

## Artigo

**Bagaço de Cana-de-Açúcar como Fonte de Glicose: Pré-tratamento Corona****Carvalho, J. A.; Borges, W. M. S.; Carvalho, M. Z.; Arantes, A. C. C.; Bianchi, M. L.\****Rev. Virtual Quim.*, 2017, 9 (1), 97-106. Data de publicação na Web: 24 de novembro de 2016<http://rvq.sbq.org.br>**Bagasse as a Source of Glucose: Corona Pretreatment**

**Abstract:** Lignocellulosic materials have a complex polymeric structure, so, to obtain a high yield of glucose by hydrolysis reactions is necessary a pretreatment of the material. In this work, the effect of pretreatment corona (electric discharge) on different properties in three lignocellulosic materials (microcrystalline cellulose, cellulose pulp and bagasse) was evaluated. corona treatment was applied in three different exposure times (2, 6 and 10 minutes). Crystallinity, obtained by X-ray diffraction, showed a significant increase in samples of bagasse after pretreatment. No changes in acidity of materials was observed. Cationic and anionic tests indicate that the surface of bagasse is negatively charged after pretreatment. Amount of methylene blue adsorbed in the materials decreased with increasing of exposure time. Acid hydrolysis of materials with and without pretreatment were evaluated in amount of total reducing sugars (%TRS). A small decrease in %TRS occurred after pretreatment corona mainly in bagasse samples. HPLC analysis of hydrolysis products of pretreated bagasse showed higher yields in glucose, a raw material of interest for second generation ethanol.

**Keywords:** Lignocellulosic material; Ethanol; Cellulose.

**Resumo**

Os materiais lignocelulósicos possuem uma natureza polimérica bastante complexa, assim, para que a reação de hidrólise desses materiais seja efetiva e obtenha-se alto rendimento em glicose é necessário, antes da reação, um pré-tratamento do material. Nesse trabalho o pré-tratamento corona (descarga elétrica) foi aplicado em três materiais (celulose micro cristalina, polpa celulósica e bagaço de cana-de-açúcar) e, posteriormente, o efeito desse pré-tratamento em diferentes propriedades dos materiais foi avaliado. Para isso o corona foi aplicado nos materiais em três diferentes tempos de exposição (2, 6 e 10 minutos). Análises de cristalinidade *via* dados de difratometria de raios X mostraram um aumento considerável desse índice nas amostras de bagaço de cana-de-açúcar após o pré-tratamento. Não houve modificação da acidez dos materiais com o pré-tratamento. Testes de adsorção de corantes catiônicos e aniônicos nos materiais pré-tratados indicam que a superfície do bagaço de cana-de-açúcar é carregada negativamente. A quantidade de azul de metileno adsorvido nos materiais diminuiu com o aumento do tempo de exposição ao pré-tratamento corona (PT-C). Os produtos das reações de hidrólise ácida dos materiais pré-tratados e não pré-tratados foram avaliados em relação à quantidade de açúcares redutores totais (ART). Houve ligeira diminuição na conversão em açúcares redutores totais (ART) após o pré-tratamento corona (PT-C), principalmente na amostra de bagaço de cana-de-açúcar (BC). Por outro lado, análises de HPLC dos produtos das reações de hidrólise mostraram que maiores rendimentos em glicose (matéria-prima de interesse para produção de etanol de segunda geração) foram obtidos a partir do BC pré-tratado.

**Palavras-chave:** Material Lignocelulósico; Etanol; Celulose.

\* Universidade Federal de Lavras, Departamento de Química, CEP 37200-000, Caixa Postal 3037, Lavras-MG, Brasil.

 [bianchi@dqi.ufla.br](mailto:bianchi@dqi.ufla.br)

DOI: [10.21577/1984-6835.20170009](https://doi.org/10.21577/1984-6835.20170009)

## Bagaço de Cana-de-Açúcar como Fonte de Glicose: Pré-tratamento Corona

Janaína A. Carvalho, Willian Miguel S. Borges, Mohana Z. Carvalho, Ana Carolina C. Arantes, Maria Lucia Bianchi\*

Universidade Federal de Lavras, Departamento de Química, CEP 37200-000, Caixa Postal 3037, Lavras-MG, Brasil.

\* [bianchi@dqi.ufla.br](mailto:bianchi@dqi.ufla.br)

*Recebido em 29 de outubro de 2016. Aceito para publicação em 23 de novembro de 2016*

### 1. Introdução

### 2. Materiais e métodos

- 2.1. Materiais
- 2.2. Pré-tratamento corona (PT-C)
- 2.3. Difractometria de raios X (DRX)
- 2.4. Análise de acidez superficial
- 2.5. Testes de adsorção
- 2.6. Hidrólise ácida dos materiais
- 2.7. Análise dos produtos das reações de hidrólise

### 3. Resultados e discussão

- 3.1. Caracterização estrutural das amostras sem e com pré-tratamento
- 3.2. Adsorção de corantes
- 3.3. Reações de hidrólise ácida

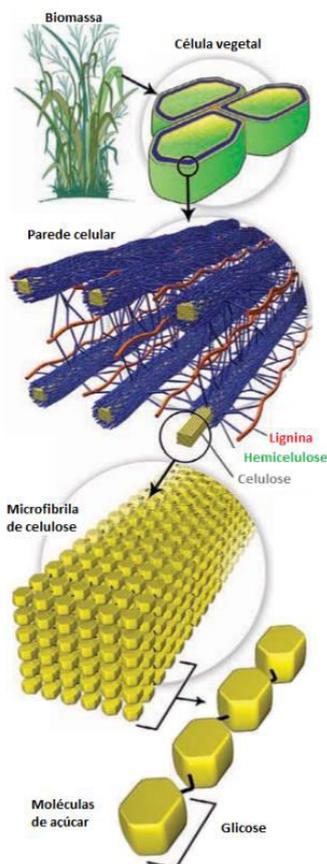
### 4. Conclusão

## 1. Introdução

---

Na atualidade são imprescindíveis pesquisas que busquem fontes renováveis de energia e tecnologias de produção que sejam mais sustentáveis, objetivando solucionar ou, pelo menos, diminuir os vários problemas ambientais relacionados ao uso de combustíveis fósseis, desperdício de materiais e energia. A utilização da biomassa

como recurso energético tem grande potencial comprovado, mas ainda é um desafio que instiga a curiosidade de vários pesquisadores devido à grande dificuldade em disponibilizar os componentes do complexo lignocelulósico: celulose, hemiceluloses e lignina, a reações que visam a produção de biocombustíveis.<sup>1-3</sup> A Figura 1 representa o complexo lignocelulósico, desde a biomassa até sua menor unidade, a glicose.



**Figura 1.** Representação do complexo lignocelulósico composto por celulose, hemiceluloses e lignina, obtido da parede celular das células de biomassa vegetais. A glicose é a menor unidade das cadeias de celulose (Adaptado da ref. 4)

A hidrólise da celulose (Figura 2) é uma reação muito estudada na produção de etanol de segunda geração.<sup>5</sup> Um dos desafios desse processo é obter, da biomassa, boa conversão de açúcares e bom rendimento em glicose, utilizando métodos eficazes, limpos e viáveis economicamente, já que a estrutura cristalina da celulose dificulta o processo e a lignina, um dos componentes principais, interfere de forma negativa.<sup>6</sup> Com isso, o acesso de reagentes à biomassa é complexo sendo necessário uma etapa de pré-tratamento para que os componentes do

complexo lignocelulósico estejam disponíveis para que ocorra a reação de hidrólise.<sup>7</sup>

A etapa de pré-tratamento é uma das mais caras e difíceis do processo de utilização da biomassa como recurso energético, dessa forma, estudos direcionados ao desenvolvimento de novas tecnologias e metodologias de pré-tratamentos são de extrema importância para analisar seu real efeito e viabilizar o processo de utilização dessa matéria-prima.<sup>8</sup>

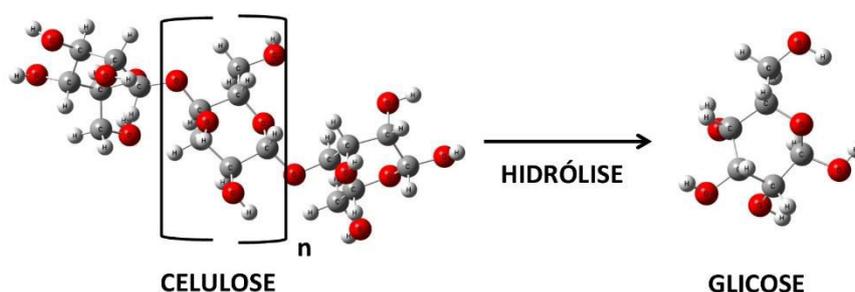


Figura 2. Obtenção de glicose através da reação de hidrólise da celulose

Dentre vários pré-tratamentos, o processo corona demonstra grande potencial por provocar (na superfície de alguns materiais) modificações superficiais com obtenção de novas propriedades, quebra de ligações, alteração da acidez, etc. A descarga elétrica aplicada oxida a superfície das amostras e é utilizada para tratar materiais diversos como plástico, compósito, vidro, madeira, dentre outros.<sup>9-11</sup>

Com isso, neste estudo avaliou-se o efeito da aplicação do pré-tratamento corona (PT-C) na celulose micro cristalina (CMC), polpa celulósica (PC) e bagaço de cana-de-açúcar (BC) frente às reações de hidrólise ácida desses materiais na obtenção de glicose, matéria-prima para produção de bioetanol.

## 2. Materiais e métodos

### 2.1. Materiais

As matérias-primas utilizadas neste estudo foram celulose micro cristalina (CMC) da Synth, polpa celulósica (PC) Kraft não branqueada moída em moinho de facas, tipo Micro Wyllie e bagaço de cana-de-açúcar (BC) doado pela Usina Biosev, situada no município de Lagoa da Prata, Minas Gerais, Brasil.

### 2.2. Pré-tratamento corona (PT-C)

No pré-tratamento corona uma descarga elétrica de alta frequência e alta voltagem é aplicada ao material a uma distância determinada. A descarga elétrica provoca a ionização dos gases da atmosfera presentes entre o eletrodo e a amostra, formando ozônio e outros compostos que promovem reações de oxidação da superfície do material. Isso aumenta o caráter polar e a energia da superfície.<sup>12</sup>

O experimento foi conduzido em um equipamento para superfícies tridimensionais, Plasma Tech – Corona Brasil, Modelo PT-1, potência 0,5 KW, 220V e frequência de 60 Hz. 6,0 g de cada amostra foram colocados em uma caixa de alumínio a uma altura de exposição fixada em 3,5 cm, variando-se apenas o tempo de exposição de 2, 6 e 10 minutos.

### 2.3. Difratometria de raios X (DRX)

As amostras foram analisadas por difratometria de raios X (DRX), para determinação da cristalinidade, em um equipamento Shimadzu XRD-6000, radiação de Cu-K $\alpha$  com  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$  e um passo de  $0,02^\circ \text{ s}^{-1}$ , usando cristal de grafite como monocromador. A cristalinidade foi determinada utilizando a Equação 1 de acordo com um método empírico

desenvolvido por Segal *et al.* (1959)<sup>13</sup>, onde  $I_c$  é o índice de cristalinidade,  $I_{002}$  é a medida da intensidade de difração da parte cristalina do

material em  $2\theta = 22,5^\circ$  e  $I_{am}$  é a medida da intensidade de difração da parte amorfa do material em  $2\theta = 18^\circ$ .

$$I_c = \frac{I_{002} - I_{am}}{I_{002}} \times 100$$

### Equação 1

#### 2.4. Análise de acidez superficial

O método de retro titulação foi utilizado para avaliar a acidez do material antes e após a exposição ao equipamento corona. Aproximadamente 0,5 g de cada amostra foram colocados sob agitação por um intervalo de 24 horas juntamente com 20 mL de NaOH (0,05 mol L<sup>-1</sup>). Após esse período, as amostras foram filtradas e uma alíquota de 10 mL foi retirada de cada frasco. Foram adicionados 10 mL de HCl 0,05 mol L<sup>-1</sup> às mesmas e deixadas em atmosfera de N<sub>2</sub> por duas horas. Posteriormente, fez-se a titulação, em um equipamento automático Metrohm modelo Titrand 904, com NaOH 0,05 mol L<sup>-1</sup>. A partir destes dados, obteve-se o número de sítios de caráter ácido de cada amostra.

#### 2.5. Testes de adsorção

Para avaliar o perfil de adsorção das amostras antes e após o pré-tratamento corona foram utilizados 0,1g das amostras (CMC, PC e BC) sem pré-tratamento e pré-tratadas, com granulometria entre 40-60 mesh. Foram utilizados os adsorvatos azul de metileno (250 ppm) e vermelho do congo (100 ppm). Os experimentos foram realizados em batelada à 25°C em uma mesa agitadora orbital, com tempo de adsorção de 24 horas e agitação de 200 rpm, em duplicata. Foi preparada uma curva analítica dos corantes azul de metileno e vermelho do congo e as leituras foram realizadas em um espectrofotômetro UV-Visível nos comprimentos de onda de 665 nm e 500 nm, respectivamente. O comportamento das amostras foi analisado observando-se a

tendência da superfície dos materiais em adsorver corantes catiônicos e aniônicos.

#### 2.6. Hidrólise ácida dos materiais

Após realização dos pré-tratamentos, os materiais foram submetidos a reações de hidrólise ácida para obtenção dos monossacarídeos. A reação de hidrólise foi conduzida em sistema fechado com agitação magnética e controle de temperatura. Em cada reação, quatro frascos foram colocados dentro do reator: um contendo apenas a solução de ácido clorídrico (para posterior análise em UV-Vis), outro contendo a amostra lignocelulósica (CMC, PC e BC) sem tratamento (para comparação dos resultados) e dois deles contendo materiais pré-tratados. Foram utilizados 0,1 g de amostra e 7 mL de solução de ácido clorídrico 0,1 % (v/v). A temperatura de trabalho foi fixada em 170°C e o tempo de reação em 60 min. Após a reação os materiais foram resfriados, filtrados e em seguida neutralizados com solução de NaOH.

#### 2.7. Análise dos produtos das reações de hidrólise

Foi determinado o teor de açúcares redutores totais (% ART) dos hidrolisados pelo método do ácido dinitrosalicílico (DNS), desenvolvido por Miller (1959)<sup>14</sup> utilizando um espectrofotômetro UV/Visível Micronal-AJX-3000. A quantificação da glicose foi feita por meio de cromatografia líquida de alta eficiência, HPLC, em um aparelho Shimadzu, com detector eletroquímico Antec, modelo Decade II. A coluna cromatográfica utilizada

foi de troca iônica Carboxpac PA1 e a análise foi conduzida em modo pulsado. Foi utilizado como eluente solução de NaOH 20 mmol L<sup>-1</sup>, em um fluxo de 0,2 mL min<sup>-1</sup>, com temperatura do forno de 44 °C. Uma curva analítica padrão de glicose foi preparada.

### 3. Resultados e discussão

#### 3.1. Caracterização estrutural das amostras sem e com pré-tratamento

As amostras foram analisadas por difratometria de raios X e os índices de cristalinidade ( $I_c$ ) foram calculados utilizando os dados dos difratogramas (Tabela 1). O  $I_c$  é um parâmetro muito importante a ser avaliado quando pretende-se realizar a

hidrólise do material, pois a cristalinidade está diretamente relacionada à organização das moléculas na estrutura da celulose. Quanto mais organizado e cristalino, menos reativo é o material, ou seja, mais difícil o acesso às ligações glicosídicas pelos reagentes de hidrólise. Analisando os dados obtidos pode-se dizer que houve uma leve tendência de aumento na cristalinidade de PC e BC com 10 min de exposição. Para a CMC não foram observadas diferenças significativas no  $I_c$  das amostras pré-tratadas e não pré-tratadas, mostrando que o PT-C não modificou o material.

Não houve modificação significativa na acidez da superfície do material com o PT-C (Tabela 1), mesmo após 10 min de tratamento. Isso sugere que, se houve oxidação do material, essa reação não formou ácidos na sua superfície durante o pré-tratamento.

**Tabela 1.** Índice de Cristalinidade ( $I_c$ ) e acidez superficial (mmol H<sup>+</sup> g<sup>-1</sup>) das amostras de CMC, PC e BC sem e com o PT-C em diferentes tempos de exposição

Amostra	$I_c$ (%)	Acidez (mmol H <sup>+</sup> g <sup>-1</sup> )
CMC sem tratamento	83,6	0,94
CMC corona 2 min	83,2	0,91
CMC corona 6 min	83,6	0,92
CMC corona 10 min	82,6	0,91
PC sem tratamento	69,5	1,05
PC corona 2 min	69,8	1,05
PC corona 6 min	67,7	1,05
PC corona 10 min	71,5	1,05
BC sem tratamento	51,9	0,93
BC corona 2min	50,5	1,05
BC corona 6min	52,3	1,04
BC corona 10min	54,9	0,92

### 3.2. Adsorção de corantes

Os experimentos de adsorção foram realizados com adsorvatos catiônico (azul de metileno- $C_{16}H_{18}ClN_3S$ ) e aniônico (vermelho do congo- $C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$ ). Não houve diferenças significativas nos resultados de adsorção de azul de metileno e vermelho do congo em CMC e PC pré-tratadas ou não.

Para o BC os resultados relativos à adsorção de vermelho do congo não foram

diferentes para os materiais pré-tratados e não pré-tratados. Porém, observam-se, claramente, diferenças significativas na adsorção de azul de metileno (Tabela 2). Nesse caso houve diminuição da capacidade de adsorção de azul de metileno (aproximadamente 29 pontos percentuais) com o PT-C. Além disso, percebe-se uma pequena diminuição da capacidade de adsorção com o aumento do tempo de exposição.

**Tabela 2.** Porcentagem de adsorção dos corantes azul de metileno (250 ppm) e vermelho do congo (100 ppm) para amostras de BC pré-tratadas ou não

Amostra	Azul de metileno (%)	Vermelho do congo (%)
BC	94,7	29,2
BC PT-C 2min	67,4	29,3
BC PT-C 6min	65,8	29,4
BC PT-C 10min	64,0	29,5

A menor adsorção de vermelho do congo pode estar associada ao tamanho da molécula (bem maior que a de azul de metileno). A menor adsorção do azul de metileno nos materiais pré-tratados pode indicar uma modificação da carga superficial do material.

### 3.3 Reações de hidrólise ácida

Os resultados de conversão em açúcares redutores totais (%ART) das reações de hidrólise realizadas com a celulose microcristalina (CMC), polpa celulósica (PC) e

bagaço de cana-de-açúcar (BC) sem o PT-C são apresentadas na Tabela 3. Também estão apresentados os dados de porcentagem de celulose presente em cada amostra (%celulose) e a relação de conversão da celulose em ART (%conversão). O valor de %celulose para PC foi fornecido pela indústria de papel e celulose que produziu a polpa e a %celulose no BC está de acordo com dados apresentados por Gouveia *et al.* (2009).<sup>15</sup> A CMC é celulose pura, a PC possui pequenas porcentagens de hemiceluloses e o BC possui, além de celulose e hemiceluloses, a lignina.

**Tabela 3.** Dados de composição de celulose (%celulose), açúcares redutores totais (%ART) e conversão da celulose (%conversão) para amostras de CMC, PC e BC.

	CMC	PC	BC
% celulose	100	85 <sup>1</sup>	48 <sup>2</sup>
% ART	36	31	14
% conversão <sup>3</sup>	36	36	29

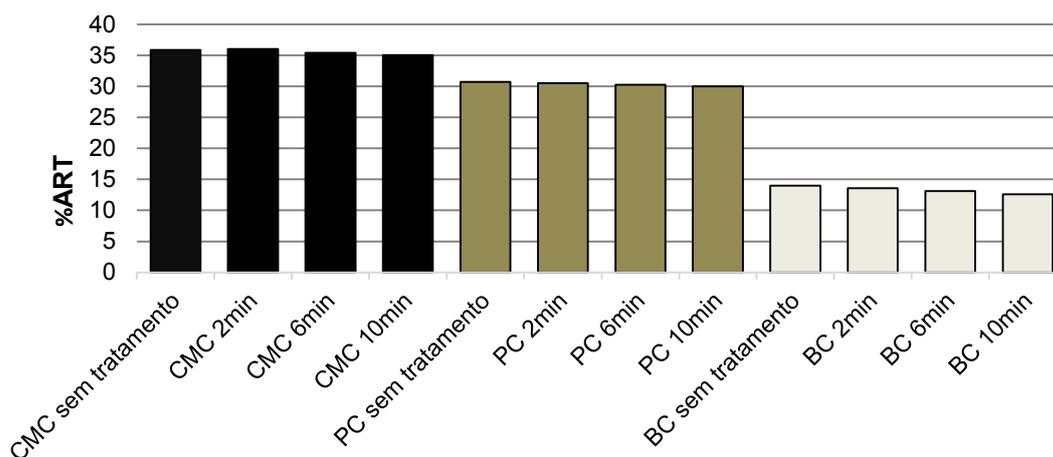
<sup>1</sup> Dado fornecido pela empresa. <sup>2</sup> Gouveia *et al.*(2009). <sup>3</sup> %conversão = (%ART/%celulose) x100.

A %conversão da Tabela 3 leva em consideração somente a conversão de celulose em açúcares redutores, porém, é sabido que as hemiceluloses presentes na PC e no BC também sofrem hidrólise fornecendo açúcares.

Os resultados mostram que a conversão em açúcares redutores totais obtidos para a CMC e PC é maior que a obtida para o bagaço, mesmo considerando a porcentagem de celulose diferente presente em cada material. Isso se dá porque, na celulose pura, as ligações glicosídicas, apesar da maior cristalinidade, não estão blindadas pela lignina. Além disso, a celulose é bastante hidrofílica e facilita a penetração do agente de hidrólise (que está em meio aquoso). A polpa é um material já modificado (a madeira

passou por um processo químico para a obtenção da polpa), deslignificado e com certa porcentagem de hemiceluloses (que hidrolisam com mais facilidade). Assim, o valor de 36 % de conversão deve-se, também, às hemiceluloses presentes no material. Já o bagaço de cana-de-açúcar, apesar de ter hemiceluloses (facilmente hidrolisáveis), possui também a lignina, que deixa a fibra mais impermeável. Dessa forma, pode-se observar uma menor disponibilidade das cadeias de açúcares no bagaço de cana-de-açúcar, sendo mais difícil a obtenção de monossacarídeos a partir da forma bruta da biomassa.

A Figura 3 mostra os dados de %ART obtidos das reações de hidrólise dos materiais pré-tratados e não pré-tratados.

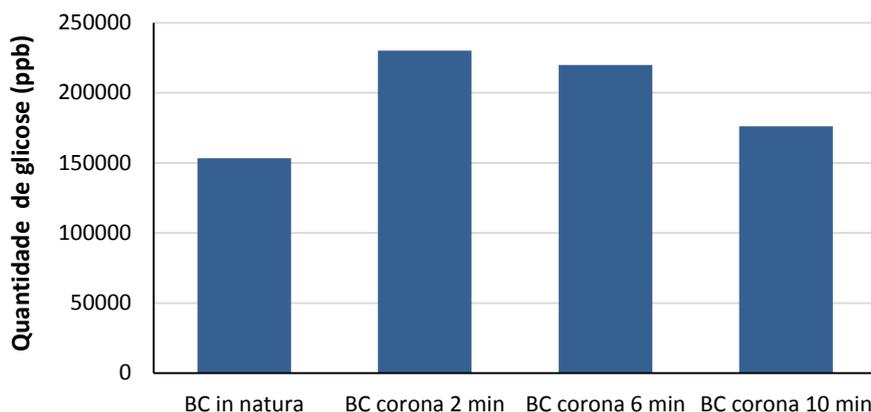


**Figura 3.** %ART (açúcares redutores totais) obtidos após reação de hidrólise (0,1 g amostra, 7 mL de HCl 0,1% (v/v), 170°C, 60 min) das amostras pré-tratadas ou não

Observa-se que para CMC e PC o PT-C não influenciou na %ART obtidas, mesmo nos diferentes tempos de exposição. Já para BC observa-se uma leve diminuição da %ART obtida com o aumento do tempo de exposição.

Dentre os açúcares redutores totais a glicose é a de maior interesse quando o

objetivo é a produção de etanol de segunda geração. Como houve alteração na conversão em %ART para o BC após o tratamento corona, análises cromatográficas foram realizadas para verificar a influência do PT-C na obtenção de glicose especificamente. A Figura 4 apresenta os resultados da quantidade de glicose no hidrolisado.



**Figura 4.** Quantidade de glicose analisada por HPLC

Apesar da leve diminuição da conversão em ART nas amostras de BC pré-tratadas (com o aumento do tempo de exposição), houve um aumento na produção de glicose. O tratamento corona provoca modificações nas fibras do bagaço de cana-de-açúcar, privilegiando a conversão em glicose. Porém, o aumento do tempo de exposição da descarga elétrica na amostra não melhorou os resultados, sendo que o maior valor de glicose foi encontrado na amostra pré-tratada por 2 min (menor tempo de exposição).

#### 4. Conclusão

As análises das amostras antes e após o pré-tratamento corona mostram que o índice de cristalinidade não se alterou significativamente para a CMC e alterou pouco para PC e BC, diminuindo esse índice com o aumento do tempo de exposição ao corona. O tratamento não causou alterações na acidez superficial dos materiais utilizados nesse trabalho.

Nas análises de adsorção de corantes o PT-C causou alterações apenas na adsorção de azul de metileno pelo BC, diminuindo a capacidade adsorptiva com o aumento do tempo de exposição.

Nas reações de hidrólise ácida o pré-tratamento causou diminuição na conversão

em açúcares redutores totais apenas para o BC, porém a produção de glicose foi favorecida pelo PT-C com exposição de 2 minutos. Dessa maneira conclui-se que o PT-C causa maiores modificações na superfície do material lignocelulósico bruto como bagaço de cana-de-açúcar, que contém, além de celulose, hemiceluloses e lignina. Já o material constituído basicamente de celulose (celulose micro cristalina e na polpa celulósica) não sofre modificações significativas.

#### Agradecimentos

À Universidade Federal de Lavras, Departamento de Química, à Central de Análises e Prospecção Química pela infraestrutura, ao Laboratório de Biotecnologia Vegetal pelo auxílio nas análises cromatográficas e à CAPES pelo apoio financeiro.

#### Referências Bibliográficas

- <sup>1</sup> Ghaffar, S. H.; Fan, M. Differential behaviour of nodes and internodes of wheat straw with various pre-treatments. *Biomass and Bioenergy* **2015**, *83*, 373. [CrossRef]
- <sup>2</sup> Silva, R. L. da ;; Silva, A. M. P. da Bioenergia da Biomassa Residual: Potencial Energético

- da Combustão da Casca de Arroz em Dourados-MS e Região Robson. *Revista Brasileira de Energias Renováveis* **2016**, *5*, 91. [[CrossRef](#)]
- <sup>3</sup> Souza, V. H. A.; Santos, L. T. dos; Pagel, U. R.; Scarpati, C. D. B. L.; Campos, A. F. Aspectos sustentáveis da biomassa como recurso energético. *Revista Augustus* **2016**, *20*, 105. [[CrossRef](#)]
- <sup>4</sup> Wyman, C. E.; Yang, B. Cellulosic biomass could help meet California's transportation fuel needs. *California Agriculture* **2009**, *63*, 185. [[CrossRef](#)]
- <sup>5</sup> Loow, Y. L.; Wu, T. Y.; Jahim, J. M.; Mohammad, A. W.; Teoh, W. H. Typical conversion of lignocellulosic biomass into reducing sugars using dilute acid hydrolysis and alkaline pretreatment. *Cellulose* **2016**, *23*, 1491. [[CrossRef](#)]
- <sup>6</sup> Amorim, H. V.; Lopes, M. L.; Oliveira, J. V. de C.; Buckeridge, M. S.; Goldman, G. H. Scientific challenges of bioethanol production in Brazil. *Applied Microbiology and Biotechnology* **2011**, *91*, 1267. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- <sup>7</sup> Wi, S. G.; Cho, E. J.; Lee, D.-S.; Lee, S. J.; Lee, Y. J.; Bae, H.-J. Lignocellulose conversion for biofuel: a new pretreatment greatly improves downstream biocatalytic hydrolysis of various lignocellulosic materials. *Biotechnology for Biofuels* **2015**, *8*, 228. [[CrossRef](#)] [[PubMed](#)]
- <sup>8</sup> Demirbas, A. Competitive liquid biofuels from biomass. *Applied Energy* **2011**, *88*, 17. [[CrossRef](#)]
- <sup>9</sup> Wang, X.; Zhao, Y.; Li, W.; Wang, H. Effect of surface modifications on the thermal and moisture behavior of wool fabric. *Applied Surface Science* **2015**, *342*, 101. [[CrossRef](#)]
- <sup>10</sup> Park, M.; Kim, H.-Y.; Jin, F.-L.; Lee, S.-Y.; Choi, H.-S.; Park, S.-J. Combined effect of corona discharge and enzymatic treatment on the mechanical and surface properties of wool. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* **2014**, *20*, 179. [[CrossRef](#)]
- <sup>11</sup> Bahramian, N.; Atai, M.; Naimi-Jamal, M. R. Ultra-high-molecular-weight polyethylene fiber reinforced dental composites: Effect of fiber surface treatment on mechanical properties of the composites. *Dental Materials* **2015**, *31*, 1022. [[CrossRef](#)]
- <sup>12</sup> Mittal, K. L.; Pizzi, A.; *Adhesion Promotion Techniques: Technological Applications*, Illustrated Marcel Dekkes, Inc.: New York, 1999.
- <sup>13</sup> Segal, L.; Creely, J. J.; Martin, A. E.; Conrad, C. M. An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer. *Textile Research Journal* **1959**, *29*, 786. [[CrossRef](#)]
- <sup>14</sup> Miller, G. L. Use of Dinitrosalicylic Acid Reagent for Determination of Reducing Sugar. *Analytical Chemistry* **1959**, *31*, 426. [[CrossRef](#)]
- <sup>15</sup> Gouveia, E. R.; Nascimento, R. T. Do; Souto-Maior, A. M.; De Rocha, G. J. M. Validación de metodologia para caracterização química de bagazo de cana-de-açúcar. *Química Nova* **2009**, *32*, 1500. [[CrossRef](#)]