

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALAGOAS
UNIDADE ACADÊMICA CENTRO DE TECNOLOGIA
CURSO DE ENGENHARIA QUÍMICA**

VICTÓRIA MAYUMI TORIGOE

**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCRISTAIS DE CELULOSE
EXTRAÍDOS DA MACROALGA *PADINA* SP. PARA PRODUÇÃO DE FILME
FLEXÍVEL**

Maceió
2024

VICTÓRIA MAYUMI TORIGOE

**OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCRISTAIS DE CELULOSE
EXTRAÍDOS DA MACROALGA *PADINA* SP. PARA PRODUÇÃO DE FILME
FLEXÍVEL**

Plano de Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Engenharia Química da Universidade Federal de Alagoas como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química.

Orientadora: Profa. Dra. Renata Maria Rosas Garcia Almeida.

Coorientadora: Profa. Dra. Rosana Reis de Lima Araújo

Maceió
2024

Catálogo na fonte
Universidade Federal de Alagoas
Biblioteca Central
Divisão de Tratamento Técnico

Bibliotecária: Helena Cristina Pimentel do Vale – CRB4 –661

T683a Torigoe, Victória Mayumi.
Obtenção e caracterização de nanocristais de celulose extraídos da macroalga *Padina* sp. para produção de filme flexível / Victória Mayumi Torigoe. - 2025.
52 f : il.

Orientadora: Renata Maria Rosas Garcia Almeida.

Coorientadora: Rosana Reis de Lima Araújo.

Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso em Engenharia Química) – Universidade Federal de Alagoa, Centro de Tecnologia. Maceió, 2024.

Bibliografia: f. 44-52.

1. *Padina* sp. (Macralga). 2. Filme biodegradável. 3. Amido. 4. Nanobiocompósitos.
I. Título.

CDU: 66.08

Folha de Aprovação

VICTÓRIA MAYUMI TORIGOE

Obtenção e caracterização de nanocristais de celulose extraídos da *Padina* sp. para produção de filme flexível

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Engenharia Química da Universidade Federal de Alagoas como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química.

Banca Examinadora:



Documento assinado digitalmente
RENATA MARIA ROSAS GARCIA ALMEIDA
Data: 04/12/2024 11:00:34-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Orientadora: Profa. Dra. Renata Maria Rosas Garcia Almeida
(Universidade Federal de Alagoas)



Documento assinado digitalmente
ROSANA REIS DE LIMA ARAUJO
Data: 06/12/2024 05:46:47-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Coorientadora: Profa. Dra. Rosana Reis de Lima Araújo
(Universidade Federal de Alagoas)



Documento assinado digitalmente
MARITZA MONTOYA URBINA
Data: 05/12/2024 18:35:22-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Profa. Dra. Maritza Montoya Urbina
(Universidade Federal de Alagoas)



Documento assinado digitalmente
RODOLFO JUNQUEIRA BRANDAO
Data: 05/12/2024 17:37:37-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Rodolfo Junqueira Brandão
(Universidade Federal de Alagoas)

RESUMO

O plástico, embora versátil e de baixo custo, gera graves impactos ambientais devido à sua lenta degradação e descarte inadequado. Filmes biodegradáveis, feitos de biopolímeros como amido de milho e fécula de mandioca, surgem como alternativa sustentável, especialmente quando reforçados com nanocristais de celulose (NCCs), que melhoram suas propriedades mecânicas e térmicas. Esse trabalho teve como objetivo principal estudar o efeito dos NCCs extraídos da macroalga *Padina* sp., obtido a partir do pré-tratamento combinado (alcalino e branqueamento) da biomassa, seguido por hidrólise ácida, em filmes biodegradáveis. Após a hidrólise, a suspensão de NCCs foi caracterizada por Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Espalhamento Dinâmico da Luz (DLS), potencial zeta, Difração de Raios X (DRX) e Análise Termogravimétrica (TGA). Os resultados mais relevantes indicaram que o tratamento combinado da macroalga *Padina* sp. apresentou espectros de FTIR com redução nos picos típicos de lignina e hemicelulose, além de um aumento na intensidade dos picos relacionados à celulose. Observou-se também uma diminuição na intensidade do pico associado à absorção de água, sugerindo que a redução do número de hidroxilas livres está relacionada à dissolução de regiões amorfas. O potencial zeta indicou uma suspensão de -60,8 mV. A análise de DRX indicou que o pré-tratamento não alterou a estrutura da celulose nativa para a forma celulose tipo II. No entanto, o índice de cristalinidade (I_c) foi de 87,46%. A análise termogravimétrica revelou que o tratamento combinado causou uma redução na estabilidade térmica da biomassa, o que pode ser atribuído à substituição dos grupos hidroxilas por grupos sulfato durante o processo de hidrólise. Por fim, os resultados do DLS mostraram tamanhos de partículas variando de 164 a 300 nm. Os NCCs foram incorporados aos filmes flexíveis para estudar a eficiência dos nanobiocompósitos em diferentes concentrações. Então, os filmes foram caracterizados por características físicas, transparência, alongação e por FTIR. Os resultados mostraram que os NCCs melhoram a barreira à água e a cristalinidade dos filmes, mas reduzem transparência e alongação, com maior compatibilidade nos filmes de mandioca. A análise FTIR evidenciou melhor organização das cadeias poliméricas nos filmes com NCCs, destacando seu potencial como aditivos eficazes para nanobiocompósitos.

Palavras-Chave: *Padina* sp., filme biodegradável, amido, nanobiocompósitos.

ABSTRACT

Plastics, although versatile and low-cost, generate serious environmental impacts due to their slow degradation and improper disposal. Biodegradable films made from biopolymers such as corn starch and cassava starch are emerging as a sustainable alternative, especially when reinforced with cellulose nanocrystals (CNCs), which improve their mechanical and thermal properties. The main objective of this work was to study the effect of CNCs extracted from the macroalga *Padina* sp., obtained from the combined pre-treatment (alkaline and bleaching) of biomass, followed by acid hydrolysis, on biodegradable films. After hydrolysis, the CNCs suspension was characterized by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Dynamic Light Scattering (DLS), zeta potential, X-ray Diffraction (XRD) and Thermogravimetric Analysis (TGA). The most relevant results indicated that the combined treatment of the macroalga *Padina* sp. showed FTIR spectra with a reduction in the typical lignin and hemicellulose peaks, as well as an increase in the intensity of the peaks related to cellulose. There was also a decrease in the intensity of the peak associated with water absorption, suggesting that the reduction in the number of free hydroxyls is related to the dissolution of amorphous regions. The zeta potential indicated a suspension of -60.8 mV. XRD analysis indicated that pre-treatment did not alter the structure of native cellulose to the type II cellulose form. However, the crystallinity index (I_c) was 87.46%. Thermogravimetric analysis revealed that the combined treatment caused a reduction in the thermal stability of the biomass, which can be attributed to the replacement of hydroxyl groups by sulphate groups during the hydrolysis process. Finally, the DLS results showed particle sizes ranging from 164 to 300 nm. The CNCs were incorporated into the flexible films to study the efficiency of the nanobiocomposites at different concentrations. The films were then characterized by physical characteristics, transparency, elongation and FTIR. The results showed that CNCs improve the water barrier and crystallinity of the films, but reduce transparency and elongation, with greater compatibility in cassava films. FTIR analysis showed better organization of the polymer chains in the films with CNCs, highlighting their potential as effective additives for nanobiocomposites.

Keywords: *Padina* sp., biodegradable film, starch, nanobiocomposites.

AGRADECIMENTOS

Chegar até aqui é o reflexo do apoio e carinho de muitas pessoas e instituições que, ao longo dessa jornada, estiveram ao meu lado, contribuindo para minha formação e para o sucesso deste trabalho.

Primeiramente, sou imensamente grata à Universidade Federal de Alagoas (UFAL), por me proporcionar uma formação acadêmica rica e desafiadora. Aos professores, que com dedicação e excelência, me ensinaram e me inspiraram a sempre buscar mais, e aos funcionários, cuja ajuda foi essencial para o bom andamento de todas as etapas dessa trajetória.

A minha mãe e ao meu pai, por todo o amor, compreensão e incentivo. Vocês foram meu alicerce, sempre acreditando em mim e me impulsionando a seguir em frente.

Aos meus amigos de graduação, que tornaram cada passo dessa caminhada mais leve e prazeroso: Iarisa, Marcus Vinicius, Erick, Leon, Eduardo, Thiago, Clarisse, Laura, Kidli Mário e Lucas. Cada um de vocês fez a diferença na minha trajetória, e a amizade de todos será sempre um marco desta fase da minha vida.

De forma especial, agradeço à minha amiga Iarisa, pela amizade sincera e pelo apoio constante, que sempre me motivou a seguir em frente, especialmente nos momentos de desafio. Sua presença foi essencial para que eu chegasse até aqui.

À minha orientadora, Renata Garcia, sou profundamente grata pela orientação impecável, pela paciência e pela confiança em meu trabalho. Seu olhar atento e suas orientações foram fundamentais para o desenvolvimento deste projeto. A coorientadora, Rosana Reis, também merece um agradecimento especial por sua valiosa contribuição e pelo compromisso com a qualidade da pesquisa.

Por fim, agradeço à minha banca de defesa, por suas análises enriquecedoras e pela oportunidade de aprimorar ainda mais o meu trabalho com suas considerações e sugestões.

A todos que me apoiaram, o meu sincero e profundo agradecimento. Este trabalho é o reflexo de um esforço coletivo, e sou grata a cada um de vocês por fazer parte dessa conquista.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1** - Representação esquemática da celulose e nanocristais de celulose.
- Figura 2** - Representação esquemática de processos de extração de nanocelulose.
- Figura 3** – Classificação das macroalgas (A) Alga vermelha; (B) Alga marrom; (C) Alga verde.
- Figura 4** - Macroalga marrom do gênero *Padina* sp.
- Figura 5** - Alfajor embalada no filme biodegradável de fécula de mandioca (*Manihot esculenta*) reforçado com nanocelulose extraída de resíduo de pupunha (*Bactris gasipaes Kunth*).
- Figura 6** – Fluxograma da caracterização química da biomassa.
- Figura 7** – Fluxograma da caracterização da biomassa pré-tratada.
- Figura 8** - Fluxograma da obtenção dos nanocristais.
- Figura 9** – Fluxograma do pré-tratamento da macroalga *Padina* sp.
- Figura 10** – Fluxograma de produção do filme biodegradável.
- Figura 11** – (a) FTIR da biomassa *Padina* sp. pré-tratada e (b) zoom na região 1900 – 500 cm⁻¹.
- Figura 12** - Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para a amostra da macroalga *Padina* sp.: (a) *Padina* sp. *in natura* e (b) *Padina* sp. após tratamento combinado, com aumento 500x.
- Figura 13** - (a) FTIR dos nanocristais de celulose em comparação com a biomassa *Padina* sp. pré-tratada e (b) zoom na região 1900 – 500 cm⁻¹.
- Figura 14** - Análise Termogravimétrica (TGA) da *Padina* sp *in natura* x nanocristais de celulose (NCCs).
- Figura 15** - Difractograma da *Padina* sp. hidrolisada.
- Figura 16** - Transparência dos filmes de amido de milho (a) controle (b) 12g de NCC (c) 16g de NCC.
- Figura 17** - Transparência dos filmes de amido de mandioca (a) controle (b) 12g de NCC (c) 16g de NCC.
- Figura 18** - (a) FTIR das formulações dos filmes de amido de milho e (b) zoom na região 1850 – 700 cm⁻¹.
- Figura 19** - (a) FTIR das formulações dos filmes de amido de mandioca e (b) zoom na região 1850 – 700 cm⁻¹.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Caracterização química da biomassa *Padina* sp. *in natura* e comparação com outros estudos.

Tabela 2 – Potencial zeta dos nanocristais das suspensões de celulose da *Padina* sp. e comparação com outros estudos.

Tabela 3 – Caracterização dos filmes após 7 dias em dessecador com umidade controlada: Umidade (U) e Solubilidade (S).

Tabela 4 – Percentual de transparência do filme de amido de milho e do amido de mandioca.

Tabela 5 – Elasticidade (ϵ) do filme de amido de milho e do amido de mandioca.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	4
2	OBJETIVOS	6
2.1	Geral	6
2.2	Específicos	6
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	7
3.1	Celulose	7
3.2	Nanocelulose	7
3.3	Formas de obtenção	8
3.4	Macroalga	9
3.4.1	<i>Padina</i> sp.	10
3.5	Amido	11
3.6	Aplicação – embalagens plásticas e biodegradáveis	11
3.7	Formas de obtenção	12
4	METODOLOGIA	14
4.1	Caracterização química da biomassa	14
4.1.1	Determinação do teor de extrativos	15
4.1.2	Determinação do teor de cinzas	15
4.1.3	Determinação do teor de umidade	16
4.1.4	Determinação do teor de lignina insolúvel	16
4.1.5	Determinação do teor de proteína	17
4.1.6	Determinação de holocelulose	18
4.1.7	Determinação teor de alfacelulose	19
4.2	Caracterização da biomassa pré-tratada	20
4.2.1	Análise de Espectroscopia da Região do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	20
4.2.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	21
4.3	Obtenção dos nanocristais	21
4.3.1	Mercerização combinado com branqueamento	22
4.3.2	Hidrólise ácida	23
4.4	Caracterização dos nanocristais	23
4.4.1	Análise de Espectroscopia da Região do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	24
4.4.2	Análise Termogravimétrica (TGA)	24
4.4.3	Potencial Zeta	24

4.4.4	Espalhamento Dinâmico da Luz (DLS).....	24
4.4.5	Difração de raio X (DRX)	25
4.5	Obtenção do filme	25
4.6	Caracterização do filme	26
4.6.1	Aspecto visual.....	26
4.6.2	Transparência	27
4.6.3	Elasticidade	27
4.6.4	Espectroscopia Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	28
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	29
5.1	Caracterização química da biomassa	29
5.2	Caracterização da biomassa pré-tratada	30
5.2.1	Espectroscopia Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	30
5.2.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	31
5.3	Caracterização dos nanocristais.....	32
5.3.1	Espectroscopia Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	32
5.3.2	Análise Termogravimétrica (TGA).....	33
5.3.3	Potencial Zeta.....	34
5.3.4	Espalhamento Dinâmico da Luz (DLS).....	35
5.3.5	Difração de raio X (DRX)	35
5.4	Caracterização física do filme	37
5.4.1	Transparência	38
5.4.2	Elasticidade	39
5.4.3	Espectroscopia Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	41
6	Conclusão	43
	REFERÊNCIAS	44

1 INTRODUÇÃO

O plástico tornou-se um aliado da vida moderna, pois devido ao seu peso leve, ótimas propriedades mecânicas (rigidez, dureza e tenacidade) e seu custo baixo ele está em todos os lugares. No entanto, essa ubiquidade tem gerado grandes preocupações para os ambientalistas, especialmente em relação aos produtos de uso único, como copos e talheres descartáveis, embalagens, sacolas e canudos (Vasconcelos, 2019). A preocupação se intensifica devido ao descarte inadequado desses materiais, que causa sérios impactos negativos à vida marinha e terrestre.

Segundo World Wildlife Fund (WWF, 2019), o Brasil é o quarto maior produtor de lixo plástico no mundo, gerando 11,3 milhões de toneladas, das quais apenas 1,28% são efetivamente recicladas. Um estudo baseado nos dados do Banco Mundial revela que o Brasil produz, em média 1kg de lixo plástico por habitante a cada semana. Além disso, informações da Associação Brasileira da Indústria de Plástico (ABIPLAST, 2022) indicam que a indústria de alimentos é responsável por uma parcela significativa, aproximadamente 21,9%, em valor, de plástico consumido. Esse dado ressalta o papel importante do setor na geração de resíduos plásticos, muitos dos quais não são devidamente reciclados.

A partir desse cenário, a produção de plásticos biodegradáveis apresenta-se como solução, pois é um substituto que não se acumula na natureza e pode ter sua decomposição realizada por microrganismos existentes no meio ambiente. Assim, tendo como destaque os biopolímeros, como por exemplo, o amido (Castro, 2002).

O amido é um material de baixo custo, que pode ser encontrado em tubérculos, raízes e cereais, ou seja, ele é derivado de fonte renováveis e sua biodegradação recicla o CO₂ atmosférico retido por sua fonte originária. Todos os tipos de amido possuem amilose e amilopectina, mas sua proporção varia de acordo com a fonte de onde o amido foi retirado (Gross, 2002). O biopolímero produzido a partir do amido deve ser feito com a aplicação de plastificantes como o glicerol, sendo capaz de mudar a estrutura do plástico e proporcionar uma maior resistência a água (Cheng *et al.*, 2021), e nanobiocompósitos, como a nanocelulose (NC), assim melhorando suas propriedades mecânica, térmicas, de barreira ao vapor d'água e ópticas (Machado *et al.*, 2012).

As algas marinhas são promissoras como fontes de celulose em comparação com as plantas terrestres, pois a celulose das plantas terrestres contém maiores teores de lignina, o que encarece o processamento. Em contraste, a maioria das espécies de algas marinhas possui baixo

teor de lignina, resultando em frações de celulose com menores teores de impurezas (Trivedi *et al.*, 2013). A partir dessa biomassa, a NC pode ser isolada de forma eficiente e econômica, através da alcalinização, branqueamento e hidrólise ácida (Chen *et al.*, 2016).

A celulose é um dos polímeros naturais mais abundantes do planeta e o principal componente da parede celular das plantas (Samir, Alloin e Dufresne, 2019; Zhu *et al.*, 2023), dessa maneira fornecendo resistência mecânica e térmica a sua fonte originária. Assim, quando reduzida em uma escala nanométrica, pode ser incorporada aos plásticos biodegradáveis. Então, os nanocristais de celulose (NCCs) podem ser usados como reforços nos nanocompósitos poliméricos, melhorando suas propriedades mecânicas e de barreira (Perumal *et al.*, 2022). Diversos materiais têm sido explorados para a obtenção de nanocristais de celulose a partir da celulose, incluindo as macroalgas marinhas. Os NCCs obtidos a partir algas marinhas em comparação aos NCCs de fontes tradicionais, são mais acessíveis em relação a sua maior cristalinidade e uma melhor estabilidade térmica (Doh, Lee e Whiteside, 2020).

Com o intuito de desenvolver um biopolímero com reforço de NCCs, este trabalho tem como objetivo principal estudar o efeito dos NCCs, extraídos da macroalga *Padina* sp., aplicados em filmes biodegradáveis. Para isso, foi realizado a caracterização da biomassa utilizada para obtenção dos NCCs via hidrólise ácida. Em seguida, os filmes produzidos foram caracterizados e suas propriedades mecânicas avaliadas. Esses filmes podem ser aplicados como embalagens na indústria alimentícia, podendo ser uma opção mais ecológica ao invés dos plásticos comuns.

2 OBJETIVOS

2.1 Geral

Estudar o efeito dos nanocristais de celulose em filmes biodegradáveis.

2.2 Específicos

- Caracterização da biomassa utilizada para extração da nanocelulose;
- Obtenção dos nanocristais de celulose via hidrólise ácida;
- Produção de filme biodegradável utilizando amido de milho e fécula de mandioca;
- Incorporação de nanocristais de celulose nos biofilmes produzidos;
- Realização da caracterização morfológica e mecânica do filme biodegradável obtido.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

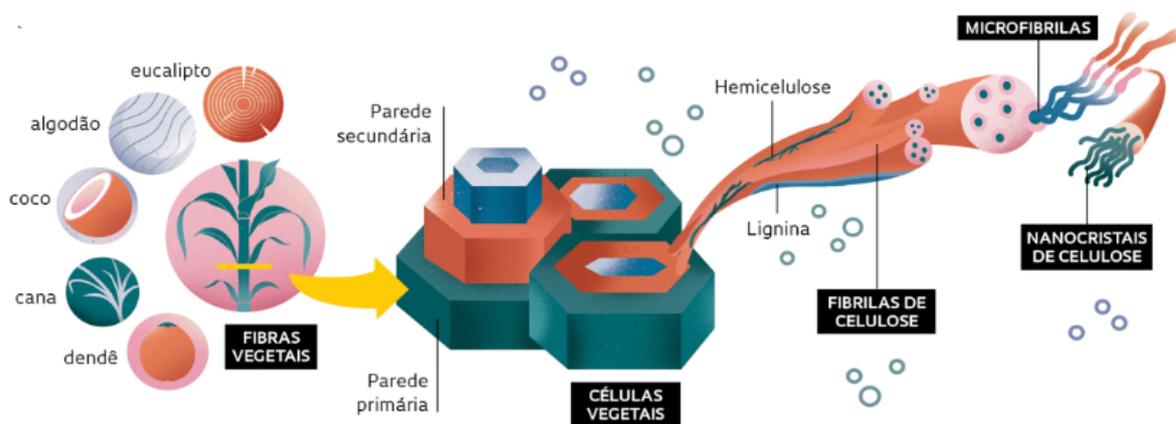
3.1 Celulose

A celulose é um dos polímeros naturais mais abundantes do planeta e o principal componente da parede celular das plantas (Samir, Alloin e Dufresne, 2019; Zhu *et al.*, 2023), sendo uma substância fibrosa, resistente e insolúvel em água que desempenha um papel fundamental na sustentação das paredes celulares das plantas (Habibi, Lucia e Rojas, 2010).

Proveniente de fontes sustentáveis, a celulose pode ser extraída de diversas fontes como algas marinhas (Chen *et al.*, 2016; Doh, Lee e Whiteside, 2020; Zaki *et al.*, 2021), casca da batata doce roxa (Zhu *et al.*, 2023), e da casca de arroz (Johar, Ahmad e Dufresne, 2012). Esse biopolímero tem o potencial de substituir parcial ou totalmente os plásticos sintéticos. Além disso, é biodegradável, não tóxica, tem baixo custo de fabricação e é renovável (Bras *et al.*, 2010; Bhutiya *et al.*, 2018).

Devido a suas características, a celulose tem sido reduzida para escala nanométrica (Figura 1), assim se obtendo os nanocristais de celulose (NCCs) por meio de hidrólise ácida (Chen *et al.*, 2016). Os NCCs permitem o reforço de biopolímeros, melhorando significativamente suas propriedades térmicas e mecânicas. Isso resulta em materiais com maior resistência ao calor e à deformação, além de aumentar a durabilidade e a eficiência em diversas aplicações industriais (Perumal *et al.*, 2022).

Figura 1 - Representação esquemática da Celulose e nanocristais de celulose.



Fonte: Autor, 2024.

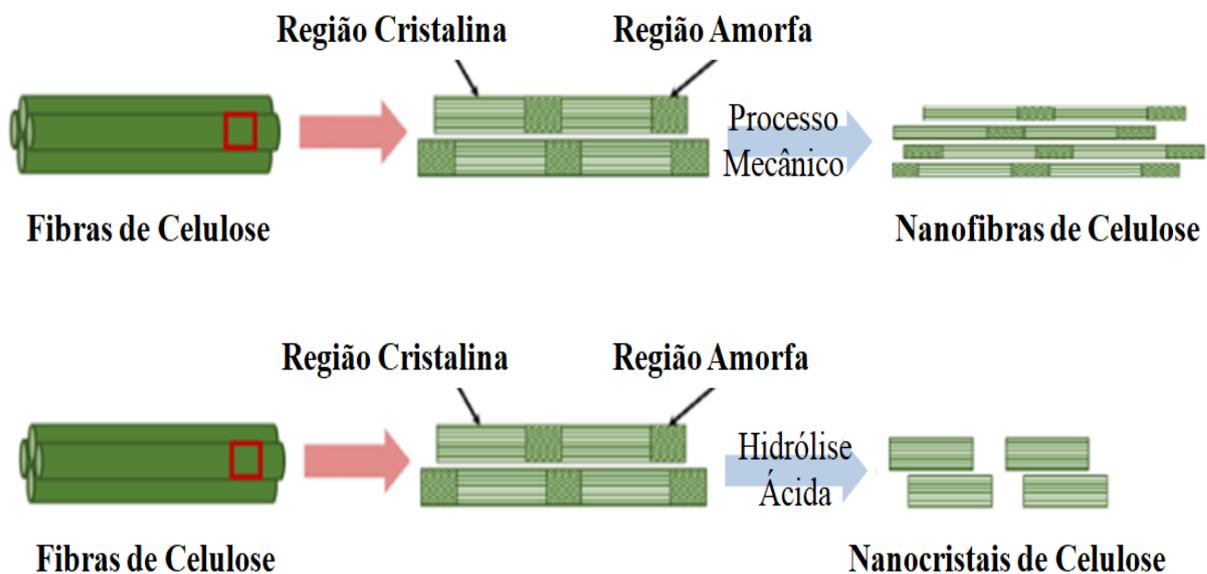
3.2 Nanocelulose

A nanocelulose (Figura 2) é uma fibra natural extraída da celulose, com diâmetro geralmente abaixo de 100nm e comprimento de vários micrômetros. É uma nanofibra

biodegradável, leve e com baixa densidade, destacando-se por sua resistência excepcional (Dufresne, 2013; Shojaeiarani, Bajwa e Chanda, 2021). Possui rigidez de superior à do Kevlar, resistência à tração maior que a do ferro fundido (Moon *et al*, 2011).

A partir da nanocelulose, pode se obter diferentes formas: nanofibras de celulose (NFCs), nanocristais (NCCs) de celulose e nanocelulose bacteriana (Shojaeiarani, Bajwa e Chanda, 2021). Estes tipos de NC podem ser obtidas por *top-down* ou *bottom-up* (Phanthong *et al*, 2018).

Figura 2 - Representação esquemática de processos de extração de nanocelulose.



Fonte: Adpatado de Phanthong *et al.*, 2018.

Os NCCs, é uma forma altamente resistente de nanocelulose extraída de NFCs por hidrólise ácida (Chen *et al*, 2016). Tem formato de bastões curtos ou *whiskers*, com diâmetro de 2–20nm e comprimento de 100–500nm, e mantém 100% da composição química da celulose, com cristalinidade elevada de 54-88% (Moon *et al*, 2011). Então, os nanocristais de celulose (NCCs) podem ser usados como reforços nos nanocompósitos poliméricos, melhorando suas propriedades mecânicas e de barreira (Perumal *et al.*, 2022).

3.3 Formas de obtenção

A obtenção de NCCs a partir de matérias primas celulósicas envolve várias etapas, começando com o pré-tratamento da matéria-prima, passando pela hidrólise e, por fim, podendo incluir a filtração da suspensão de nanocelulose resultante (Chen *et al*, 2016).

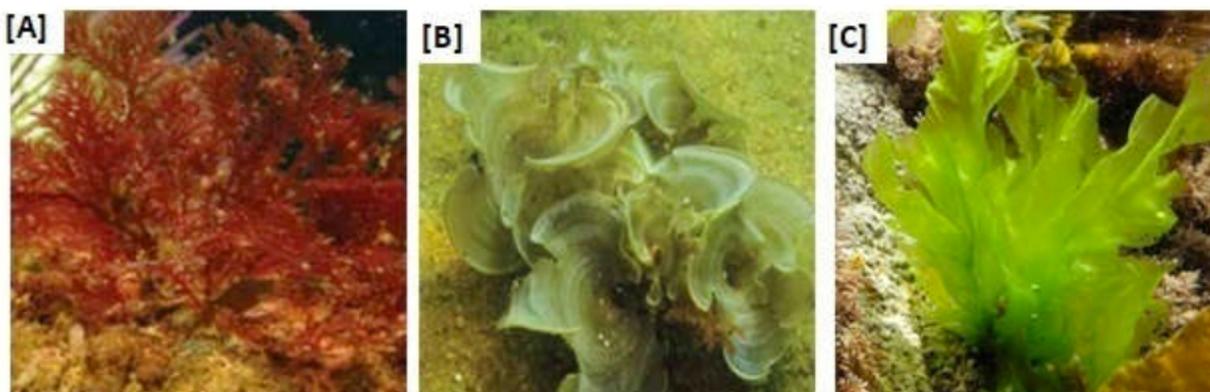
A hidrólise ácida é a técnica mais eficaz para despolimerizar a celulose e convertê-la em nanocelulose. Neste processo, as fibras de celulose são tratadas com ácidos fortes, como sulfúrico (H_2SO_4), clorídrico (HCl) e fosfórico (H_3PO_4), para quebrar a cadeia polimérica em segmentos menores. Sob condições controladas, os domínios amorfos são hidrolisados pelos íons hidrônio (H_3O^+), enquanto os segmentos cristalinos permanecem inalterados. A nanocelulose altamente cristalina é tradicionalmente obtida por esse método (Chen *et al*, 2016).

A combinação de alcalinização, branqueamento e hidrólise ácida é eficaz para obter nanocelulose de biomassa terrestre. Essa mesma abordagem pode ser aplicada à biomassa marinha para produzir nanocelulose de alta cristalinidade (Ching e Ng, 2014; Moriana, Vilaplana e Ek, 2016; Chen *et al*, 2016).

3.4 Macroalga

As macroalgas marinhas são organismos fotossintetizantes diversificados e essenciais, encontrados nas áreas costeiras. Dividem-se em três grupos por pigmentação: Chlorophyta (verde), Ochrophyta (marrom) e Rhodophyta (vermelho) (Figura 3). Seus pigmentos permitem a absorção de luz necessária para a fotossíntese em diferentes profundidades (Carneiro e Marinho-Soriano, 2021; Beetul *et al*, 2016).

Figura 3 - Classificação das macroalgas (A) Alga vermelha; (B) Alga marrom; (C) Alga verde.



Fonte: Adaptado de Central Nuclear Almirante Álvaro Alberto, 2015.

Na região litorânea, as zonas entremarés e sublitoral influenciam a distribuição das algas, que varia conforme as condições ambientais. A zonação litorânea divide-se em supralitoral, mesolitoral e infralitoral, cada uma com características específicas que determinam a presença das espécies, sendo a luz e a exposição os principais fatores (Carneiro e Marinho-Soriano, 2021).

Essas algas apresentam uma grande variedade de formas e tamanhos, desde alguns centímetros até vários metros, como os kelps em águas frias. Elas podem ser simples, como

filamentos ou incrustações, ou mais complexas, com estruturas como apressórios e flutuadores, embora não tenham sistema vascular. Suas formas incluem estruturas eretas, inclinadas ou rastejantes, com até 20cm de comprimento, e suas ramificações podem ser alternadas, opostas, ramificadas ou verticiladas (Carneiro e Marinho-Soriano, 2021).

3.4.1 *Padina* sp.

A macroalga *Padina* sp (Figura 4), da classe Phaeophyceae e família Dictyotaceae, é comum em águas tropicais e subtropicais, especialmente em recifes rochosos. Seus talos, que podem ser eretos ou rastejantes e fixados por rizóides, chegam a 20 cm de comprimento. Apresentam forma de leque ou lacerada, com bordas arredondadas e cobertos por pelos feofíticos. Os segmentos têm de 1 a 5 cm de largura e são calcificados em uma ou ambas as superfícies (Rushdi *et al*, 2021).

Essas algas se desenvolvem em diversos habitats, como fragmentos de conchas, planícies de maré, rochas e recifes rochosos. Embora sejam mais comuns na zona tropical do Brasil, algumas espécies também se distribuem ao longo da costa, desde o Rio Grande do Sul até o Maranhão, abrangendo também Fernando de Noronha (Nunes e Paula, 2000).

Figura 4 - Macroalga marrom do gênero *Padina* sp.



Fonte: Autor, 2024.

A biomassa das espécies do gênero *Padina* possui diversas aplicações, incluindo uso nas indústrias farmacêuticas (Rushdi *et al.*, 2021; Al-Araby *et al.*, 2020), na produção de biocombustíveis líquidos (Ashokkumar *et al*, 2017), remoção de metais pesados (Mohamed *et al*, 2019; Kaewsarn, P. e Yu, Q, 2001), entre outras.

3.5 Amido

O amido é o principal reservatório alimentar das plantas, contribuindo com 70 a 80% das calorias consumidas no mundo. Suas propriedades químicas e físicas são distintas, tornando-o especial entre os carboidratos. Pode ser extraído de sementes de cereais (como milho, trigo e arroz), raízes (como mandioca) e tubérculos. Na natureza, o amido se apresenta na forma de grânulos que são insolúveis e têm baixa solubilidade em água fria (Martins, 2017). É o biopolímero mais abundante após a celulose, destacando-se pela grande produção global e baixo custo. (Farias, 2016).

Todos os tipos de amido possuem amilose e amilopectina, mas sua proporção varia de acordo com a fonte de onde o amido foi retirado (Gross, 2002).

A gelatinização do amido ocorre quando, ao ser aquecido com água, passa de uma estrutura ordenada para uma pasta viscoelástica, com destruição dos grânulos e formação de uma pasta. Quimicamente, os grânulos absorvem água, incham, e a amilose é liberada, resultando em perda de cristalinidade e estrutura. A proporção de amilose e amilopectina, além de suas características, afeta a temperatura de gelatinização, que varia conforme a origem do amido (Araújo, 2021)

3.6 Aplicação – embalagens plásticas e biodegradáveis

Com a escassez global e o aumento dos custos dos alimentos, a segurança alimentar é uma preocupação crescente. Políticas públicas visam garantir produtos seguros para os consumidores (Araújo, 2021). As embalagens são classificadas em três níveis de função. A embalagem primária é aquela que está em contato direto com o produto, responsável por sua proteção e contenção. A embalagem secundária envolve uma ou mais embalagens primárias e garante proteção físico-mecânica durante a distribuição. Por sua vez, a embalagem terciária agrupa diversas embalagens primárias ou secundárias, facilitando o transporte (Jorge, 2013).

As embalagens plásticas são feitas de polímeros sintéticos derivados do petróleo e incluem agentes catalisadores, iniciadores e terminadores de cadeia para a polimerização. Durante sua produção, aditivos são incorporados para melhorar o processamento, aumentar a estabilidade da resina, ajustar a resistência, dureza e controle da tensão superficial (Fabris, Freire e Reyes, 2006).

Embora essenciais para a economia e sociedade, as embalagens têm um impacto ambiental significativo. A gestão de seus resíduos deve priorizar a Redução, Reutilização e

Reciclagem, além de considerar a incineração com recuperação energética e, como último recurso, a disposição em aterros (Jorge, 2013).

A partir desse cenário, a produção de plásticos biodegradáveis (Figura 5) é uma solução, pois é um substituto que não se acumula na natureza e pode ter sua decomposição realizada por microrganismos existentes no meio ambiente (Castro, 2022).

Figura 5 - Alfajor embalado no filme biodegradável de fécula de mandioca (*Manihot esculenta*) reforçado com nanocelulose extraída de resíduo de pupunha (*Bactris gasipaes Kunth*).



Fonte: Martins, 2017.

De acordo com a Norma ASTM D 883, polímeros biodegradáveis são materiais cujas cadeias poliméricas se quebram por agentes biológicos, resultando em fragmentação. Esses materiais podem ser degradados enzimaticamente por organismos vivos, como bactérias e fungos, gerando CO₂, H₂O e biomassa em condições aeróbicas, ou hidrocarbonetos, metano e biomassa em condições anaeróbicas (Farias, 2016).

Os filmes biodegradáveis, feitos de polissacarídeos, proteínas, lipídeos ou suas combinações, são um exemplo de embalagem biodegradável. Esses materiais, com propriedades de barreira e resistência adequadas, podem ser usados para embalar diversos alimentos (Fabra *et al.*, 2009).

3.7 Formas de obtenção

A fabricação de filmes biodegradáveis a partir de biopolímeros pode ser realizada por dois métodos principais: úmido e seco. No método seco, acontece a mistura dos componentes em um sistema com/sem pouca presença de solventes e no método úmido, a macromolécula é primeiro dissolvida em um solvente, formando uma solução formadora de filmes. Essa solução

é então espalhada sobre um suporte e submetida a um processo de secagem, durante o qual o solvente evapora, deixando apenas o filme polimérico (Damodaran; Parkin e Fennema, 2010). Este método é especialmente útil para biopolímeros que são difíceis de processar por métodos convencionais.

Além disso, independentemente do tipo de matriz polimérica utilizada, os filmes biodegradáveis precisam ser combinados com plastificantes (Cheng *et al.*, 2021). Os plastificantes são essenciais para melhorar a flexibilidade e a maleabilidade do filme, evitando que ele se torne quebradiço. Eles atuam reduzindo as interações intermoleculares nas cadeias poliméricas, o que permite maior mobilidade das cadeias e, conseqüentemente, um filme mais flexível e funcional para diversas aplicações (Dangaran, Tomasula e Qi, 2009).

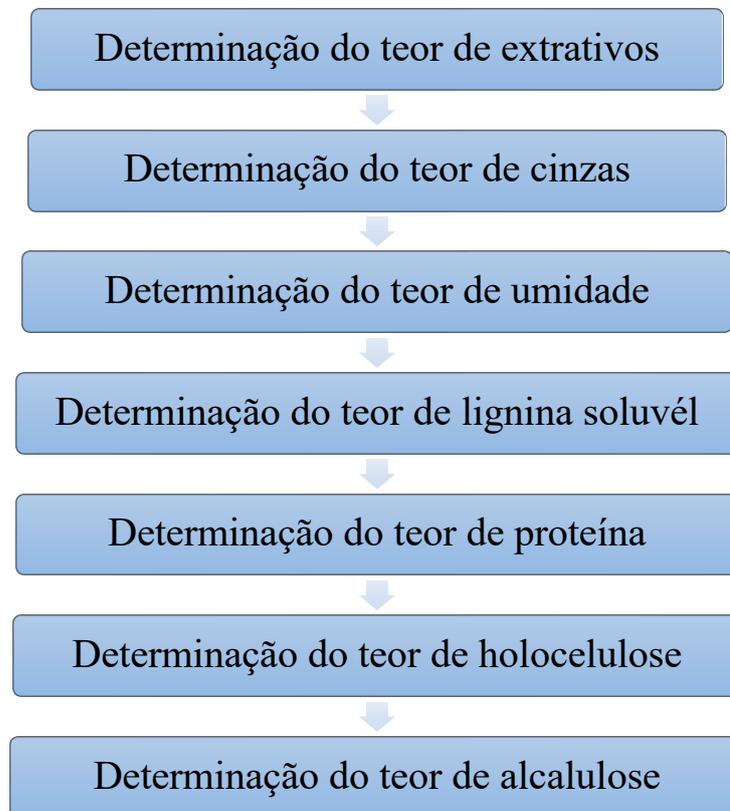
4 METODOLOGIA

4.1 Caracterização química da biomassa

A biomassa *Padina* sp. foi coletada manualmente na praia de Riacho Doce, em Maceió-AL. A coleta foi realizada durante marés de sizígia, períodos em que a diferença entre a maré alta e baixa é máxima, as algas foram armazenadas em sacos plásticos após a coleta e foram levadas para o Laboratório de Tecnologia de Bebidas e Alimentos (LTBA) do Centro de Tecnologia (CTEC) da Universidade Federal de Alagoas (UFAL).

No LTBA, a *Padina* sp. passou por uma limpeza, para retirada de sedimentos e outras macroalgas que poderiam estar presas ao corpo da biomassa. Após esse processo, elas foram lavadas e o excesso de água foi retirado. Em seguida, as amostras foram secas em uma estufa a 50°C por 72 horas. Após a secagem, a biomassa foi triturada em um moinho de facas, utilizando uma malha de Mesh 28. Esses procedimentos foram realizados para poder fazer caracterização química da biomassa (Figura 6), como: determinação do teor de extrativos, cinzas, umidade, lignina solúvel, proteína, holocelulose e alfacelulose.

Figura 6 - Fluxograma da caracterização química da biomassa.



Fonte: Autor, 2024.

4.1.1 Determinação do teor de extrativos

Para determinar o teor de extrativos totais, foram aferidos entre 2 e 5g da amostra de biomassa moída e adicionada em cartucho de papel de filtro ou celulose. Essas amostras foram submetidas ao processo de extração em aparelho Soxhlet, utilizando uma solução de hexano/etanol, solventes orgânicos, em uma proporção de 2:1 em um intervalo de tempo de 7 horas. Essa metodologia foi adaptada da literatura, com base no estudo realizado por Chen *et al.* (2016). A utilização dessa combinação de solventes se mostra necessária para assegurar a remoção eficiente das diversas moléculas presentes nos extrativos, dada a complexidade dessa fração biomolecular.

Após a etapa de extração a amostra foi colocada em estufa e, em seguida, resfriada em dessecador até a temperatura atingir a ambiente, esse procedimento foi repetido até que a massa se tornasse constante. O percentual de extrativos totais foi calculado por meio da Equação 1, obtida a partir metodologia descrita por Chen *et al.* (2016).

$$\%TE = \frac{(MRE - MRRS)}{MA} \cdot 100 \quad (1)$$

Onde: %TE é o teor de extrativos em percentual, MRE é a massa do conjunto recipiente/extrativos, MRRS é a massa do conjunto recipiente/resíduos de solvente e MA é a massa da amostra.

4.1.2 Determinação do teor de cinzas

Para determinar o teor de cinzas presentes em amostras de biomassa *in natura*, as amostras foram colocadas em cadinhos de porcelana, que foram identificados e tarados. Em seguida, os cadinhos com as amostras de 1,5g foram colocados em uma mufla e aquecidos a temperatura de 550°C durante 5 horas. Essa metodologia foi adaptada da literatura, com base no trabalho realizado por Hojo *et al.*, (2008) e Araújo *et al.*, (2006). O percentual de cinzas na amostra foi calculado utilizando a Equação 2 de acordo com a metodologia descrita por Hojo *et al.*, (2008) e Araújo *et al.*, (2006).

$$\%TC = \frac{(MRRA - MR)}{MA} \cdot 100 \quad (2)$$

Onde: %TC é o teor de cinzas em percentual, MRRA é a massa do conjunto recipiente/resíduo de amostra, MR é a massa do recipiente e MA é a massa da amostra.

4.1.3 Determinação do teor de umidade

Para a determinação do teor de umidade, o processo começou com a pesagem de, aproximadamente, 2g da biomassa a ser analisada, em cadinho ou placa de petri, previamente tarados. Em seguida, o cadinho junto da amostra foi transferido para estufa termostaticada, onde foi mantido a uma temperatura de 105°C durante um intervalo de 2 horas. Após esse período na estufa, o conjunto foi retirado e colocado em um dessecador por no mínimo 30 minutos. Após esse tempo, o conjunto teve a massa aferida e foi retornado a estufa por mais 30 minutos. Esse ciclo de resfriamento, pesagem e retorno a estufa foi repetido até obter uma massa constante (TAPPI, 2002). Então, o percentual de umidade foi então calculado com base na perda de massa em relação à amostra inicial, conforme apresentado Equação 3.

$$\%TU = \frac{(MRA - MRAF)}{MA} \cdot 100 \quad (3)$$

Onde: %TU é o teor de umidade em percentual, MRA é a massa do conjunto recipiente/amostra, MRAF é a massa do final do conjunto recipiente/amostra e MA é a massa da amostra.

4.1.4 Determinação do teor de lignina insolúvel

A determinação do teor de lignina nas amostras de biomassa, foi utilizada uma adaptação da metodologia descrita por Gouveia *et al.*, (2006). Primeiramente, realizou a transferência de 2g da amostra moída e livre de extrativos para um béquer de 100mL e, em seguida, adicionou 10mL de ácido sulfúrico 72% (v/v) ao béquer, sob agitação mecânica vigorosa com um bastão de vídeo em um banho termostático a 45°C por 7 minutos. Após esse período, a reação é interrompida adicionando 50mL de água destilada, e a amostra foi transferida para um erlenmeyer de 500mL. Em seguida, são adicionados mais 225mL de água destilada. A solução, com volume total de 275mL, é colocada em uma autoclave por 30 minutos a 121°C para realizar a hidrólise dos oligômeros remanescentes.

Após a autoclave ser despressurizada, os erlenmeyer com a solução foram resfriados até atingir a temperatura ambiente. A mistura resultante foi filtrada, e o material insolúvel presente

no papel de filtro foi lavado com 1500mL de água destilada para remover qualquer resíduo de ácido residual e ajustar do pH próximo à neutralidade. Após a lavagem, o material insolúvel foi seco em estufa à 80°C até alcançar uma massa constante. O percentual de lignina foi calculado por meio da Equação 4 obtida na metodologia descrita por Gouveia *et al.*, (2006).

$$\%TL = \frac{(MFLI - MF)}{MA} \cdot TC\% \quad (4)$$

Onde: %TL é o teor de lignina em percentual, MFLI é a massa de lignina insolúvel mais o filtro, MF é a massa do filtro, MA é a massa da amostra e TC% é o teor de cinzas.

O teor de lignina obtido a partir da equação 4, precisa ser corrigido pois o percentual encontrado é para a amostra de biomassa sem extrativos. Essa correção foi realizada por meio da equação 5 obtida na metodologia descrita por Gouveia *et al.*, (2006), a qual ajusta o percentual de lignina levando em consideração o teor de extrativos presentes na biomassa in natura.

$$\%TLIC = \frac{(100 - TE\%)}{100} \cdot TL\% \quad (5)$$

Onde: %TL é o teor de lignina em percentual, TE% é teor de extrativos e %TLIC é o teor de lignina insolúvel corrigido.

4.1.5 Determinação do teor de proteína

A determinação do teor de proteína nas amostras de biomassa foi realizada utilizando a metodologia descrita pelo IAL (2008). O procedimento consiste em transferir 0,5g da amostra moída para um tubo de Kjeldahl, ao qual são adicionados 2g de mistura catalítica (composta por sulfato de cobre, sulfato de sódio e dióxido de selênio na proporção de 1:100:0,8, respectivamente). Em seguida, são adicionados 10mL de ácido sulfúrico concentrado. Os tubos são então acoplados ao digestor de Kjeldahl e aquecidos gradualmente até a temperatura de 350°C, por um período de 1 a 4 horas, até que a amostra fique incolor ou com uma leve coloração esverdeada.

Após o término do tempo de reação e com a solução reacional à temperatura ambiente, as amostras foram destiladas em um destilador de nitrogênio, onde foi adicionado, nas amostras, solução de hidróxido de sódio a 40%. Logo após, realizou uma titulação na amostra com ácido

clorídrico 0,1N padronizado até o surgimento de uma coloração avermelhada. O percentual de proteínas foi calculado utilizando a Equação 6 obtida da metodologia descrita pelo IAL (2008).

$$\%TPT = \frac{(V_{HCl} \cdot F \cdot N_{HCl} \cdot f_{HCl} \cdot 1,4)}{MA} \quad (6)$$

Onde: N_{HCl} é a normalidade da solução de ácido clorídrico utilizado na titulação, V_{HCl} é o volume gasto na titulação com ácido clorídrico 0,1N, f_{HCl} é o fator de correção da solução de ácido clorídrico 0,1N, F é o fator de correspondência nitrogênio-proteína (valor de F para alimentos em geral é 6,25), MA é a massa da amostra e $\%TPT$ é o teor de proteína total.

4.1.6 Determinação de holocelulose

A metodologia descrita por Moraes, Rosa e Marconcini (2010) foi utilizada para determinar o teor de holocelulose. A análise começou com a pesagem de 3g de biomassa sem extrativos, que foi transferida para um erlenmeyer de 500mL contendo 120mL de água destilada. Em seguida, o conjunto foi colocado em um banho termostático a 70°C, onde foram adicionados ao erlenmeyer 2,5g de clorito de sódio (com pureza mínima de 80%) e 1mL de ácido acético glacial, juntamente com uma barra magnética. O erlenmeyer foi então tampado com um erlenmeyer de 50mL e mantido em capela de exaustão durante todo o processo.

Após 1 hora de reação, adicionaram-se 2,5 g de clorito de sódio e 1mL de ácido acético glacial ao meio reacional. Decorrida mais 1 hora de reação, foram novamente adicionados 2,5 g de clorito de sódio e 1mL de ácido acético glacial, mantendo a solução nas mesmas condições por mais 3 horas. Após esse período, o conjunto (erlenmeyer + amostra) foi colocado em um banho de gelo por 30 minutos. Em seguida, a mistura foi filtrada e lavada até atingir um pH próximo de 7, adicionando-se de 10 a 20mL de acetona, seguida de um enxágue abundante com água destilada.

O material sólido resultante foi então seco em uma estufa termostatizada a 100°C por aproximadamente 18 horas. Em seguida, o percentual de holocelulose na amostra foi determinado de acordo com a Equação 7 (Moraes; Rosa e Marconcini, 2010).

$$\%TH = \frac{(MFH - MF)}{MA} \cdot 100 \quad (7)$$

Onde: %TH é o teor de holocelulose em percentual, MFH é a massa do conjunto filtro/amostra, MF é a massa do filtro e MA é a massa da amostra.

O percentual de teor de holocelulose obtido a partir da Equação 7, precisa ser corrigido visto que o resultado obtido se refere à amostra de biomassa sem extrativos. A correção foi realizada a partir da equação 8, que ajusta o percentual de holocelulose tendo em vista o teor de extrativos presentes na biomassa in natura (Morais; Rosa e Marconcini, 2010).

$$\%THC = \frac{(100 - TE\%)}{100} \cdot TH\% \quad (8)$$

Onde: %THC é o teor de holocelulose corrigido em percentual, %TE é o teor de extrativo percentual e %TH é o teor de holocelulose percentual.

4.1.7 Determinação teor de alfacelulose

O teor de alfacelulose foi determinado usando a amostra de holocelulose conforme a metodologia descrita por Moraes, Rosa e Marconcini (2010). Cerca de 1g da amostra de holocelulose foi aferido e transferido para um almofariz contendo uma solução de hidróxido de sódio a 17,5%. Após 2 minutos de contato, a amostra foi triturada por 8 minutos. Após esse período, a amostra foi misturada com água destilada e o material foi transferido para um funil. O precipitado no funil deve ser lavado até que o pH se aproxime do da água utilizada. O conjunto (funil + amostra) é posteriormente colocado em uma estufa a 105°C e seco até atingir massa constante. O percentual de alfacelulose na amostra foi determinado conforme a Equação 9 obtida na metodologia descrita por Moraes, Rosa e Marconcini (2010).

$$\%TA = \frac{(MFA - MF)}{MAH} \cdot 100 \quad (9)$$

Onde: %TA é o teor de alfacelulose em percentual, MFA é a massa do conjunto funil/amostra, MF é a massa do funil e MAH é a massa da amostra de holocelulose.

A partir da Equação 10 se obtém o teor de alfacelulose corrigido, sendo obtido através do teor de holocelulose corrigido (Morais; Rosa e Marconcini, 2010).

$$\%TAC = \frac{(\%THC - \%TA)}{100} \quad (10)$$

Onde: %TAC é o teor de alfacelulose corrigido em percentual, %THC é o teor de holocelulose corrigido e %TA é o teor de alfacelulose percentual.

Por outro lado, o teor de hemicelulose corrigido foi determinado subtraindo-se o teor corrigido de alfacelulose do teor corrigido de holocelulose, como indicado na Equação 11 (Morais; Rosa e Marconcini, 2010).

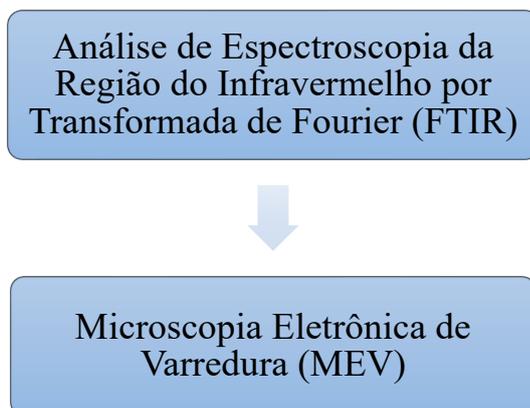
$$\%TheC = \%THC - \%TAC \quad (11)$$

Onde: %TAC é o teor de alfacelulose corrigido em percentual, %THC é o teor de holocelulose corrigido e %TheC é o teor de hemicelulose corrigido em percentual.

4.2 Caracterização da biomassa pré-tratada

A biomassa após o processo de pré-tratamento, envolvendo tratamento alcalino e branqueamento, passou por caracterizações (Figura 7) de Análise de Espectroscopia da Região do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

Figura 7 - Fluxograma da caracterização biomassa pré-tratada



Fonte: Autor, 2024.

4.2.1 Análise de Espectroscopia da Região do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A técnica de espectroscopia no infravermelho foi empregada para identificar materiais e investigar sua composição química em diversas fases. Nas amostras de macroalgas *in natura*

e após os tratamentos preliminares, essa técnica foi utilizada para examinar as alterações estruturais ocorridas em cada etapa do processo.

As amostras secas foram analisadas na faixa de 400 a 4000 cm^{-1} , com uma resolução de 2 cm^{-1} , usando um espectrofotômetro modelo Vertex 70-RAM II (Buker Scientific Instruments, EUA). Essa análise permitiu obter informações sobre fragmentos moleculares e a presença ou ausência de grupos funcionais específicos (Ahmad et al., 2011).

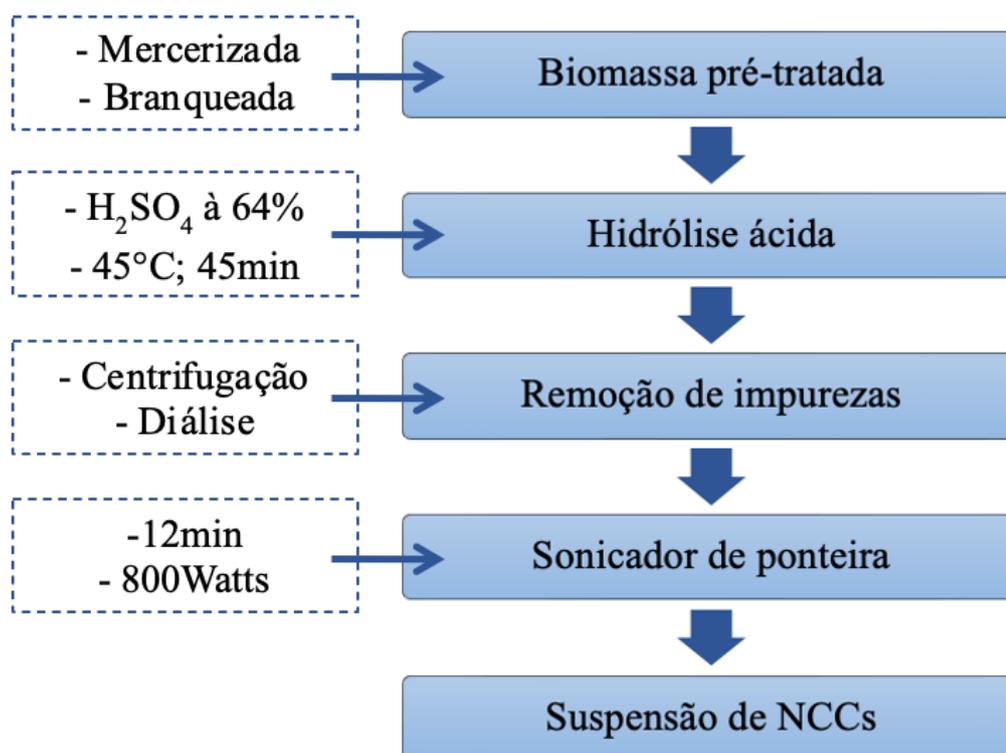
4.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A técnica de microscopia eletrônica de varredura é utilizada para examinar a morfologia da superfície e verificar a estrutura das amostras analisadas. Foram obtidas micrografias das amostras de macroalga in natura, sem extrativos e após o pré-tratamento, permitindo avaliar os efeitos dos tratamentos na superfície da biomassa.

4.3 Obtenção dos nanocristais

Para obtenção do nanocristais foi realizado o pré-tratamento combinado seguido da hidrólise ácida, como demonstrado na Figura 8.

Figura 8 - Fluxograma da obtenção dos nanocristais.



4.3.1 Mercerização combinado com branqueamento

A biomassa *Padina* sp. contendo extrativos foi submetida ao processo de deslignificação, através do processo de mercerização seguido do branqueamento (Figura 9). A mercerização seguiu uma metodologia adaptada da literatura, com base no trabalho de Chen *et al.*, (2016). Em um erlenmeyer foi adicionado a amostra de macroalga junto com uma solução de hidróxido de sódio a 2%, na proporção de 1g para cada 20mL de solução. Assim, o conjunto (erlenmeyer + amostra) foi submetida a agitação magnética durante 2 horas a temperatura de 80°C. Após esse período, a amostra foi filtrada e lavada com água destilada, até que o pH esteja próximo da água utilizada para lavagem. Em seguida a biomassa foi seca em estufa com recirculação a 55°C, por aproximadamente 24 horas.

Na etapa de branqueamento, foi realizado conforme a metodologia adaptada de Chen *et al.*, (2016), a amostra mercerizada foi tratada com a solução de peróxido de hidrogênio a 30%, na proporção de 1g biomassa para cada 20mL de solução durante 1,5 hora a uma temperatura de 80°C. Após esse intervalo, a amostra foi filtrada e lavada com água destilada, até que o pH esteja próximo da água utilizada para lavagem. Em seguida a biomassa branqueada foi seca em estufa com recirculação a 55°C, por aproximadamente 24 horas.

Figura 9 – Fluxograma do pré-tratamento da macroalga *Padina* sp.



Fonte: Autor, 2024.

4.3.2 Hidrólise ácida

Os nanocristais de celulose foram obtidos a partir de adaptações de procedimentos descrito por Chen *et al.*, (2016) e So *et al.*, (2021). A biomassa *Padina* sp. pré-tratada foi submetida à hidrólise ácida utilizando ácido sulfúrico 60% (m/m). Na proporção de 1g biomassa para 50mL de ácido sulfúrico, durante 45 minutos a 45°C com agitação mecânica (Chen *et al.*, 2016 e Mihhels *et al.*, 2023).

Após a hidrólise ácida, a reação foi interrompida com o triplo de água destilada. As amostras foram centrifugadas durante 15 minutos a 3500rpm, para poder separar os sólidos da solução. O sobrenadante, contendo o excesso de ácido sulfúrico, foi despejado e em seu lugar adicionou água destilada. Este procedimento foi repetido de 3 a 4 vezes. Em seguida, as suspensões obtidas foram submetidas à diálise, utilizando membrana de celulose, com água destilada, até atingir o pH próximo ao da água utilizada.

Em seguida, as amostras passaram por um tratamento ultrassônico durante 12 minutos, com resfriamento para evitar aquecimento excessivo. A solução contendo os nanocristais de celulose foi refrigerada antes da caracterização. O rendimento da hidrólise foi calculado de acordo com a Equação 12.

$$\%NCC = \frac{MFA}{MIA} \cdot 100 \quad (12)$$

Onde: %NCC é o rendimento em nanocristais de celulose, MFA é a massa final da amostra e MIA é a massa inicial da amostra.

4.4 Caracterização dos nanocristais

Após o pré-tratamento combinado da macroalga *Padina* sp. seguido da hidrólise ácida obteve-se a suspensão de nanocristais, que foi caracterizada por FTIR, análise termogravimétrica (TGA), potencial zeta, espalhamento dinâmico da luz (DLS) e difração de raio X (DRX).

4.4.1 Análise de Espectroscopia da Região do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A técnica de espectroscopia no infravermelho foi empregada para identificar materiais e investigar sua composição química em diversas fases. Nas amostras de macroalgas in natura e após os tratamentos preliminares, essa técnica foi utilizada para examinar as alterações estruturais ocorridas em cada etapa do processo.

As amostras secas foram analisadas na faixa de 400 a 4000 cm^{-1} , com uma resolução de 2 cm^{-1} , usando um espectrofotômetro modelo Vertex 70-RAM II (Baker Scientific Instruments, EUA). Essa análise permitiu obter informações sobre fragmentos moleculares e a presença ou ausência de grupos funcionais específicos (Ahmad et al., 2011).

4.4.2 Análise Termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica (TGA) foi empregada para investigar o comportamento térmico tanto da biomassa in natura quanto dos nanocristais de celulose obtidos. Os testes termogravimétricos foram conduzidos utilizando um analisador TGA-Q500 (TA Instruments, EUA). Para os ensaios, foram utilizadas amostras com cerca de 6mg, em cadinhos de alumínio, em atmosfera inerte de nitrogênio, com taxa de aquecimento de 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, no intervalo de temperatura de 25 $^{\circ}\text{C}$ a 700 $^{\circ}\text{C}$.

4.4.3 Potencial Zeta

O Potencial Zeta foi medido com o uso do equipamento Zetasizer Nano (ZS Malvern Instruments Ltda.; Reino Unido). As amostras foram diluídas na proporção de 1:10 (v/v) e depois foram submetidas a ultrassom de ponteira por 3 minutos a 200W. Isso permitiu a avaliação da carga superficial das amostras.

4.4.4 Espalhamento Dinâmico da Luz (DLS)

As amostras foram diluídas na proporção de 1:10 (v/v) e submetidas a ultrassom de ponteira durante 3 minutos a 200W. Então verificado, a 25 $^{\circ}\text{C}$, o tamanho das nanoceluloses com o auxílio de um analisador de distribuição de tamanho de partículas por sistema de espalhamento dinâmico de luz, modelo Zetasizer Nano (ZS Malvern Instruments Ltda.; Reino Unido).

4.4.5 Difração de raio X (DRX)

A análise de difração de raios X foi realizada utilizando o Shimadzu Difratorômetro LabX, modelo XRD-6000, com uma tensão de 30kV e uma corrente de 30mA. O equipamento utilizou radiação Cu K α ($\lambda = 0,15428\text{nm}$). Os dados de difração de raios X foram obtidos na faixa angular de 2θ de 5° a 40° , com uma velocidade de varredura de 2°min^{-1} .

Para quantificar o índice de cristalinidade (I_c) das amostras, utilizou-se os dados de intensidade de difração, seguindo o método proposto por Segal *et al.*, (1959). A difração de raios X é uma técnica essencial para analisar a estrutura cristalina das amostras e fornecer informações sobre o arranjo dos nanocristais de celulose. O índice de cristalinidade foi calculado conforme descrito na Equação 13.

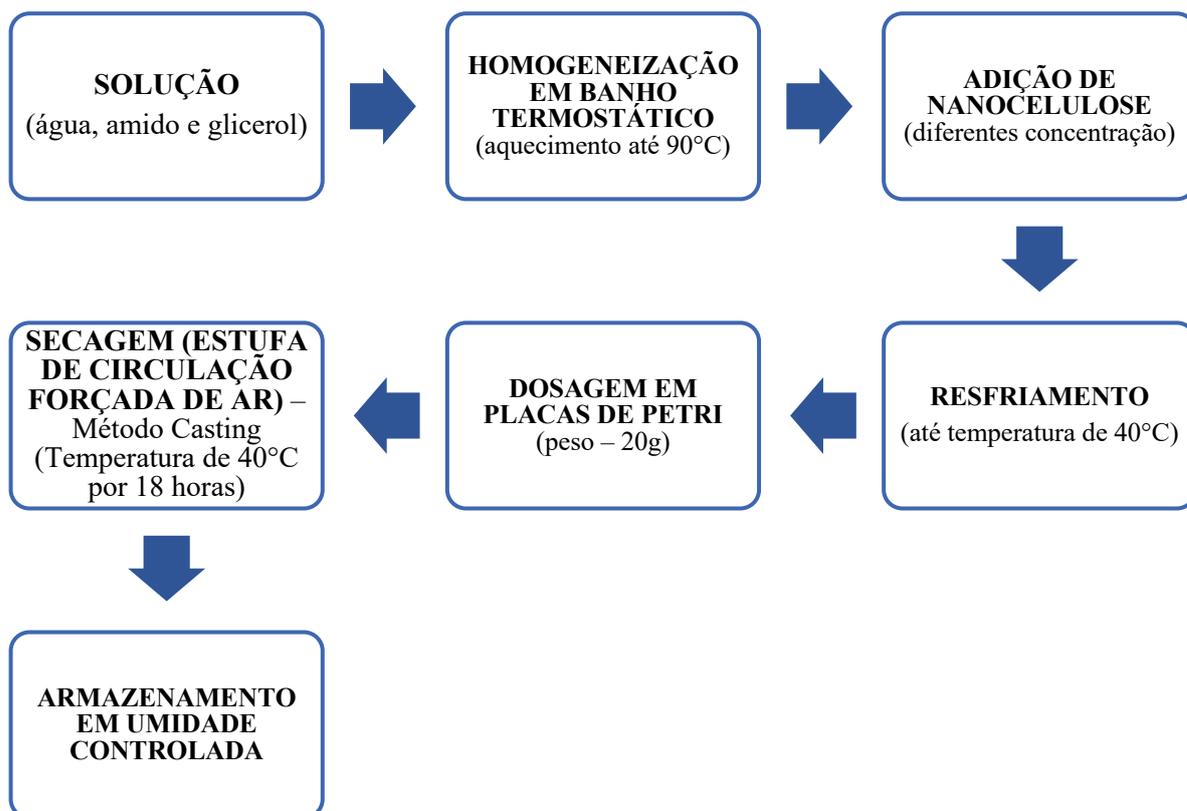
$$I_c = \frac{(I_{002} - I_{am})}{I_{002}} \cdot 100 \quad (13)$$

Onde: I_c é o índice de cristalinidade, I_{002} é a intensidade de difração perto de $2\theta=22^\circ$ e representa o material cristalino; I_{am} é a intensidade de difração perto de $2\theta=18^\circ$ e representa o material amorfo.

4.5 Obtenção do filme

A produção dos filmes biodegradáveis foi adaptada conforme Martins (2017) (Figura 4), usando 8g de amido de milho para um filme e 8g de fécula de mandioca para outro, cada um com 1,1g de glicerol e 100mL de água. As soluções foram aquecidas até 90°C para gelatinização e depois resfriadas a 40°C . Os NCCs foram adicionados em concentrações de 12g e 16g por 100g de água. Por fim, o filme controle foi preparado sem a adição da nanocelulose.

Figura 10 - Fluxograma de produção do filme biodegradável



Fonte: Autor, 2024.

4.6 Caracterização do filme

A caracterização do filme flexível de mandioca e do filme flexível de milho com reforços de diferentes concentrações de nanocristais de celulose foram realizadas através de análise de aspecto visual, transparência, elasticidade e FTIR.

4.6.1 Aspecto visual

Os filmes foram selecionados para as análises conforme o aspecto visual e tátil, coloração uniforme, homogeneidade e ausência de fissura. Para que os filmes fossem considerados adequados, eles precisaram demonstrar maleabilidade, flexibilidade e serem de fácil remoção da placa.

Umidade

O teor de umidade foi determinado em triplicata, através de secagem em estufa a 105 °C durante 24 horas metodologia do Instituto Adolf Lutz (2008)

Solubilidade em água

A solubilidade em água do filme foi determinada em triplicata de acordo com a metodologia adaptada de Blanco Pascual *et al.*, (2013). Os filmes foram cortados em pedaços de 2cm por 2cm e foram secos em estufa a 105 °C durante 24 horas e em seguida o pesou. Após a secagem, as amostras foram imersas em 50mL de água destilada por 24 horas a 25 °C. Em seguida, a solução foi filtrada em peneira e o filme não dissolvido foi seco em estufa a 105 °C durante 24 horas. Então, a solubilidade foi calculada de acordo com a Equação 14.

$$\%S = \frac{(M_i - M_f)}{M_i} \cdot 100 \quad (14)$$

Sendo M_i a massa inicial do filme após secagem e M_f a massa seca do resíduo não dissolvido em água.

4.6.2 Transparência

A transparência dos filmes foi determinada utilizando espectrofotômetro K37-UVVIS (KASVI, UV-Visível) conforme metodologia adaptada Cheng, Zang e Zhao (2015). Os filmes foram recortados de acordo com o tamanho da cubeta e foram fixados em um dos lados da cubeta para realização da leitura. O padrão foi identificado com a cubeta vazia e a leitura foi realizada a 560nm.

4.6.3 Elasticidade

Os filmes produzidos a partir das diferentes combinações foram submetidos a análise de elasticidade com uma velocidade de 60mm/min utilizando a máquina universal de ensaios Shimadzu, que tem capacidade de 100kN. Assim, a elasticidade foi calculada de acordo com a Equação 15.

$$\varepsilon = \frac{(d_r - d_i)}{d_i} \cdot 100 \quad (15)$$

Onde: d_r é a distância de ruptura e d_i é a distância inicial de separação entre as garras.

4.6.4 Espectroscopia Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A análise dos grupos funcionais presentes no filme produzido foi realizada na região na faixa de 600 a 4000 cm^{-1} , com uma resolução de 2 cm^{-1} , usando um espectrofotômetro modelo IRAffinity-1 da Shimadzu. Essa análise permite obter informações sobre fragmentos moleculares e a presença ou ausência de grupos funcionais específicos (Ahmad *et al.*, 2011).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização química da biomassa

A caracterização química da biomassa *Padina sp. in natura* teve como objetivo analisar a sua viabilidade como fonte de celulose. A Tabela 1 apresenta o percentual de celulose, lignina e hemicelulose presentes na *Padina sp. in natura*.

Tabela 1 - Caracterização química da biomassa *Padina sp in natura* e comparação com outros estudos.

Biomassa	Celulose (%)	Lignina (%)	Hemicelulose (%)	Estudo
<i>Padina sp. in natura</i>	31,352±0,740	12,974±0,620	12,366±0,220	Estudo atual
Bagaço de cana	45,000±0,200	21,200±0,900	29,900±0,200	Oliveira <i>et al.</i> (2016).
Erva-do-sião	39,600	28,700	27,500	Ogunjobi, Adewale e Adeyemi (2023).
Casca de arroz	35,000	23,000	33,000	Johar, Ahmad e Dusfresne (2012).

Fonte: Autor, 2024.

Ao observar a Tabela 1 é possível verificar que a *Padina sp.* possui um baixo teor de lignina e de hemicelulose comparada com as biomassas de outros estudos, sendo benéfico para a obtenção dos NCCs, pois a lignina se encontra entre as fibras de celulose e hemicelulose, assim criando uma barreira para obter a celulose altamente cristalina. Já a hemicelulose é um polímero mais amorfo e menos resistente em relação a celulose. Logo, a extração da lignina e da hemicelulose são de extrema importância para garantir a qualidade dos NCCs, como alta cristalinidade, estabilidade térmica e propriedades mecânicas superiores.

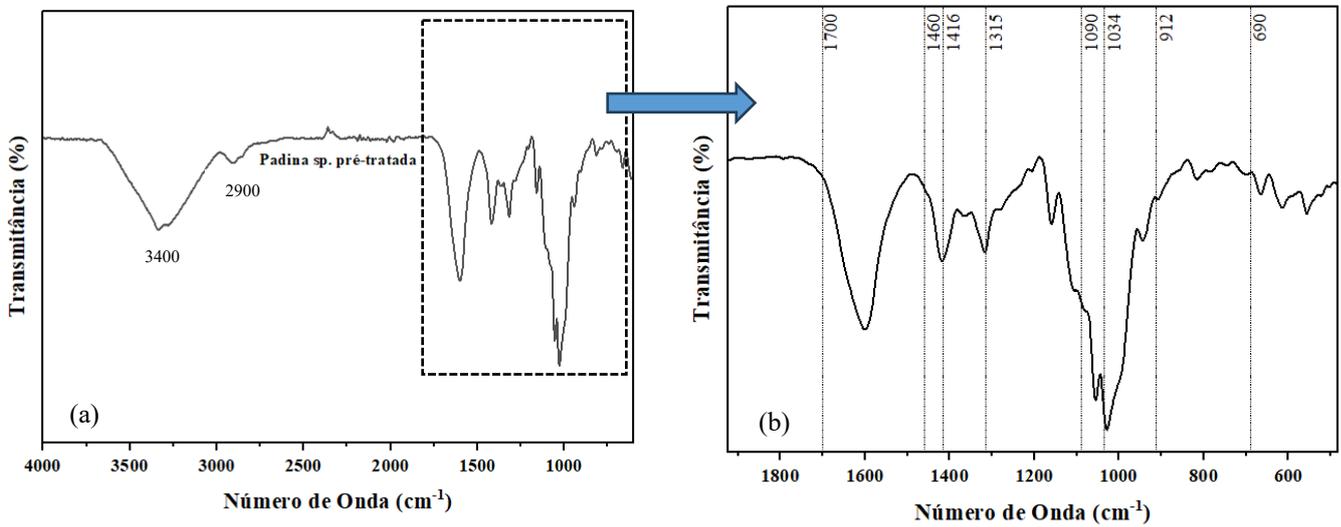
A biomassa de *Padina sp.* apresenta um teor significativamente inferior de lignina e hemicelulose, esse perfil estrutural resulta em uma menor necessidade de etapas de pré-tratamento, o que facilita a extração da celulose e a purificação necessária para a obtenção de nanocristais. Assim, *Padina sp.* se mostra uma alternativa vantajosa, pois, ao reduzir a quantidade de compostos que podem interferir no processo de extração, garante maior eficiência na produção de NC, em comparação com biomassa de maior complexidade estrutural.

5.2 Caracterização da biomassa pré-tratada

5.2.1 Espectroscopia Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A análise dos espectros de FTIR da biomassa de *Padina* sp. após o pré-tratamento alcalino e branqueamento forneceu informações sobre as mudanças nas estruturas químicas da alga. As bandas observadas indicam que o tratamento foi eficaz na modificação das propriedades da biomassa, preparando-a para a etapa subsequente de hidrólise ácida, que visa a obtenção dos nanocristais de celulose. A Figura 11 (a) e (b) apresenta a análise espectroscópica por FTIR da biomassa *Padina* sp. pré tratada.

Figura 11 - (a) FTIR da biomassa *Padina* sp. pré-tratada e (b) zoom na região 1900 – 500 cm^{-1} .



Fonte: Autor, 2024.

De acordo com Chen *et al.*, (2016), ao observar a Figura 11 (a) o pico de 3400 cm^{-1} é a vibração de estiramento do grupo hidroxila (OH), associada à ligação de hidrogênio, que indica a tendência de hidrofílica das fibras.

O pico em torno de 2900 cm^{-1} é a vibração pico de estiramento da ligação carbono-hidrogênio (CH), uma característica que está presente em polissacarídeos como a celulose, submetida a tratamento químico (Samsalee, Meerasri e Sothornvit, 2023).

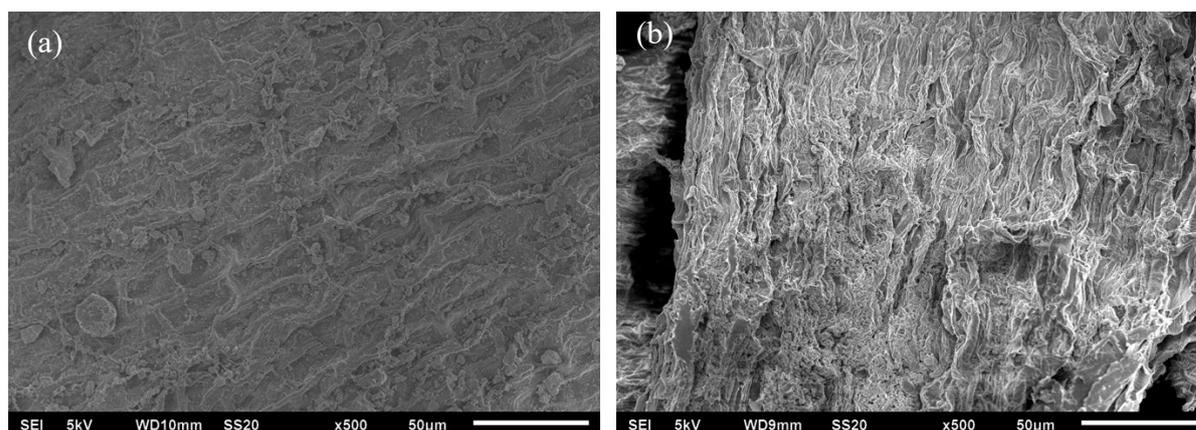
Na Figura 11 (b), o pico entre 1090 e 1034 cm^{-1} , correspondem as vibrações de estiramento COC e ao alongamento do anel de piranose, típicos da celulose (Singh *et al.*, 2023). O pico em 912 cm^{-1} há vibrabração de estritamente CH, sua intensidade mostrou que no espectro da biomassa pré-tratada a celulose não foi completamente isolada e que a matriz ainda possui frações não-celulósicas e regiões amorfas (Doh, Lee e Whiteside, 2020).

Portanto, os resultados do FTIR mostram que o pré-tratamento alcalino e o branqueamento foram eficazes na remoção de alguns compostos não celulósicos, como lignina e hemicelulose, mas a estrutura celulósica da alga *Padina* sp. foi preservada, com a celulose permanecendo predominante.

5.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) fornece informações sobre a morfologia superficial e microestruturas da amostra (Ogunjobi, Adewale e Adeyemi, 2023). No microscópio de varredura eletrônica foi analisado as amostras de biomassa *in natura* e biomassa submetida ao tratamento combinado.

Figura 12 - Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para a amostra da macroalga *Padina* sp.: (a) *Padina* sp. *in natura* e (b) *Padina* sp. após tratamento combinado, com aumento 500x.



Fonte: Autor, 2024.

A Figura 12 (a) exibe a biomassa *Padina* sp. *in natura*, sendo possível verificar uma superfície mais íntegra e lisa, atribuída à presença de óleos e ceras, obtendo um comportamento já relatado na literatura por Chen *et al.* (2016).

Ao observar a Figura 12 (b), a biomassa *Padina* sp. após o tratamento combinado (alcalinização seguido do branqueamento) apresentou, visualmente, um aumento aparente da área superficial específica e indicou uma redução no diâmetro das fibras, devido à remoção de lignina e hemicelulose, o que pode ser confirmado pelos dados de caracterização da biomassa após o tratamento (Singh *et al.*, 2023).

A análise da Figura 12 (a e b) mostra que o pré-tratamento combinado da macroalga *Padina* sp. favoreceu uma maior exposição das fibras de celulose, podendo promover um aumento na área superficial específica, assim facilitando a etapa de hidrólise ácida. Esse

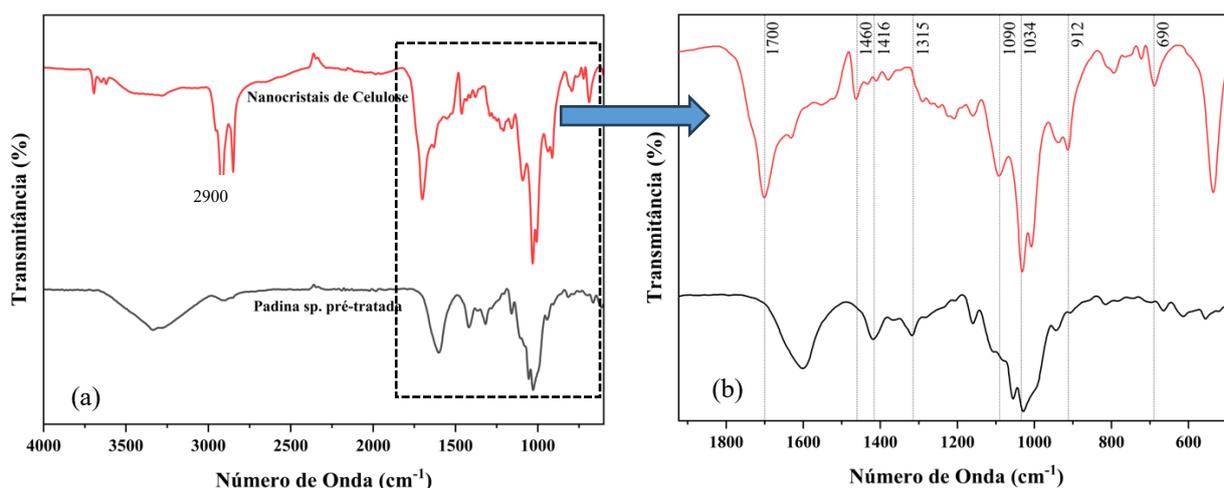
aumento na acessibilidade das fibras contribui diretamente para a produção de nanocristais de celulose. (Chen et al., 2016; Singh et al., 2023).

5.3 Caracterização dos nanocristais

5.3.1 Espectroscopia Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A análise dos espectros de FTIR dos nanocristais de celulose obtidos após a hidrólise ácida forneceu informações sobre as mudanças nas estruturas químicas em relação a biomassa pré-tratada. Os picos observados indicam que a obtenção dos NCCs foi eficaz. A Figura 13 (a) e (b) apresenta a análise espectroscópica por FTIR dos NCCs a partir da hidrólise ácida da biomassa *Padina* sp. pré-tratada.

Figura 13 - (a) FTIR dos nanocristais de celulose em comparação com a biomassa *Padina* sp. pré-tratada e (b) zoom na região 1900 – 500 cm^{-1}



Fonte: Autor, 2024.

No espectro dos nanocristais de celulose na Figura 13 (a) é possível observar um aumento em torno do pico de 2900cm^{-1} , onde há vibração de estiramento da ligação carbono-hidrogênio (CH) (Samsalee, Meerasri e Sothornvit, 2023).

Na Figura 13 (b), o pico observado em 1700cm^{-1} é devido à flexão da molécula de água absorvida na celulose (Singh et al., 2017) e ao estiramento da ligação carbono-oxigênio (Liu et al., 2018). Em 1460cm^{-1} e 1416cm^{-1} , relacionado às vibrações C-C (anéis aromáticos de lignina), houve uma menor interferência de lignina, refletindo na sua redução e no pico de 690cm^{-1} na biomassa pré-tratada. Evidencia a presença de lignina residual que não está mais presente nos NCCs, sendo assim possível observar que a hidrólise ácida conseguiu remover os componentes lignocelulósicos. (Chen *et al.*, 2016).

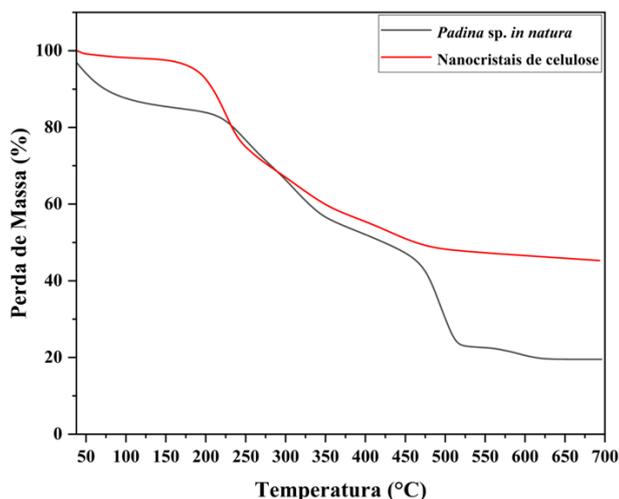
Os picos em 1315cm^{-1} e 912cm^{-1} há vibração de estiramento CH e celulose cristalina, respectivamente, relacionado à celulose cristalina, aparece intensificado nos NCCs,. Os picos em 1090cm^{-1} e 1034cm^{-1} refletem as vibrações de alongamento de CO na estrutura de polissacarídeos (celulose e hemicelulose). Esse comportamento do espectro está de acordo com o processo de aumento da cristalinidade (Doh, Lee e Whiteside, 2020).

A análise do espectro FTIR confirma que os processos químicos aplicados à biomassa de *Padina sp.* foram eficazes na remoção de lignina, hemicelulose e regiões amorfas, resultando em NCCs com alta cristalinidade. Os resultados obtidos estão em total concordância com a literatura, demonstrando que os picos característicos da celulose cristalina (1090 , 912 cm^{-1}) foram evidenciados, enquanto os picos associados a lignina e hemicelulose (1460 , 1416 e 690 cm^{-1}) foram eliminados (Doh, Lee e Whiteside, 2020; Chen *et al.*, 2016).

5.3.2 Análise Termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica (TGA) da *Padina sp. in natura* e dos nanocristais de celulose (NCCs), apresentada na Figura 14, revelou comportamentos térmicos distintos, indicando mudanças significativas na composição e estrutura do material após os tratamentos.

Figura 14 – Análise Termogravimétrica (TGA) da *Padina sp in natura* x nanocristais de celulose (NCCs).



Fonte: Autor, 2024.

A *Padina sp. in natura* mostrou uma perda de massa inicial em temperaturas $<100^\circ\text{C}$, que corresponde a evaporação de água quimicamente adsorvida na superfície do material conforme descrito por Chandra, George e Narayanankutty (2016). Já a curva de perda de massa dos nanocristais de celulose (NCCs) é menos expressiva, indicando menor perda de água

residual devido à estrutura mais cristalina obtida com a remoção das regiões amorfas da matriz original.

Após os processos de tratamento, os NCCs demonstraram uma maior estabilidade térmica, pois a temperatura de início da decomposição térmica dos NCCs foi superior à da alga *in natura*. Essa estabilidade pode ser atribuída a dois fatores principais: (1) o aumento da cristalinidade dos NCCs e (2) a eliminação de impurezas presentes na matriz da alga, que atuam como sítios ativos, promovendo degradação antecipada no material *in natura* (Doh, Lee e Whiteside, 2020).

Além disso, os NCCs apresentaram menor perda de massa em temperaturas mais altas, destacando uma resistência térmica, em comparação à alga *in natura*. O pré-tratamento com NaOH a 2% minimizou os efeitos de grupos ativos, como os sulfatos, que normalmente reduzem a estabilidade térmica em processos de hidrólise ácida com ácido sulfúrico (Oun e Rhim, 2016; Chen *et al.*, 2016).

Esses resultados obtidos mostram que os processos de pré-tratamento e a hidrólise ácida aplicados à *Padina* sp. foram eficazes em melhorar as propriedades térmicas e eliminar componentes não celulósicos, obtendo nanocristais de celulose mais estáveis e puros.

5.3.3 Potencial Zeta

O potencial zeta foi utilizado para medir a intensidade das forças de atração ou repulsão entre os nanocristais de celulose (NCCs), funcionando como um parâmetro essencial para avaliar a estabilidade da suspensão. O potencial zeta dos NCCs obtidos a partir da alga *Padina* sp foi de $-60,8 \pm 10,7$ mV (Tabela 2), indicando uma boa estabilidade coloidal devido à alta repulsão eletrostática entre as partículas. Esse valor está de acordo com outros estudos, como o de *Laminaria japônica* (Liu *et al.*, 2023) e o do quiabo (*Abelmoschus esculentus* L.) (Rahman *et al.*, 2024).

Tabela 2 - Potencial zeta dos nanocristais das suspensões de celulose da *Padina* sp. e comparação com outros estudos.

Amostra	Potencial Zeta (mV)	Estudo
PMB (T45t45)	$-60,800 \pm 10,700$	Estudo atual
<i>Laminaria japônica</i>	-65,500	Liu <i>et al.</i> (2023)
Quiabo (<i>Abelmoschus esculentus</i> L.)	-44,000	Rahman <i>et al.</i> (2024)

Fonte: Autor, 2024

Esse valor é superior a -30 mV, é considerado um ponto de estabilidade para suspensões coloidais demonstrando a eficácia do processo de pré-tratamento e hidrólise ácida, assim obtendo boa estabilidade da suspensão dos nanocristais em razão da modificação superficial dos nanocristais de celulose por meio da incorporação de íons sulfato (Zhou *et al.*, 2012).

5.3.4 Espalhamento Dinâmico da Luz (DLS)

A análise por Espalhamento Dinâmico de Luz ou *Dynamic Light Scattering* (DLS) foi realizada para estimar o tamanho das partículas nanoestruturadas obtidas. Essa técnica baseia-se na suposição de que as partículas analisadas possuem formato esférico, fornecendo uma estimativa do tamanho hidrodinâmico médio. Entretanto, quando aplicada a materiais não esféricos, como os nanocristais de celulose (CNC), que possuem formato de haste, as medições podem refletir o comprimento ou o diâmetro das partículas, apresentando limitações para a determinação precisa do tamanho (Lim *et al.*, 2013).

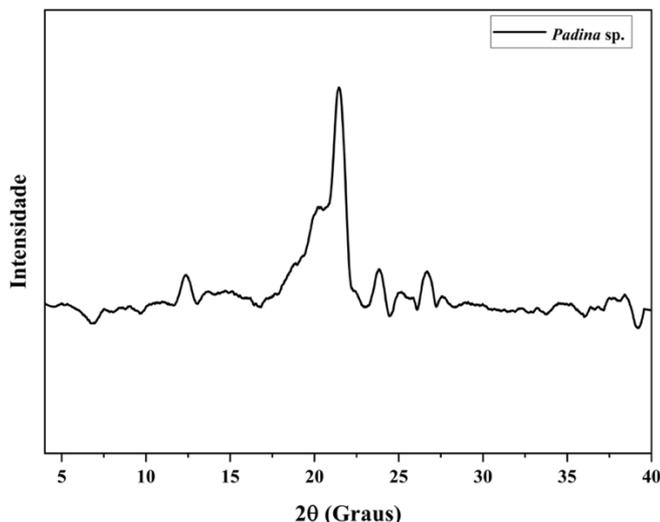
Ao examinar a distribuição dos tamanhos médios, constatou-se que o material apresentava uma faixa de tamanhos variando de 164 a 300 nm, valor compatível com resultados encontrados por Liu *et al.* (2017). Os resultados sugerem uma distribuição relativamente homogênea das partículas, com a maioria delas concentrada dentro dessa faixa de tamanho. Esse comportamento reforça a eficácia do pré-tratamento combinado (mercerização e branqueamento) na obtenção de nanocristais.

Embora a presença de agregados possa ter um impacto na distribuição, os dados obtidos são consistentes com os encontrados em estudos prévios, evidenciando a formação de partículas com as características desejadas para as aplicações propostas.

5.3.5 Difração de raio X (DRX)

Os difratogramas de raio X da biomassa *Padina* sp. submetida a hidrólise ácida encontra-se apresentado na Figura 15.

Figura 15 - Difratoograma da *Padina* sp. hidrolisada.



Fonte: Autor, 2024

Os picos de difração mais relevantes foram observados nas regiões de $2\theta = 18^\circ$ a $22,5^\circ$, com destaque para o pico em $2\theta = 22,5^\circ$, que representa a configuração cristalina característica da celulose tipo I. Este resultado confirma que os tratamentos alcalino e de branqueamento, foram eficazes em preservar a estrutura cristalina da celulose, sem convertê-la para a forma celulose II, como também foi observado por Rashid e Dutta (2020)

Além disso, outros picos menores foram detectados, como em $2\theta = 25^\circ$, que pode ser relacionado à trimetilcelulose, e outros de baixa intensidade, possivelmente associados a impurezas remanescentes da biomassa marinha. Já o pico em $2\theta = 18^\circ$ indica a presença de regiões amorfas da celulose. Essas impurezas são esperadas em materiais de origem natural, mesmo após processos de purificação, como já descrito por Bettaieb *et al.* (2015).

O índice de cristalinidade, calculado a partir da Equação 13 proposta por Segal (1959), foi de 87,46%, refletindo um elevado nível de organização estrutural da celulose, o que demonstra a eficiência do pré-tratamento químico na remoção de componentes amorfos, como hemiceluloses e ligninas. Este valor está de acordo com a literatura para nanocelulose extraída de macroalgas, como *Sargassum sp.* (83,06%) e *Dulse* (84,91%) (Chen *et al.*, 2016; Singh *et al.*, 2018).

O elevado índice de cristalinidade alcançado demonstra a eficácia do tratamento químico, evidenciando a remoção das frações amorfas da biomassa, que são mais suscetíveis à degradação. Esse resultado reflete diretamente na eficiência da hidrólise ácida, já que a eliminação dessas regiões facilita a liberação de nanocristais de celulose bem definidos por meio da quebra das ligações β -1,4-glicosídicas (Rashid e Dutta, 2020; Singh *et al.*, 2017).

Além disso, a alta cristalinidade do material final destaca a *Padina sp.* como uma matéria-prima promissora para a produção de nanocelulose de qualidade superior. Essa propriedade aumenta significativamente o potencial de uso em matrizes poliméricas, especialmente em compósitos biodegradáveis, como filmes e plásticos, melhorando sua resistência mecânica e ampliando suas aplicações em soluções sustentáveis e tecnologicamente avançadas.

5.4 Caracterização física do filme

Após a formulação dos filmes, foi realizada a caracterização, em triplicata, de umidade e solubilidade, que são parâmetros ligados à interação da água com a matriz polimérica e fornecem dados importantes sobre as condições ideais para o armazenamento e o uso dos filmes (Araújo, 2021). A Tabela 3 apresenta os resultados da caracterização física dos filmes de amido de milho e de amido de mandioca após 7 dias no dessecador com umidade controlada.

Tabela 3 - Caracterização dos filmes após 7 dias em dessecador com umidade controlada: Umidade (U) e Solubilidade (S).

Amido de milho		
Formulação	U (%)	S (%)
Controle	8,415±0,003	15,816±0,080
1 (12g de NCC)	8,178±0,006	14,643±0,073
2 (16g de NCC)	7,686±0,006	14,618±0,025
Amido de mandioca		
Formulação	U (%)	S (%)
Controle	15,390±0,041	28,488±0,207
1 (12g de NCC)	13,677±0,011	19,403±0,634
2 (16g de NCC)	8,295±0,005	17,040±0,529

Fonte: Autor, 2024.

Os resultados obtidos na Tabela 3 para os filmes de amido de milho e amido de mandioca reforçados com nanocristais de celulose (NCCs), demonstram que a adição do reforço influencia no percentual de umidade e solubilidade do filme. Ambos tiveram uma redução de umidade e solubilidade ao adicionar diferentes concentrações em sua formulação.

O filme controle de amido de milho apresentou uma umidade de 8,415% e solubilidade de 15,816%. Com a adição de 12 g de NCC, observou-se uma leve redução na umidade

(8,178%) e uma diminuição mais expressiva na solubilidade (14,643%). Já com 16 g de NCC, a umidade foi reduzida para 7,686%, enquanto a solubilidade atingiu 14,618%.

Os filmes de amido de mandioca apresentaram um comportamento semelhante, porém com valores iniciais mais elevados. O filme controle registrou uma umidade de 15,390% e solubilidade de 28,488%. A incorporação de 12 g de NCC reduziu esses valores para 13,677% (umidade) e 19,403% (solubilidade). Com 16 g de NCC, a redução foi ainda mais acentuada, resultando em uma umidade de 8,295% e solubilidade de 17,040%

Esse comportamento é evidenciado devido as interações moleculares dos NCCs com as moléculas de hidrogênio, formando ligações de hidrogênio e criando uma rede mais compacta e menos permeável a água. Assim, a penetração e a retenção da água são dificultadas na matriz polimérica (Singh *et al.*, 2023).

Dessa forma, os NCCs demonstraram ser aditivos eficazes para melhorar as propriedades de barreira à água dos filmes de amido, o que pode ampliar suas aplicações em embalagens biodegradáveis, tornando-os mais resistentes à umidade e ao contato com líquidos.

5.4.1 Transparência

A transparência do filme está apresentada na Tabela 4.

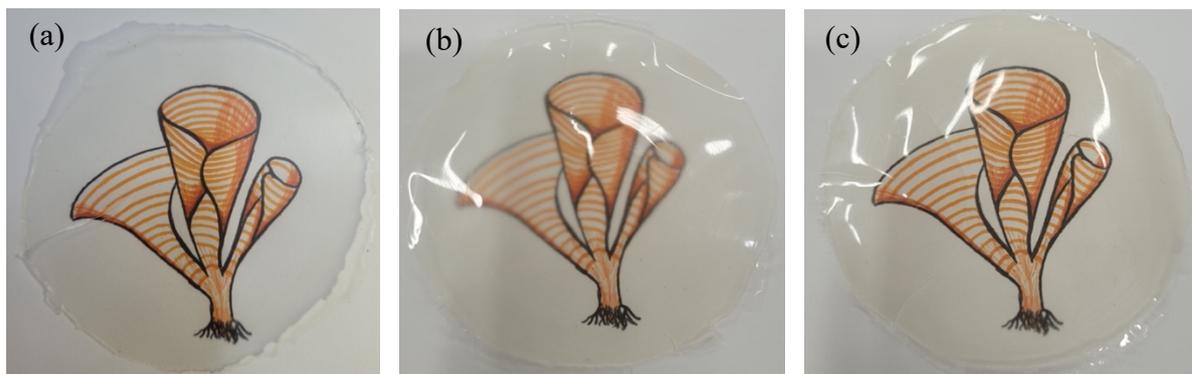
Tabela 4 – Percentual de transparência do filme de amido de milho e do amido de mandioca.

Amido de milho	
Formulação	Transparência (%)
Controle	61,5
1 (12g de NCC)	50,6
2 (16g de NCC)	49
Amido de mandioca	
Formulação	Transparência (%)
Controle	86,5
1 (12g de NCC)	68,4
2 (16g de NCC)	67,5

Fonte: Autor, 2024.

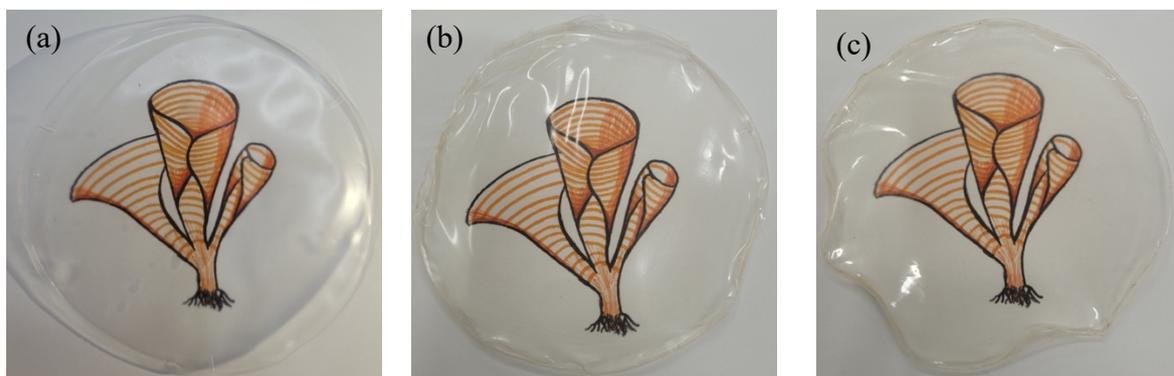
Fazer análise da transparência dos filmes é essencial para observar seus potenciais aplicações, como por exemplo no uso como embalagens. Dessa maneira, quanto melhor a transparência melhor será a visualização do consumidor em relação as características do produto que está embalado. Assim, sendo demonstrado nas Figuras 16 e 17.

Figura 16 - Transparência dos filmes de amido de milho (a) controle (b) 12g de NCC (c) 16g de NCC.



Fonte: Autor, 2024.

Figura 17 - Transparência dos filmes de amido de mandioca (a) controle (b) 12g de NCC (c) 16g de NCC.



Fonte: Autor, 2024.

Segundo estudos realizados por Martins (2017), a transparência do filme controle foi de 86,8% e do filme com a maior concentração de nanocompósitos foi de 34,5%. De acordo com YANG *et al.*, (2012) quanto maior a quantidade de NCCs adicionada ao filme menor será a transparência dele, devido a forte interação entre as moléculas de NC por meio de pontes de hidrogênio, assim podendo intensificar a dispersão da luz. Portanto, ao observar os dados obtidos de ambos os filmes é possível verificar a redução da transparência ao adicionar a NCCs em diferentes quantidades.

5.4.2 Elasticidade

Os valores referentes a elasticidade do filme de amido de milho e do filme de amido de tapioca se encontram na Tabela 5.

Tabela 5 – Elasticidade (ϵ) do filme de amido de milho e do amido de mandioca.

Amido de milho	
Formulação	Elongação (%)
Controle	3,740
1 (12g de NCC)	1,665
2 (16g de NCC)	1,640
Amido de mandioca	
Formulação	Elongação
Controle	89,460
1 (12g de NCC)	35,186
2 (16g de NCC)	18,911

Fonte: Autor, 2024.

A adição da solução de nanocristais de celulose da *Padina* sp. aos filmes biodegradáveis de amido de milho e de amido de mandioca, em diferentes concentrações, promoveu mudanças na elongação de todas as formulações avaliadas. A Tabela 5 mostra que ao adicionar os NCCs, em diferentes concentrações, ocorreu uma redução do percentual da elongação.

O filme de amido de milho apresentou seu controle com uma elasticidade de 3,740%, indicando uma capacidade moderada de deformação. Com a adição de 12 g de NCC, a elongação caiu para 1,665%. Com 16 g de NCC, houve uma redução semelhante, com o valor final atingindo 1,640%. Esses resultados sugerem que a adição de NCC restringe a flexibilidade do filme, tornando-o mais rígido.

Os filmes de amido de mandioca apresentaram maior elongação inicial (89,460%) no controle, evidenciando a flexibilidade dessa matriz. No entanto, com a incorporação de 12 g de NCC, a elongação diminuiu para 35,186%, e com 16 g de NCC, foi reduzida ainda mais, atingindo 18,911%. Essa queda significativa reflete a influência direta dos NCC na restrição do alongamento dos filmes.

O filme de amido de milho possui uma menor elasticidade em comparação com o filme de amido de mandioca, devido a diferença de amilose nos amidos. O amido de milho e o amido de mandioca possuem 27,8% e 19,5% de amilose, respectivamente (Weber; Collares-Queiroz e Chans, 2009; Martins, 2017), de acordo com Whistler, Bemiller e Paschall (2009) quanto maior o teor de amilose no amido, mais quebradiço e rígido, devido a sua estrutura linear.

Esse comportamento foi relatado por Benito-González *et al.* (2021), que observaram uma elongação de 33,5% no filme controle. Com a adição de 10% de nanocristais à composição,

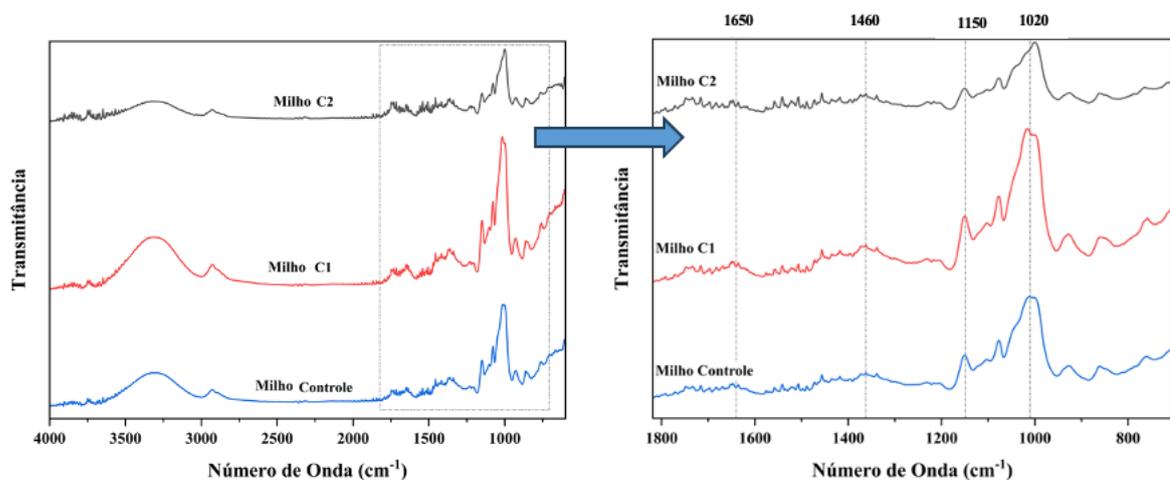
a alongação reduziu-se para 11,4%, e, ao incorporar 20%, o valor diminuiu ainda mais, atingindo 2,8%.

Logo, a adição de nanocristais de celulose promove uma redução significativa na alongação dos filmes de amido, tanto de milho quanto de mandioca. Esse efeito indica um aumento na rigidez estrutural, o que pode ser benéfico para aplicações que exigem maior resistência, obtendo a formação de cristais individuais de alta pureza e com essa estrutura ordenada pode fornecer maior resistência (Samir, Alloin e Dufresne, 2015).

5.4.3 Espectroscopia Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

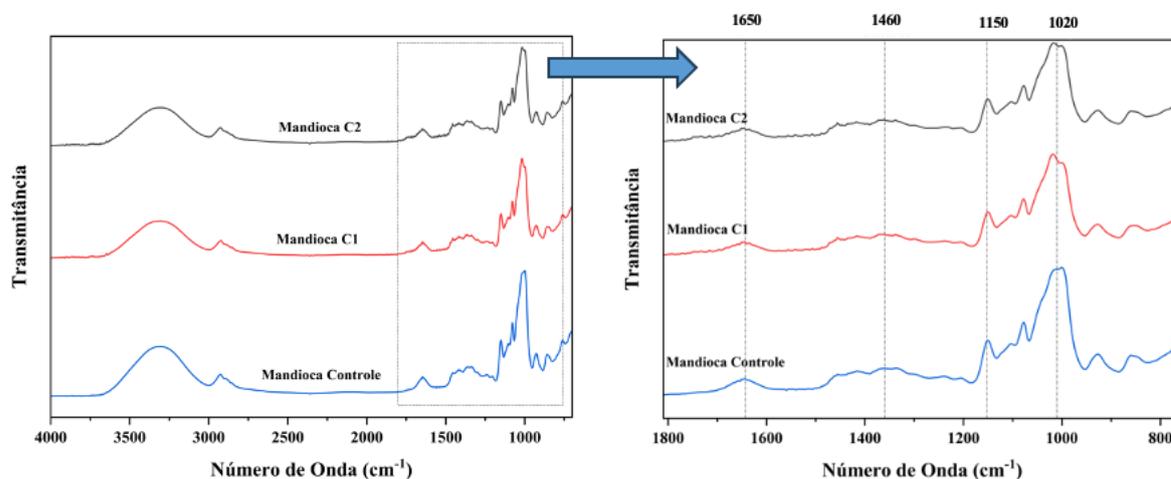
A análise dos espectros FTIR dos filmes flexíveis de amido de milho e amido de mandioca, com diferentes concentrações de nanocristais de celulose (NCCs), permitiu identificar alterações estruturais importantes na matriz polimérica, conforme mostrado nas Figuras 18 e 19.

Figura 18 – (a) FTIR das formulações dos filmes de amido de milho e (b) zoom na região 1850 – 700 cm^{-1} .



Fonte: Autor, 2024.

Figura 19 – (a) FTIR das formulações dos filmes de amido de mandioca e (b) zoom na região 1850 – 700 cm^{-1} .



Fonte: Autor, 2024.

Na região de 1020–1050 cm^{-1} , atribuída às vibrações das ligações glicosídicas (COC), os filmes reforçados com NCCs mostraram uma intensificação dos sinais. A intensificação desses picos sugere um aumento na cristalinidade da matriz, resultado da interação entre os NCC e o amido (Lopez *et al.*, 2014).

Na faixa de 3400–3200 cm^{-1} , relacionada às vibrações das ligações hidroxila (OH), foi observado um aumento na intensidade dos sinais com a adição de NCCs. Esse fenômeno é descrito no estudo de Mendes *et al.* (2016), onde picos próximos a 3277 cm^{-1} refletem a presença de grupos hidroxila do amido e do glicerol.

Além disso, o pico em torno de 1640–1650 cm^{-1} , observado tanto nos filmes de milho quanto nos de mandioca, está relacionado às vibrações das carbonilas do glicerol. A sua diminuição com o aumento da concentração de NCCs indica uma reorganização estrutural, como também relatado por Mendes *et al.* (2016).

Portanto, os resultados da análise FTIR mostram que a incorporação de NCCs nos filmes de amido promove interações estruturais comparáveis às descritas na literatura. As mudanças observadas, especialmente nas regiões de OH e COC, indicam maior cristalinidade e organização das cadeias poliméricas, com efeitos mais evidentes nos filmes de mandioca, que demonstraram uma compatibilidade superior com os nanocristais de celulose.

6 CONCLUSÃO

A partir dos resultados obtidos, é possível concluir que a biomassa de *Padina* sp. se revelou uma excelente fonte para a extração de nanocristais de celulose (NCCs), devido ao seu baixo teor de lignina e hemicelulose, facilitando o processo de purificação e resultando em nanocristais com alta cristalinidade. A caracterização química e morfológica demonstrou que o tratamento alcalino e o branqueamento foram eficazes na remoção de compostos não celulósicos, expondo as fibras de celulose e tornando-as mais acessíveis para a hidrólise ácida, processo que, por sua vez, obteve uma celulose mais pura e com propriedades aprimoradas, como maior estabilidade térmica e resistência mecânica.

A hidrólise ácida resultou em nanocristais de celulose com elevada cristalinidade (87,46%), conforme evidenciado pelo DRX, e com excelente estabilidade térmica, como mostrado pela TGA. A análise do potencial zeta e da distribuição de tamanho por DLS indicou que os NCCs apresentam boa estabilidade coloidal e tamanho adequado para aplicações em filmes.

Além disso, a incorporação desses nanocristais nos filmes de amido de milho e amido de mandioca resultou em melhorias significativas nas propriedades de barreira à água, com redução da umidade e da solubilidade dos filmes, o que amplia suas potencialidades para uso em embalagens sustentáveis. A transparência dos filmes também foi influenciada pela adição dos NCCs, o que pode ser considerado um aspecto importante dependendo da aplicação desejada.

Portanto, este estudo destaca a viabilidade da *Padina* sp. como matéria-prima para a produção de nanocelulose e sua aplicação no reforço de filmes biodegradáveis, apresentando uma alternativa promissora para a produção de materiais mais sustentáveis e com propriedades aprimoradas.

REFERÊNCIAS

AHMAD, Z.; IIS, S.; HALIM, Z.; SARIFUDDIN, N. Effect of fiber length variations on properties of coir fiber reinforced cement-albumen composite (CFRCC). *IIUM Engineering Journal*, v. 12, p. 63-76, 2011.

AL-ARABY, S. Q.; RAHMAN, M. A.; CHOWDHURY, M. A. H.; DAS, R. R.; CHOWDHURY, T. A.; HASAN, C. M. M.; AFROZE, M.; HASHEM, M. A.; HAJJAR, D., ALELWANI, W.; MAKKI, A. A.; HAQUE, M. A. *Padina tenuis* (marine alga) attenuates oxidative stress and streptozotocin-induced type 2 diabetic indices in Wistar albino rats. *South African Journal of Botany*, 128, 87–100, 2020.

ARAÚJO, M. N. P. Desenvolvimento e caracterização de filmes ativos de amido de milho aditivados com óleo essencial de cúrcuma (*Cúrcuma Longa L.*). 2021.88 f. Dissertação (Mestrado em Ciência de Materiais) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2021.

ARAÚJO, A. A. S.; MERCURI, L. P.; SEIXAS, S. R. S.; STORPIRTIS, S.; MATOS, J. R. Determinação dos teores de umidade e cinzas de amostras comerciais de guaraná utilizando métodos convencionais e análise térmica. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*, v. 42, n. 2, p. 269-277, 2006.

ASHOKKUMAR, V.; SALIM, M. R.; SALAM, Z.; SIVAKUMAR, P.; CHONG, C. T.; ELUMALAI, S.; SURESH V.; ANI, F. N. Production of liquid biofuels (biodiesel and bioethanol) from brown marine macroalgae *Padina tetrastrum*. *Energy Conversion and Management*, 135, 351–361, 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE PLÁSTICO. Perfil das Indústrias de Transformação e Reciclagem de Plástico no Brasil em 2022. 2023. Disponível em: <http://www.abiplast.org.br>. Acesso em: 11 jul. 2024.

BEETUL, K., GOPEECHUND, A., KAULLYSING, D., MATTAN-MOORGAWA, S., PUCHOOA, D., BHAGOOLI, R. Challenges and opportunities in the present era of marine algal applications. In: *Algae - Organisms for Imminent Biotechnology*. InTech, 2016.

BENITO-GONZÁLEZ, I.; GÖKSEN, G.; PÉREZ-BASSART, Z.; LÓPEZ-RUBIO, A.; SÁNCHEZ, R.; ALONSO, J. M.; GAVARA, R.; GALLUR, M.; MARTÍNEZ-SANZ, M. Pilot plant scale-up of the production of optimized starch-based biocomposites loaded with cellulosic nanocrystals from *Posidonia oceanica* waste biomass. *Food Packaging and Shelf Life*, 30, 100730, 2021.

BETTAIEB, F.; KHIARI, R.; HASSAN, M. L.; BELGACEM, M. N.; BRAS, J.; DUFRESNE, A.; MHENNI, M. F. Preparation and characterization of new cellulose nanocrystal from marine biomass *Posidonia oceanica*. *Industrial Crops and Products*, v. 72, p. 175-182, 2015.

BRAS, J.; HASSAN, M. L.; BRUZESSE, C.; HASSAN, E. A.; EL-WAKIL, N. A.; DUFRESNE, A. Mechanical, barrier, and biodegradability properties of bagasse cellulose whiskers reinforced natural rubber nanocomposites. *Industrial Crops and Products*, v. 32, n. 3, p. 627–633, 2010.

BRASIL É O 4º PAÍS DO MUNDO QUE MAIS GERA LIXO PLÁSTICO. WWF Brasil, 2020. Disponível em: <https://www.wwf.org.br/?70222/Brasil-e-o-4-pais-do-mundo-que-mais-gera-lixo-plastico>. Acesso em: 11 jul. 2024.

BHUTIYA, P. L.; MISRA, N.; RASHEED, M. A.; HASAN, S. Z. Nested seaweed cellulose fiber deposited with cuprous oxide nanorods for antimicrobial activity. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 117, n. 1, p. 435-444, 2018.

CARNEIRO, M; MARINHO-SORIANO, E. Macroalgas marinhas: biologia, ecologia e importância econômica. 2021.

CARVALHO, R. A. De; GROSSO, C. R. F. Efeito do tratamento térmico e enzimático nas propriedades de filmes de gelatina. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v.26, n. 3, p. 495-501, 2006.

CASTRO, T.M.R. Caracterização de bandejas termoformadas com fécula de mandioca. Faculdade de Ciências Agrônômicas, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” Botucatu –SP, 2002, p.90.

CHANDRA, J., GEORGE, N., e NARAYANANKUTTY, S. K. Isolation and characterization of cellulose nanofibrils from arecanut husk fibre. *Carbohydrate Polymers*, 142, 158–166, 2016.

CHEN, Y. W.; LEE, H. V.; JUAN, J. C.; PHANG, S.-M. Production of new cellulose nanomaterial from red algae marine biomass *Gelidium elegans*. *Carbohydrate Polymers*, 151, 1210–1219, 2016.

CHENG, M., KONG, R., ZHANG, R., WANG, X., WANG, J., & CHEN, M. Effect of glyoxal concentration on the properties of corn starch/poly (vinyl alcohol)/carvacrol nanoemulsion active films. *Industrial Crops and Products*. 2021.

CHING, Y. C.; NG, T. S. Effect of preparation conditions on cellulose from oil palm empty fruit bunch fiber. *BioResources*, v. 9, n. 4, p. 6373–6385, 2014.

DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. *Química de alimentos de fennema*. 2010.

DANGARAN, K.; TOMASULA, P. M.; QI, P. Structure and function of protein-based edible films and coatings. In: GONZÁLEZ-RODRÍGUEZ, L. (Ed.). *Edible films and coatings for food applications*. New York: Springer, 2009. p. 25–56.

DE NUNES, J. M. C.; DE PAULA, E. J. Estudos taxonômicos do gênero *Padina* Adanson (Dictyotaceae - Phaeophyta) no litoral do estado da Bahia, Brasil. *Acta Botânica Malacitana*, v. 25, p. 21-43, 2000.

DOH, H.; LEE, M. H.; WHITESIDE, W. S. Physicochemical characteristics of cellulose nanocrystals isolated from seaweed biomass. *Food Hydrocolloids*, v. 102, 2020.

DUFRESNE, A. Nanocellulose: a new ageless bionanomaterial. *Materials Today*, v. 16, n. 6, p. 220–227, 2013.

FABRA, M. J.; JIMÉNEZ, A.; ATARÉS, L.; TALENS, P.; CHIRALT, A. Effect of fatty acids and beeswax addition on properties of sodium caseinate dispersions and films. *Biomacromolecules*, v. 10, n. 6, 2009.

FABRIS, S.; FREIRE, M. T.; REYES, F. G. R. Embalagens plásticas: tipos de materiais, contaminação de alimentos e aspectos de legislação. *Revista Brasileira de Toxicologia*, v. 19, p. 59–70, 2006.

FARIAS, M. G. Elaboração e caracterização de filmes de amido e polpa de acerola por casting, extrusão termoplástico e termoprensagem. 2016. 188 f. Tese (Doutorado em Ciências e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, 2016.

GROSS, R. A. Biodegradable Polymers for the Environment. *Science*, 297(5582), 803–807, 2002.

GOUVEIA, E. R.; NASCIMENTO, R. T. do; SOUTO-MAIOR, A. M.; ROCHA, G. J. DE M. Validação de metodologia para caracterização química de bagaço de cana-de-açúcar. *Química Nova*, v. 32, n. 6, p. 1500-1503, 2006.

HAFID, H.S.; NOR'AINI, A.R.; MOKHTAR, M.N.; TALIB, A.T.; BAHARUDDIN, A.S.; KALSOM, M.S.U. Over production of fermentable sugar for bioethanol production from carbohydrate-rich Malaysian food waste via sequential acid enzymatic hydrolysis pretreatment. *Waste Management*, v. 67, 95-105, 2017.

HOJO, O.; ERNESTO, V. A. R. T.; RIBEIRO, C. A.; FISCARELLI, P.; FERTONANI, F. L. Comparação metodológica entre mufla convencional e automática para análise de umidade e cinzas em bagaço de cana. In: Congresso da Qualidade em Metrologia, 2008, São Paulo. Anais, São Paulo: REMESP, p. 1-6, 2008.

IAL – Instituto Adolfo Lutz. Métodos físico-químicos para análises de alimentos. 4. ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 1018p, 2008.

JASMANIA, L.; THIELEMANS, W. SMITH, J.; JOHNSON, L. Preparation of Nanocellulose and its Potential Application. *Journal of Nanomaterials*, Int. J. Nanomater. Nanotechnol. Nanomedicine, vol. 4, no. 2, pp. 014–021, 2018.

JOHAR, N.; AHMAD, I.; DUFRESNE, A. Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk. *Industrial Crops and Products*, v. 37, n. 1, p. 93-99, 2012.

JORGE, N. Embalagens para alimentos. São Paulo: Cultura Acadêmica; Universidade Estadual Paulista, Pró-Reitoria de Graduação, 2013. 194 p.

KAEWSARN, P.; YU, Q. Cadmium (II) removal from aqueous solutions by pre-treated biomass of marine alga *Padina* sp. *Environmental Pollution*, 112(2), 209–213, 2001.

LIM, J.; YEAP, S. P.; CHE, H. X. Characterization of magnetic nanoparticle by dynamic light scattering. *Nanoscale Research Letters*, 381(8), 2013.

LIU, Z.; LI, X.; XIE, W.; DENG, H. Extraction, isolation and characterization of nanocrystalline cellulose from industrial kelp (*Laminaria japonica*) waste. *Carbohydrate Polymers*, 173, 353–359, 2017.

LOPEZ, O.; GARCIA, M. A.; VILLAR, M. A.; GENTILI, A.; RODRIGUEZ, M. S.; ALBERTENGO, L; Thermo-compression of biodegradable thermoplastic corn starch films containing chitin and chitosan. *LWT - Food Science and Technology*, 57(1), 106–115, 2014.

MACHADO, B. A. S.; NUNES, I. L.; PEREIRA, F. V.; DRUZIAN, J. I. Desenvolvimento e avaliação da eficácia de filmes biodegradáveis de amido de mandioca com nanocelulose como reforço e com extrato de erva-mate como aditivo antioxidante. *Ciência Rural*, 2012.

MARTINS, M. P. Desenvolvimento e caracterização de filmes de fécula de mandioca (*Manihot esculenta*) reforçado com nanocelulose extraída de resíduo de pupunha (*Bactris gasipaes Kunth*). 2017.108 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2017.

MENDES, J. F.; PASCHOALIN, R.; CARMONA, V. B., SENA NETO, A. R.; MARQUES, A. C. P.; MARCONCINI, J. M.; MATTOSO, L. H. C.; MEDEIROS, E. S.; OLIVEIRA, J. E. Biodegradable polymer blends based on corn starch and thermoplastic chitosan processed by extrusion. *Carbohydrate Polymers*, 137, 452–458, 2016.

MIHHELS, K.; YOUSEFI, N.; BLOMSTER, J.; SOLADA, I.; SOLHI, L.; KONTTURI, E. Assessment of the alga *Cladophora glomerata* as a source for cellulose nanocrystals. *Biomacromolecules*, v. 24, p. 4672-4679, 2023.

MOHAMED, H. S.; SOLIMAN, N. K.; ABDELRHEEM, D. A.; RAMADAN, A. A.; ELGHANDOUR, A. H.; AHMED, S. A. Adsorption of Cd²⁺ and Cr³⁺ ions from aqueous solutions by using residue of *Padina gymnospora* waste as promising low-cost adsorbent. *Heliyon*, 2019.

MOON, R. J.; MARTINI, A.; NAIRN, J.; SIMONSEN, J.; YOUNGBLOOD, J. Cellulose nanomaterials review: structure, properties and nanocomposites. *Chemical Society Reviews*, v. 40, n. 7, p. 3941-3994, 2011.

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

MORIANA, R.; VILAPLANA, F.; EK, M. Cellulose nanocrystals from forest residues as reinforcing agents for composites: a study from macro- to nano-dimensions. *Carbohydrate Polymers*, v. 139, p. 139–149, 2016.

NUNES, J. M. C. de; PAULA, E. J. de. Estudos taxonômicos do gênero *Padina* Adanson (Dictyotaceae - Phaeophyta) no litoral do estado da Bahia, Brasil. *Acta Botanica Malacitana*, v. 25, p. 21-43, 2000

OGUNJOBI, J. K.; ADEWALE, A. I.; ADEYEMI, S. A. Cellulose nanocrystals from Siam weed: Synthesis and physicochemical characterization. *Heliyon*, v. 9, 2023.

OLIVEIRA, F. B. DE; BRAS, J.; PIMENTA, M. T. B.; CURVELO, A. A. DA S.; BELGACEM, M. N. Production of cellulose nanocrystals from sugarcane bagasse fibers and pith. *Industrial Crops and Products*, 93, 48–57, 2016.

OUN, A. A.; RHIM, J.-W. Characterization of nanocelluloses isolated from Ushar (*Calotropis procera*) seed fiber: effect of isolation method. *Materials Letters*, 168, 146–150, 2016.

PERUMAL, A. B.; NAMBIAR, R. B.; MOSES, J. A.; ANANDHARAMAKRISHNAN, C. Nanocellulose: Recent trends and applications in the food industry. *Food hydrocolloids*, v. 127, n. 107484, p. 107484, 2022.

PHANTHONG, P.; REUBROYCHAROEN, P.; HAO, X.; XU, G.; ABUDULA, A.; GUAN, G. Nanocellulose: Extraction and application. *Carbon Resources Conversion*, v. 1, n. 1, p. 32–43, 2018.

RAHMAN, M.; HOSSAIN; I.; HASSAN, M.; GHOS, B. C.; RAHMAN, S; GAFUR, A.; ALAM, A.; ZUHANEE, K. A. Cellulose nanocrystal (CNC) from okra plant (*Abelmoschus esculentus* L.) stalks as a reinforcement in bionanocomposite fabrication: Extraction, processing, and characterization study. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, v. 8, 2024.

RASHID, S.; DUTTA, H. Characterization of nanocellulose extracted from short, medium and long grain rice husks. *Industrial Crops and Products*, 2020.

RUSHDI, M. I. et al. A review on the pharmacological potential of the genus *Padina*. *South African Journal of Botany*, v. 141, p. 37-48, 2021.

SADIKU, E. R. *et al.* Biological, biomedical, and medical applications of graphene and graphene-based materials (G-bMs). In: *HANDBOOK OF GRAPHENE*. p. 1–41, 2019.

SAMIR, A. S. A.; ALLOIN, F.; DUFRESNE, A. Review of recent research into cellulosic whiskers, their properties and their application in nanocomposite field. *Biomacromolecules*, v. 6, p. 612-626, 2019.

SAMSALEE, N.; MEERASRI, J.; SOTHORNVIT, R. Rice husk nanocellulose: Extraction by high-pressure homogenization, chemical treatments and characterization. *Journal of Materials Processing and Characterization*, 2023.

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.

SINGH, P.; KAUR, G.; SINGH, A.; DAR B.N. Effect of montmorillonite and starch nanocrystals based biodegradable films loaded with lemongrass oil nanoemulsion on quality, enzymatic activity and shelf life of strawberry. *Food Chemistry Advances*, Volume 3, 2023.

SINGH, S.; GAIKWAD, K. K.; LEE, Y. S. Antimicrobial and antioxidant properties of polyvinyl alcohol bio composite films containing seaweedextracted cellulose nanocrystal and basil leaves extract. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 107, p. 1879-1887, 2018.

SHOJAEIARANI, J.; BAJWA, D. S.; CHANDA, S. Cellulose nanocrystal based composites: A review. *Composites Part C: Open Access*, v. 5, 2021.

SO, B.R.; YEO, H.J.; LEE, J.J.; JUNG, Y.H.; JUNG, S.K.; Cellulose nanocrystal preparation from *Gelidium amansii* and analysis of its anti-inflammatory effect on the skin in vitro and in vivo. *Carbohydrate Polymers*, v. 254, 2021.

TRIVEDI, N., GUPTA, V., REDDY, C. R. K., JHA, B. Enzymatic hydrolysis and production of bioethanol from common macrophytic green alga *Ulva fasciata* Delile. *Bioresource Technology*, 150, 106–112, 2013.

VASCONCELOS, Y. Planeta Plástico. *Revista Pesquisa FAPESP*, ed. 281, 2019. Disponível em: <https://revistapesquisa.fapesp.br/planeta-plastico/>. Acesso em: 10 jul. 2024.

WEBER, F. H.; COLLARES-QUEIROZ, F. P.; CHANG, Y. K. Caracterização físico-química, reológica, morfológica e térmica dos amidos de milho normal, ceroso e com alto teor de amilose. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 29, 2009.

WHISTLER, R. L.; BEMILLER, J. N.; PASCHALL, E. F. *Starch: Chemistry and Technology*. 3. ed. San Diego: Academic Press, 2009.

YANG, H.; TEJADO, A.; ALAM, N.; ANTAL, M.; VAN DE VEN, T. G. M. Films prepared from electrosterically stabilized nanocrystalline cellulose. *Langmuir*, v. 28, n. 20, p. 7834–7842, 2012.

ZAKI, M.; ABDUL KHALIL, H. P. S.; SABARUDDIN, F. A.; BAIRWAN, R. D.; OYEKANMI, A. A.; ALFATAH, T.; ABDULLAH, C. K. Microbial treatment for nanocellulose extraction from marine algae and its applications as sustainable functional material. *Bioresource Technology Reports*, v. 100811, 2021.

ZHOU, Y. M.; FU, S. Y.; ZHENG, L. M.; ZHAN, H.Y. Effect of nanocellulose isolation techniques on the formation of reinforced poly (vinyl alcohol) nanocomposite films. *Express Polymer Letters*, 6, 794–804, 2012.

ZHU, S.; SUN, H.; UM, T.; LI, Q.; RICHEL, A. Preparation of cellulose nanocrystals from purple sweet potato peels by ultrasound-assisted maleic acid hydrolysis. *Food Chemistry*, v. 403, 2023.