



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL
MINISTÉRIO DO DESENVOLVIMENTO, INDÚSTRIA, COMÉRCIO E SERVIÇOS
INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

CARTA PATENTE Nº BR 102017001865-2

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE DE INVENÇÃO, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito: BR 102017001865-2

(22) Data do Depósito: 30/01/2017

(43) Data da Publicação Nacional: 14/08/2018

(51) Classificação Internacional: C12P 7/10; C12R 1/865.

(54) Título: PRÉ-TRATAMENTO DE BAIXO CUSTO PARA QUEBRA DA FRAÇÃO LIGNOCELULÓSICA DE ANANAS COMOSUS (L. MERRIL) E PRODUÇÃO DE BIOCOMBUSTÍVEL LÍQUIDO E SÓLIDO

(73) Titular: UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS, Sociedade com intuito não econômico. CGC/CPF: 24464109000148. Endereço: AV. LOURIVAL MELO MOTA, S/N, TABULEIRO DO MARTINS, Maceió, AL, BRASIL(BR), 57072-970, Brasileira

(72) Inventor: JUMELICE DOS SANTOS SILVA; KLEDSON LOPES BARBOSA; RENATA MARIA ROSAS GARCIA ALMEIDA; VALÉRIA RODRIGUES DOS SANTOS MALTA; JÚLIA REGINA DO NASCIMENTO SILVA; MARTHA SUZANA RODRIGUES DOS SANTOS ROCHA; MÁRCIA ANDRÉA GOMES; ANTONIO JOSÉ GONÇALVES DA CRUZ; GILDEMBERG AMORIM LEAL JUNIOR; CECÍLIA DANTAS VICENTE.

Prazo de Validade: 20 (vinte) anos contados a partir de 30/01/2017, observadas as condições legais

Expedida em: 28/10/2025

Assinado digitalmente por:
Gisela Aparecida Silva Nogueira
Diretora de Patentes Substituta



Relatório Descritivo da Patente de Invenção para “**Pré-tratamento de baixo custo para quebra da fração lignocelulósica de *Ananas comosus* (L. Merrill) e produção de biocombustível líquido e sólido**”.

[001] A presente patente de invenção tem como objetivo produzir etanol de segunda geração a partir da coroa do abacaxi utilizando pré-tratamento a base de água em temperaturas moderadas, hidrólise enzimática e fermentação (María Evangelina Vallejos, Fernando Esteban Felissia, Julia Kruyeniski, María Cristina Area. **KINETIC STUDY OF THE EXTRACTION OF HEMICELLULOSIC CARBOHYDRATES FROM SUGARCANE BAGASSE BY HOT WATER TREATMENT**. Industrial Crops and Products 67 (2015) 1–6).

[002] Também reaproveitar a fração sólida remanescente da hidrólise enzimática para gerar combustível sólido na forma de briquetes (Mayara Raysa Lima Esteves. **ESTUDO DO POTENCIAL ENERGÉTICO E APROVEITAMENTO DAS CASCAS DE COCO VERDE PARA A PRODUÇÃO DE BRIQUETE EM MACEIÓ – AL**. Dissertação de mestrado, Universidade Federal de Alagoas, Maceió – AL, 2014).

PROBLEMA QUE A INVENÇÃO SE PROPÕE A RESOLVER

[003] A coroa do abacaxi (*Ananas comosus* (L. Merrill)), caracterizada pela fração não comestível da fruta, normalmente é descartada no lixo doméstico e nas feiras livres dos grandes centros urbanos, causando acúmulo de lixo orgânico. Essa matéria de fácil decomposição é responsável por danos aos lençóis freáticos, atração de insetos, parasitas, poluição visual e olfativa. Uma aposta promissora para sanar essa problemática consiste em utilizar esses resíduos para geração de energia.

[004] Ademais, o pré-tratamento da biomassa empregado nesta invenção trata-se de um método alternativo aos demais pré-tratamentos ácidos, bases e/ou conjugados. Pois, utiliza água em temperaturas moderadas. Desta forma, a produção de inibidores da hidrólise e fermentação como: furfural, hidroximetilfurfural e ácido acético podem ser minimamente gerados, aumentando o rendimento de açúcares fermentescíveis e etanol no processo produtivo.

[005] Na obtenção de etanol de segunda geração (E2G), um grande problema é o gerenciamento do resíduo lignocelulósico oriundo da etapa de hidrólise enzimática. Esta invenção propõe, além da produção de biocombustível líquido, a produção de combustível sólido na forma de briquete para combustão direta, atenuando o acúmulo de lixo a partir desse resíduo.

CAMPO DE ATUAÇÃO

[006] A presente invenção tem como área de atuação a tecnologia industrial dos biocombustíveis (líquido e sólido).

ESTADO DA TÉCNICA

[007] Diversos estudos têm sido explorados na literatura utilizando resíduos para obtenção de biocombustíveis, no entanto o enfoque empregado é essencialmente através da fração líquida do hidrolisado, rica em açúcares fermentescíveis, como por exemplo, a partir do milho (Martha Suzana Rodrigues dos Santos Rocha; Margarete Cabral dos Santos Silva; Wagner Roberto de Oliveira Pimentel; Renata Maria Rosas Garcia Almeida. **PRÉ-TRATAMENTO ÁCIDO DE RESÍDUOS DE MILHO PARA PRODUÇÃO DE ETANOL DE SEGUNDA GERAÇÃO**. ENGEVISTA, V. 18, n. 2, p. 412-423, Dezembro 2016), da *Manihot esculenta* (Renata Maria Rosas Garcia Almeida, Valéria Rodrigues dos Santos Malta, Kledson Lopes Barbosa, Jumelice dos Santos Silva, Martha Suzana Rodrigues dos Santos, Márcia Andrea Gomes, Antonio José Gonçalves da Cruz. **ETANOL 2G E DERIVADOS OBTIDOS DO CAULE DE MANIHOT ESCULENTA (MANDIOCA)** (INPI BR 10 2016 018606 4) e da cana-de-açúcar (Sarita C. Rabelo, Rafael R. Andrade, Rubens Maciel Filho, Aline C. Costa. **ALKALINE HYDROGEN PEROXIDE PRETREATMENT, ENZYMATIC HYDROLYSIS AND FERMENTATION OF SUGARCANE BAGASSE TO ETHANOL**. Fuel 136 (2014) 349–357). Todavia, a fração sólida residual após etapa de hidrólise enzimática tem sido na grande maioria dos casos, descartada.

[008] Na obtenção do etanol de segunda geração a partir da biomassa lignocelulósica algumas etapas são imprescindíveis: pré-tratamento, hidrólise e fermentação (Kyung Pyo Yoon. **MÉTODO DE PRÉ-TRATAMENTO DE BIOMASSA PARA PREPARAR BIOETANOL**. INPI 10-2009-0042121; Michel

Delmas; Bouchra Benjelloun Mlayah. **PROCESSO PARA PRODUIR BIOETANOL, A PARTIR DE UMA MATÉRIA-PRIMA VEGETAL LIGNOCELULÓSICA**. INPI 0850458). Dentre os tipos de pré-tratamentos identificados na literatura, encontram-se os físicos (André Luis Lovizotto Cesário. **INFLUÊNCIA DO TAMANHO DA PARTÍCULA NAS ETAPAS DE PRÉ-TRATAMENTO E HIDRÓLISE ENZIMÁTICA DO BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR**. Dissertação de mestrado, Campinas 2014), químicos (Olukayode O. Kuloyo; James C. Preez; Maria Del Prado García-Aparicio; Stephanus G. Kilian; Laurinda Steyn; Johann Gorgens. **OPUNTIA FICUS-INDICA CLADODES AS FEEDSTOCK FOR ETHANOL PRODUCTION BY KLUYVEROMYCES MARXIANUS AND SACCHAROMYCES CEREVISIAE**. World. J. Microbiol Biotechnol. 2014), biológicos ou uma combinação destes (Xuebin Lu, Yimin Zhang, Irini Angelidaki. **OPTIMIZATION OF H₂SO₄-CATALYZED HYDROTHERMAL PRETREATMENT OF RAPESEED STRAW FOR BIOCONVERSION TO ETHANOL: FOCUSING ON PRETREATMENT AT HIGH SOLIDS CONTENT**. Bioresource Technology 100 (2009) 3048–3053).

[009] Os pré-tratamentos que utilizam agentes químicos apresentam algumas desvantagens que podem inviabilizar sua aplicação, como é o caso da corrosão dos equipamentos empregados, a formação de compostos tóxicos as etapas posteriores de hidrólise e fermentação e a degradação dos açúcares formados (Boussarsar, H., Rogé, B., Mathlouthi, M., 2009. **OPTIMIZATION OF SUGARCANE BAGASSE CONVERSION BY HYDROTHERMAL TREATMENT FOR THE RECOVERY OF XYLOSE**. Bioresour. Technol. 100, 6537–6542; Da Cruz, S.H., Nichols, N.N., Dien, B.S., Saha, B.C., Cotta, M.A., 2012. **HYDROTHERMAL PRETREATMENT OF SUGARCANE BAGASSE USING RESPONSE SURFACE METHODOLOGY IMPROVES DIGESTIBILITY AND ETHANOL PRODUCTION BY SSF**. J. Ind. Microbiol. Biotechnol. 39, 439–447). Sendo assim, os pré-tratamentos que utilizam apenas água quente sob alta temperatura e pressão tem sido amplamente aplicados e considerados como promissores. Esse pré-tratamento é identificado na literatura como hidrotérmico e utiliza temperaturas entre 150-240°C; e pressão em torno de 1-3.5MPa

(Abdullah, R., Ueda, K., Saka, S., 2014. **HYDROTHERMAL DECOMPOSITION OF VARIOUS CRYSTALLINE CELLULOSES AS TREATED BY SEMI-FLOW HOT-COMPRESSED WATER**. J. Wood Sci. 60, 278–286; Xiao, L.P., Shi, Z.J., Xu, F., Sun, R.C., 2013. **HYDROTHERMAL TREATMENT AND ENZYMATIC HYDROLYSIS OF TAMARIX RAMOSISSIMA: EVALUATION OF THE PROCESS AS A CONVERSION METHOD IN A BIOREFINERY CONCEPT**. Bioresource Technology 135, 73–81). No entanto, visto que condições severas de pré-tratamento (água subcrítica) podem provocar a degradação dos carboidratos, a presente invenção propõe a realização de um pré-tratamento utilizando água sob temperaturas moderadas. O foco principal é manter a integridade do componente de maior interesse (açúcares fermentescíveis) e minimizar ou até mesmo eliminar a formação de compostos tóxicos as etapas de hidrólise enzimática e fermentação.

[010] Os briquetes podem ser definidos como o produto da compactação de resíduos lignocelulósicos (Nóbrega de Queiróz; Renan Yuri Lino; Victor dos Reis Garcia; Wagner Augusto Vaz Júnior. **PROCESSO DE PRODUÇÃO DE BRIQUETES**. INPI 1104560-4 A2). Esses materiais possuem propriedades caloríficas bastante atrativas, podendo ser utilizados na combustão direta de fornos industriais (Mayara Raysa Lima Esteves. **ESTUDO DO POTENCIAL ENERGÉTICO E APROVEITAMENTO DAS CASCAS DE COCO VERDE PARA A PRODUÇÃO DE BRIQUETE EM MACEIÓ – AL**. Dissertação de mestrado, Universidade Federal de Alagoas, Maceió – AL, 2014; Mônica Silva Silveira, **APROVEITAMENTO DAS CASCAS DE COCO VERDE PARA PRODUÇÃO DE BRIQUETES EM SALVADOR-BA**. 2008. 163p. Dissertação - Mestrado em Gerenciamento e Tecnologias Ambientais no Processo Produtivo – Escola Politécnica da Bahia, Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2008; ALVES, D. A. H. ; BARCELLOS, K.M. ; ABUD, A. K. S. **CARACTERIZAÇÃO DE BRIQUETES OBTIDOS A PARTIR DE RESÍDUOS DO BENEFICIAMENTO DA MANDIOCA E DO MILHO**. Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais, v. 18, p. 41-48, 2016). A utilização da fração sólida remanescente da etapa de hidrólise enzimática para obtenção de briquetes é uma abordagem promissora visto que

os trabalhos encontrados na literatura que visam à produção de etanol a partir de resíduos lignocelulósicos em sua maioria utilizam apenas o líquido hidrolisado para seguir a etapa de fermentação, descartando assim a fração sólida residual. A proposta dessa invenção é, portanto realizar também o aproveitamento da fração sólida após etapa de hidrólise enzimática, transformando esses rejeitos em produtos de alto valor agregado, como é o caso dos briquetes.

[011] Em buscas patentárias foram encontradas as seguintes patentes: PI0703840-2A2, intitulada “**PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE CELULOSE, SEM COZIMENTO, A PARTIR DE MATERIAL RESIDUAL DE PLANTAS ANANAS, DA FAMÍLIA DAS BROMELIÁCEAS**”, o que difere da presente proposta por se tratar da obtenção de celulose através de tanques de imersão aquecidos a vapor por cinco diferentes etapas que tornam o processo oneroso economicamente: solubilidade em água quente, solubilidade em solução alcalina, peroxidação, hipocloração e nova hipocloração.

[012] Outras patentes inspiradoras são: BR 10 2015 030917 1, intitulada “**PRODUÇÃO DE ETANOL 2G OBTIDO DA CASCA DA MANIHOT ESCULENTA COMO FONTE DE BIOMASSA LIGNOCELULÓSICA**” a qual tem como objetivo a produção de etanol de segunda geração, tendo na etapa de pré-tratamento, a utilização de ácido diluído sob a biomassa de Manihot esculenta, o que a torna diferente da presente proposta. BR 10 2016 018606 4 “**ETANOL 2G E DERIVADOS OBTIDOS DO CAULE DE MANIHOT ESCULENTA (MANDIOCA)**” a qual propõe aumentar os rendimentos na produção de etanol a partir da incorporação do caule da mandioca no processo industrial, além de propor também a produção de outros produtos derivados do etanol. O pré-tratamento utilizado trata-se da utilização de ácido sulfúrico. BR 10 2015 024183 6 “**PRODUÇÃO DE BIOETANOL A PARTIR DE NOPALEA COCHENILIFERA POR TRATAMENTOS QUÍMICOS E HIDRÓLISE ENZIMÁTICA**”, porém, esta difere da presente proposta de invenção por utilizar outra biomassa, sanitização com hipoclorito, secagem em estufa, pré-tratamento com ácido sulfúrico, hidróxido de sódio e nem o reaproveitamento da fração sólida residual da hidrólise para co-gerar energia.

DESCRIÇÃO DA ABORDAGEM DO PROBLEMA TÉCNICO

Tabela 1 – Beneficiamento energético com o redimensionamento dos resíduos de *Ananas comosus*

PROBLEMAS	SOLUÇÕES
Acúmulo de resíduos de fácil decomposição	Aplicação do resíduo em questão em uma atividade de elevado valor agregado
Matriz energética fortemente dependente do petróleo	Diversificação dessa matriz pelo uso da coroa do abacaxi para obtenção de etanol
Desmatamento devido ao uso da lenha em processos de combustão	Uso dos briquetes em substituição a lenha

Fonte: Elaborado pelos autores, 2017.

DESCRIÇÃO DA TÉCNICA

[013] Para o pré-tratamento e produção dos combustíveis líquido e sólido utilizando a coroa do abacaxi, foram conduzidas as etapas descritas a seguir. A visualização resumida das etapas citadas pode ser observada na figura 1.

Higienização, Secagem e Trituração da coroa de *Ananas comosus* (L. Merrill)

[014] Na etapa de higienização, as coroas (folhas do fruto) de *Ananas comosus* (L. Merrill) foram separadas e lavadas em água corrente e posteriormente submetidas a secagem sob a luz solar.

[015] Após o material se apresentar totalmente seco, foi triturado em liquidificador industrial obtendo-se a farinha para seguir as etapas posteriores.

Pré-tratamento à base de água em temperatura moderada

[016] O pré-tratamento à base de água foi realizado em reator tipo autoclave a 120°C por 30 minutos. Após o tempo de pré-tratamento, as amostras pré-tratadas foram retiradas do equipamento. Ao atingir temperatura ambiente, as amostras foram então filtradas em papel de filtro. As frações sólidas retidas no papel filtro foram acondicionadas em estufa a 50°C para secagem e posteriormente utilizadas na etapa de hidrólise enzimática.

Hidrólise Enzimática e Fermentação

[017] A hidrólise enzimática foi realizada sobre a biomassa (coroa do abacaxi) pré-tratada. Nesta etapa, foi utilizado o complexo de celulasas comercial CelliC® Ctec2 (Novozymes Latin America Ltda). Foram utilizados 20 FPU/g de enzimas, 15% de sólidos e volume reacional de 50 mL, tampão citrato (pH 4,8, 50 mM) em frascos Erlenmeyer de 250 mL, sob agitação de 150 rpm, à 50°C por 72 horas.

[018] Transcorrido o tempo de hidrólise, 20 mL do licor hidrolisado foi utilizado como substrato para fermentação, utilizando 5% de leveduras *Saccharomyces cerevisiae*, através da metodologia modificada de Wolf, 2011 (Wolf, L. D. **PRÉ-TRATAMENTO ORGANOSSOLVE DO BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR PARA A PRODUÇÃO DE ETANOL E OBTENÇÃO DE XILOOLIGÔMEROS**. Dissertação (Mestrado em engenharia química) - Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de São Carlos, 2011).

Produção dos briquetes

[019] A fração sólida remanescente da etapa de hidrólise enzimática foi aplicada na produção dos briquetes através do método descrito a seguir.

[020] A produção de briquetes foi realizada na mini usina de adensamento de biomassa da Universidade Federal de Alagoas – UFAL, fazendo uso da prensa IKA-WERKE, com 0,5 g do material, sob pressão, por 3 minutos. Em seguida, foram realizadas análises físico-químicas do poder calorífico, umidade e teor de cinzas.

RESULTADOS OBTIDOS

[021] As concentrações de açúcares fermentescíveis liberados após as 72 horas de hidrólise enzimática foram de 58,44 e 21,91 g.L⁻¹ de glicose e xilose, respectivamente, conforme observado na Figura 2.

[022] A conversão dos açúcares na etapa de fermentação resultou em 18,80 g.L⁻¹ de etanol após 24 horas, porém seu mais alto grau foi obtido após as primeiras 4 horas de fermentação, obtendo-se 31,10 g.L⁻¹ de etanol, conforme Figura 3. Esse resultado aponta que, para as condições empregadas, a fermentação deveria encerrar-se nas 4 horas, visto que após esse tempo houve redução no teor de etanol produzido. Sugere-se que, na falta da fonte primária

de carbono (glicose, xilose) a levedura passou a consumir o etanol. Uma vez que o objetivo da etapa fermentativa é a obtenção de álcool, seu consumo é indesejado devendo-se, portanto, encerrar a reação de fermentação antes que isso comece a ocorrer.

[023] Os briquetes produzidos a partir do resíduo sólido da hidrólise enzimática apresentaram poder calorífico de $18,41 \text{ KJ.Kg}^{-1}$, 11,64% de umidade e 5,94 % de cinzas. Considerando seu potencial energético, os resíduos sólidos remanescentes do processo de produção de etanol de segunda geração tornam-se, portanto, um substrato altamente eficiente para geração de energia sólida para combustão direta, alimentando fornos industriais em substituição a lenha.

DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

[024] Figura 1 – Fluxograma apresentando todas as etapas realizadas para obtenção de etanol e briquetes a partir da coroa do abacaxi.

[025] Figura 2 – Principais açúcares obtidos na etapa de hidrólise enzimática da coroa do abacaxi a partir de celulasas.

[026] Figura 3 – Consumo dos açúcares e formação de etanol ao longo da fermentação etanólica.

VANTAGENS DA PATENTE

[027] Diante de tudo o que foi estabelecido e embasado nesse relatório descritivo, essa invenção refere-se a uma proposta de destinação promissora para um resíduo não aproveitado até o momento, como é o caso da coroa do abacaxi. Assim, sugere-se a aplicação do resíduo em questão em atividades de elevado valor agregado, como a produção de etanol de segunda geração.

[028] Outro fator positivo, é a reutilização da fração sólida remanescente da biomassa no processo produtivo de etanol de segunda geração, para gerar combustível sólido na forma de briquetes. Visto que seu poder calorífico é bem próximo ao da madeira. O que estaria priorizando a sustentabilidade dos recursos renováveis, substituindo a madeira por resíduo sólido de processo produtivo de E2G.

[029] O combustível sólido, nesse caso os briquetes, podem ser utilizados nas pequenas e grandes indústrias para alimentar os fornos, gerando energia pela

combustão direta e até mesmo na co-geração de energia para atender suas necessidades energéticas.

REIVINDICAÇÕES

1. Pré-tratamento de baixo custo para quebra da fração lignocelulósica de *Ananas comosus* (L. Merrill) e produção de biocombustível líquido e sólido **caracterizado por** seguir as seguintes etapas:
 - a) Lavagem em água corrente das coroas, folhas do fruto, de *Ananas comosus* (L. Merrill) e posterior secagem a luz solar;
 - b) Trituração em liquidificador industrial para posterior realização de pré-tratamento;
 - c) Tratar o resíduo (seco e moído) com água em reator tipo autoclave sob temperatura reacional entre 90 e 130°C com concentrações de biomassa de 10 a 20% e 30 min de tempo de aquecimento reacional, seguido da filtragem para separação das frações líquida e sólida ou sua utilização conjunta;
 - d) Hidrólise enzimática utilizando celulasas;
 - e) Fermentação etanólica do licor hidrolisado empregando leveduras *Saccharomyces cerevisiae*;
 - f) Produção de briquetes a partir da fração sólida remanescente da etapa de hidrólise enzimática através de prensagem do material à pressão de 30bar por 1 a 5 minutos, preferencialmente 3 minutos.
2. Pré-tratamento de baixo custo para quebra da fração lignocelulósica de *Ananas comosus* (L. Merrill) e produção de biocombustível líquido e sólido, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** fato que a etapa (d) compreende os seguintes passos:
 - a) Mistura da biomassa pré-tratada seca e ou a combinação da fração sólida com a líquida na fase anterior com enzimas celulolíticas, sendo o meio reacional constituído por 7,5 g de biomassa, 20 FPU/g do complexo enzimático em tampão citrato de sódio a pH 4,8 em volume reacional final de 50 mL;

- b) Uso de outros complexos enzimáticos, tais como, hemicelulases e visando maior biotransformação da biomassa em açúcares fermentescíveis; hidrólise em condições ambientais entre 40°C - 55°C e em shaker com rotação entre 120 - 250 rpm;
 - c) Filtragem para separação das partes líquidas e sólidas, com separação da parte sólida para utilização na produção de briquetes.
3. Pré-tratamento de baixo custo para quebra da fração lignocelulósica de Ananas comosus (L. Merrill) e produção de biocombustível líquido e sólido, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** fato que a etapa (e) compreende os seguintes passos:
- a) Adição de levedura *Saccharomyces cerevisiae* (inóculo 5% v/v);
 - b) Destilação do mosto fermentado e recuperação da massa celular;
 - c) Obtenção do álcool anidro ou hidratado e demais derivados.

DESENHOS

Figura 1

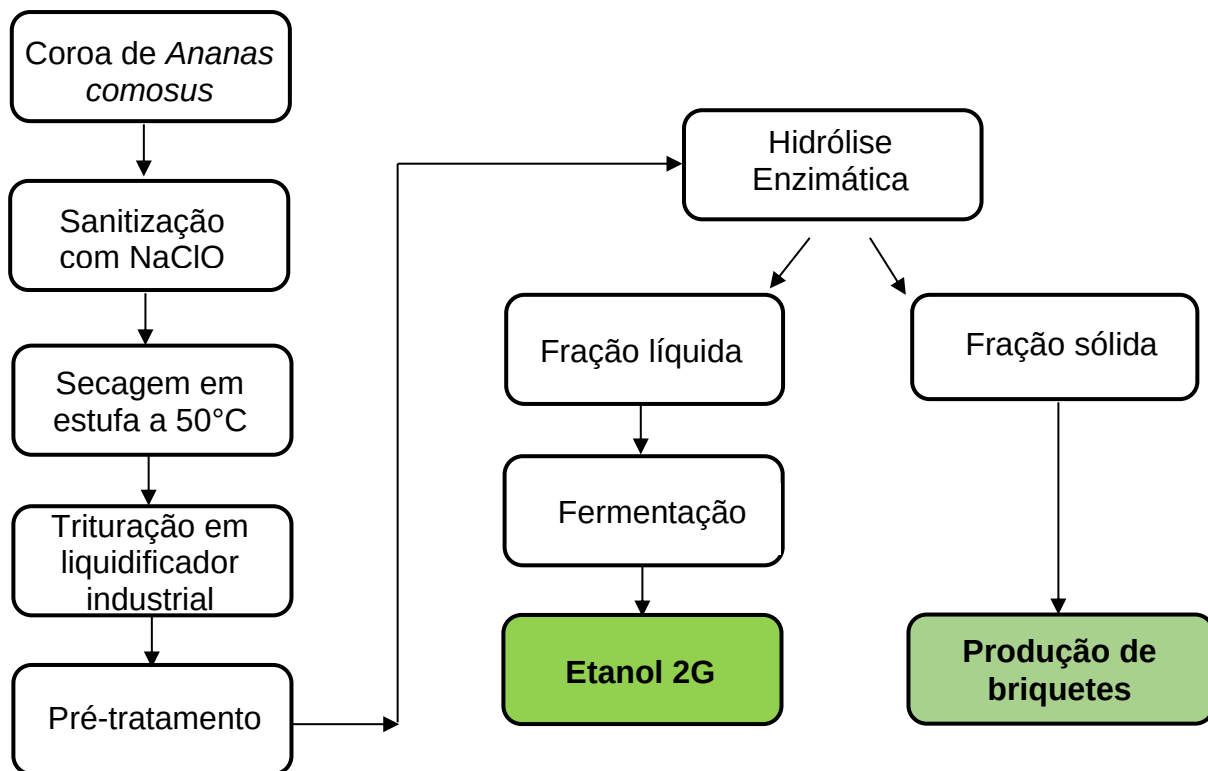


Figura 2

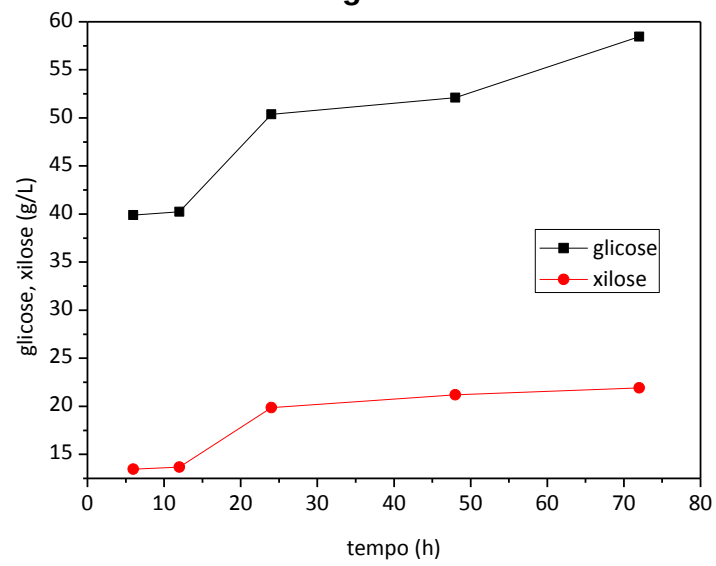


Figura 3

