ácida diluída com ácido sulfúrico (H_2SO_4) para promover a quebra de fibras e despolimerização da celulose contida na massa sólida obtida por meio da centrifugação do meio proveniente da primeira hidrólise enzimática do FOLU, visando a obtenção de açúcares adicionais, medidos pelo método DNS, para a plataforma integrada de produção de *SAF* do IP&D/UNIVAP.

Metodologia

A metodologia para a condução dos ensaios de hidrólise ácida diluída foi adaptada das condições operacionais estabelecidas por Hoseinpour *et al.* (2010).

Previamente, separou-se uma massa de 4,06 g da parte sólida extraída da hidrólise enzimática que, em seguida, foi levada para secagem em estufa de aquecimento a 120 °C por aproximadamente 4 h até atingir a secagem completa. Após isso, retirou-se a massa seca da estufa para nova pesagem, representando um valor de 1,07 g. Diante desses valores, foi possível calcular os valores percentuais de umidade e massa seca, sendo, respectivamente, 73,64% e 26,36%.

Figura 1 – Massa seca de hidrólise enzimática



Fonte: Os Autores (2026).

A seguir, prepararam-se 10 soluções de H_2SO_4 de concentrações variando de 5% a 0,5% (v/v), de acordo com a Tabela 1, abaixo:

Tabela 1 – Concentrações de H_2SO_4 preparadas para os ensaios

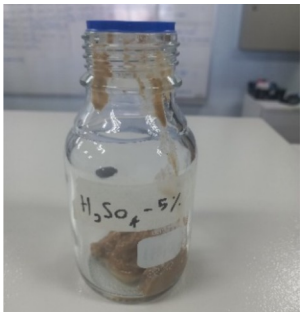
Solução	Concentração de H_2SO_4 (% v/v)	Volume Total (mL)
1	5,0	100
2	4,5	100
3	4,0	100
4	3,5	100
5	3,0	100
6	2,5	100
7	2,0	100
8	1,5	100
9	1,0	100
10	0,5	100

Fonte: Os Autores (2026).

O processo de hidrólise foi realizado utilizando a proporção de 7,5% (m/v) de massa seca, descontando-se o volume de umidade já mensurada na medição de massa seca, totalizando 28,46 g da massa de hidrólise enzimática e 79,04 mL da respectiva solução de H_2SO_4. A massa foi colocada em um frasco reagente de 250 mL e o volume estabelecido da solução 1 de H_2SO_4 foi adicionado, totalizando os 7,5% (m/v) necessários, como mostram, respectivamente, as figuras 2 e 3. Este processo

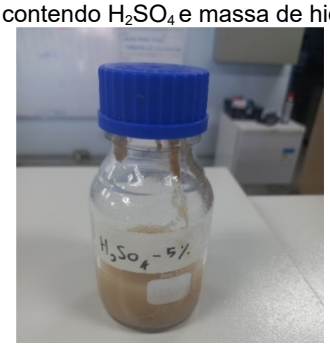
foi repetido igualmente para todas as concentrações de H_2SO_4, totalizando 10 frascos com mesma massa de hidrólise enzimática.

Figura 2 – Massa de hidrólise enzimática no frasco



Fonte: Os Autores (2026).

Figura 3 – Frasco contendo H_2SO_4 e massa de hidrólise enzimática



Fonte: Os Autores (2026).

Na sequência, os frascos foram levados para autoclave a 120 °C por 30 minutos. Durante essa etapa, garantiu-se que a tampa dos frascos não estivesse vedada para equalizar a pressão interna nos frascos e prevenir riscos de ruptura da vidraria. Concluído o tempo de reação e despressurização segura do equipamento, os frascos foram retirados e rapidamente resfriados em água corrente para interromper a atividade catalítica ácida (*quenching*), evitando a degradação dos açúcares em subprodutos indesejados, como furfural e hidroximetilfurfural (HMF).

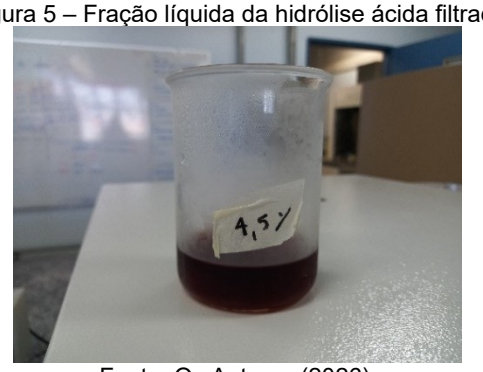
Finalizada a etapa de reação, um sistema de filtragem a vácuo com Kitasato, funil de Buchner, papel de filtro e bomba de vácuo foi montado e todo o conteúdo dos frascos foi transferido para o funil individualmente, tendo suas respectivas frações líquidas resultantes armazenadas em béqueres de 250 mL próprios, como mostram as figuras 4 e 5.

Figura 4 – Sistema de filtração



Fonte: Os Autores (2026).

Figura 5 – Fração líquida da hidrólise ácida filtrada



Fonte: Os Autores (2026).

Os béqueres foram levados para chapa de agitação e, separadamente, adicionou-se $Ca(OH)_2$ lentamente para que o pH fosse ajustado para 7,1. A adição de $Ca(OH)_2$ induz a precipitação de gesso ($CaSO_4$) que auxilia no processo de remoção de inibidores por sobre-calagem (*Overliming*).

Terminado o processo de ajuste do pH, o conteúdo dos béqueres foi submetido à filtração a vácuo e sua fase líquida armazenada para quantificação de açúcar redutor pelo método do Ácido 3,5-dinitrossalicílico (DNS), como descrito por Santos *et al*. (2017).

Resultados

A medição de Açúcar Redutor (AR) foi feita pelo método do Ácido 3,5-dinitrossalicílico (DNS) em espectrofotômetro, onde se obteve um valor de absorbância medido em 540 nm. Os valores absorbância são inseridos na Equação (1):

$$Absorbância \times Fator\ \ de\ \ diluição \times 0{,}293 = AR\ \left(g.L^{-1}\right) \quad (1)$$

O valor de 0,293 é referente ao coeficiente angular da curva que foi obtido por meio de uma curva de calibração padrão de glicose previamente estabelecida no laboratório utilizando glicose anidra de grau analítico como padrão. Os valores obtidos após medição e aplicação dos valores na Formula (1) foram representados na Tabela 2, tendo-se utilizado como base uma diluição de 100x para todas as amostras.

Tabela 2 – Valores de medição do Açúcar Redutor

Ensaio de Hidrólise Ácida	Fator de diluição	Absorbância	Açúcar Redutor ($g.L^{-1}$)
1	100x	1,043	30,56
2	100x	0,797	23,35
3	100x	1,115	32,67
4	100x	1,028	30,12
5	100x	1,230	36,04
6	100x	1,174	34,40
7	100x	1,048	30,70
8	100x	1,135	33,25
9	100x	1,257	36,84
10	100x	1,031	30,21

Fonte: Os Autores (2026).

Discussão

A despolimerização ácida da fração sólida extraída da hidrólise enzimática de FOLU é balanceada pelo equilíbrio cinético entre a hidrólise dos polímeros (e sua posterior transformação em açúcares úteis) e a degradação térmica consecutiva dos monossacarídeos liberados. Conforme amplamente fundamentado por Hoseinpour *et al.* (2010), condições reacionais moderadas favorecem a conversão dos polímeros amiláceos e hemicelulósicos em açúcares e uma menor produção de compostos não-desejados, como o furfural e o HMF, no meio reacional.

Ao analisar o efeito da concentração de ácido sobre a liberação de açúcares redutores (AR), a partir da biomassa exaurida de FOLU, constatou-se que a máxima recuperação de AR ocorreu sobre a concentração de 1% (v/v) de H_2SO_4 (Ensaio 9), resultando em um rendimento final de 36,84 $g.L^{-1}$ de açúcares úteis. Esse comportamento se assemelha das condições reacionais propostas por Hoseinpour *et al*. (2010), que estabeleceu as variáveis ótimas para hidrólise sob concentração de 1% (v/v) de H_2SO_4, temperatura de 130 °C, tempo de reação de 30 minutos e carga de sólidos de 7,5% (m/v).

No presente estudo, a obtenção de 36,84 $g.L^{-1}$ utilizando 1% (v/v) de ácido indica comportamento reacional análogo, demonstrando reprodutibilidade da metodologia proposta por Hoseinpour para matrizes heterogêneas de resíduo urbano, sendo coerente e viável para quebra efetiva dos polímeros que compõem a FOLU em açúcares adicionais.

Por outro lado, quando o sistema reacional foi submetido a condições ácidas mais elevadas, como representado pela solução de 4,5% (v/v) de H_2SO_4, constatou-se um decréscimo médio de 26,604% em relação a concentração de açúcares, decaindo da média de 31,814 $g.L^{-1}$ para 23,35 $g.L^{-1}$. Esse fenômeno de declínio é coerente com os mecanismos de degradação térmica propostos por Hoseinpour *et al*. (2010). Sob excesso de acidez e calor, a glicose e a xilose liberadas sofrem consecutivas reações de desidratação catalítica, convertendo-se em hidroximetilfurfural (HMF) e furfural. A queda no rendimento de AR em condições severas de acidificação por H_2SO_4 confirma que o uso de concentração superiores a 3% (v/v) excedem o ponto ótimo do rendimento de AR, direcionando a reação para sucessivos processos de desidratação catalíticas dos açúcares em compostos furânicos indesejados, comprometendo o rendimento global de AR e promovendo a liberação excessiva de compostos inibidores.

A etapa seguinte de sobre-calagem (*Overliming*) com $Ca(OH)_2$ até o pH 7,1 constitui uma via de purificação química indispensável para a viabilidade da rota biotecnológia proposta. A adição gradual do agente alcalino promove a neutralização do ácido presente no meio e a precipitação de sulfato de cálcio di-hidratado (Gesso, $CaSO_4$). Conforme o gesso se cristaliza, ele atua como carregador físico de compostos fenólicos e ácidos complexos liberados da biomassa, realizando o aprisionamento mecânico e purificando a mistura, o que favorece a utilidade dos açúcares extraídos para crescimento celular.

Conclusão

Conclui-se, portanto, que a despolimerização complementar da fração sólida extraída da hidrólise enzimática de FOLU mostrou-se uma alternativa promissora e de baixo custo para a recuperação dos açúcares adicionais. O ponto ótimo de hidrólise ocorreu sob a concentração de 1% (v/v) de H_2SO_4, favorecendo a liberação de 36,84 $g.L^{-1}$ de açúcares redutores. Ademais, a etapa de sobre-calagem utilizando $Ca(OH)_2$ provou ser uma método eficaz para purificação e desintoxicação da fração liquida extraída, auxiliando na remoção de compostos inibidores indesejados, como furfural e HMF, gerados durante o aquecimento, através da formação de gesso ($CaSO_4$). Este processo mitiga um dos principais gargalos econômicos da plataforma de biotecnologia – O custo dos coquetéis enzimáticos, que representam cerca de 34% dos custos totais para extração dos açúcares – e fornece um licor purificado e clarificado perfeitamente adequado para o cultivo de levedura oleaginosa voltado a produção de lipídios microbianos (SCO) e a sua posterior conversão em *SAF* no IP&D/UNIVAP.

Referências

ABREMA (Associação Brasileira de Resíduos e Meio Ambiente). **Panorama dos Resíduos Sólidos no Brasil 2025**. São Paulo: ABREMA, 2025.

BARRETO, D. C. T. **Processamento de polímeros lignocelulósicos e amiláceos: otimização da hidrólise de resíduos urbanos para uso em biorrefinaria**. 2026. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais) – Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento, Universidade do Vale do Paraíba, São José dos Campos, 2026

BRASIL. **Lei nº 14.248, de 25 de novembro de 2021**. Estabelece o Programa Nacional do Bioquerosene para o incentivo à pesquisa e o fomento da produção de energia à base de biomassas, visando à sustentabilidade da aviação brasileira. Diário Oficial da União: seção 1, Brasília, DF, p. 3, 26 nov. 2021.

HOSEINPOUR, H.; KARIMI, K.; ZILOUEI, H.; TAHERZADEH, M. J. Simultaneous pretreatment of lignocellulose and hydrolysis of starch in mixtures to sugars. **BioResources**, v. 5, n. 4, p. 2457-2469, 2010.

MOLINA-PEÑATE, E.; SÁNCHEZ, A.; ARTOLA, A. Enzymatic hydrolysis of the organic fraction of municipal solid waste: Optimization and valorization of the solid fraction for Bacillus thuringiensis biopesticide production through solid-state fermentation**. Waste Management**, v. 137, p. 304-311, 2022.

SANTOS, A. A. dos; DEOTI, J. R.; MÜLLER, G.; DÁRIO, M. G.; STAMBUK, B. U.; ALVES JUNIOR, S. L. Dosagem de açúcares redutores com o reativo DNS em microplaca. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 20, e2015113, 2017.

VIEIRA, J. P. F.; IENCZAK, J. L.; COSTA, P. S.; ROSSELL, C. E. V.; FRANCO, T. T.; PRADELLA, J. G. C. Single cell oil production integrated to a sugarcane-mill: Conceptual design, process specifications and economic analysis using molasses as raw material. **Industrial Crops and Products**, v. 89, p. 478-485, 2016

Agradecimentos

Os autores agradecem à **Universidade do Vale do Paraíba (UNIVAP)** e ao **Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento (IP&D)** pelo suporte institucional e apoio laboratorial disponibilizado para realização destes métodos. Este trabalho foi realizado com apoio financeiro do **Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq)**, no âmbito do projeto de pesquisa sob o **Processo n° 407946/2022-5**.