



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA – UESB**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E**  
**CIÊNCIA DE ALIMENTOS**



Área de Concentração: Ciência de Alimentos

**DESENVOLVIMENTO E AVALIAÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS DE**  
**CARBOXIMETILCELULOSE (CMC) COM INCORPORAÇÃO DE NANOCELULOSE**

Autora: Jessica Brito Santos Ferraz

Orientadora: Prof.<sup>a</sup> DSc. Cristiane Patrícia de Oliveira

ITAPETINGA  
BAHIA - BRASIL  
MARÇO DE 2024

**JESSICA BRITO SANTOS FERRAZ**

**DESENVOLVIMENTO E AVALIAÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS DE  
CARBOXIMETILCELULOSE (CMC) COM INCORPORAÇÃO DE NANOCELULOSE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos – PPGEAL, da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Alimentos.

**Orientadora:** Prof.<sup>a</sup> DSc. Cristiane Patrícia de Oliveira

**Coorientador:** Prof. DSc. Marcelo Franco

ITAPETINGA  
BAHIA - BRASIL  
MARÇO DE 2024

664.09 Ferraz, Jessica Brito Santos.  
F433d Desenvolvimento e avaliação de filmes biodegradáveis de carboximetilcelulose (CMC) com incorporação de nanocelulose. / Jessica Brito Santos Ferraz - Itapetinga: UESB, 2024.  
46f.

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos – PPGEAL, da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Alimentos. Sob a orientação da Prof.<sup>a</sup> D. Sc. Cristiane Patrícia de Oliveira e coorientação do Prof. D. Sc. Marcelo Franco.

1. Filmes biodegradáveis. 2. Bioplástico - Polímeros biodegradáveis. 3. Filmes biodegradáveis - Meio ambiente. I. Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia. Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu* em Engenharia e Ciência de Alimentos. II. Oliveira, Cristiane Patrícia de. III. Franco, Marcelo. IV. Título.

**CDD (21): 664.09**

Catálogo na fonte:

Adalice Gustavo da Silva – CRB/5-535  
Bibliotecária – UESB – Campus de Itapetinga-BA

Índice Sistemático para Desdobramento por Assunto:

1. Alimentos - Embalagens biodegradáveis - Sustentabilidade

## DECLARAÇÃO DE APROVAÇÃO

**Título:** “DESENVOLVIMENTO E AVALIAÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS DE CARBOXIMETILCELULOSE (CMC) COM INCORPORAÇÃO DE NANOCELULOSE”

**Autor (a):** JÉSSICA BRITO SANTOS FERRAZ

**Orientador (a):** Prof<sup>ª</sup>. DSc. Cristiane Patrícia de Oliveira

**Co-Orientador (a):** Prof<sup>º</sup>.DSc.Marcelo Franco

Aprovada como parte das exigências para obtenção do Título de ***MESTRE EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE ALIMENTOS, ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: CIÊNCIA DE ALIMENTOS***, pela Banca Examinadora.

Prof<sup>ª</sup>. DSc. Cristiane Martins Veloso  
(UESB)

Prof<sup>ª</sup>. DSc. Normane Mirele Chaves da Silva  
(IFBAIANO)

Prof<sup>ª</sup>. DSc. Cristiane Patrícia de Oliveira  
Orientadora - UESB  
Presidente da Banca

**Itapetinga-BA, 05 de março de 2024.**

"O sucesso é a soma de pequenos esforços repetidos dia após dia."

– Robert Collier

## AGRADECIMENTOS

*À Deus por ter me sustentado até aqui.*

*À Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, por ter me possibilitado desenvolver este trabalho.*

*À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado da Bahia (FAPESB), pela bolsa de estudos.*

*Aos membros da banca, Prof.<sup>a</sup> Cristiane Veloso e Prof.<sup>a</sup> Normane Mirele, pelas valorosas contribuições.*

*À minha orientadora, Prof.<sup>a</sup> Cristiane Patrícia, pela rica contribuição no meu desenvolvimento acadêmico e profissional.*

*Aos meus colegas de laboratório, agradeço pela convivência e troca de conhecimentos durante esse tempo.*

*À minha mãe Suelia e ao meu irmão Mateus, agradeço por serem a melhor família que eu poderia ter. Vocês são a minha motivação para lutar por um futuro melhor.*

*Ao meu esposo Rafael, pela compreensão e apoio dispensados a mim. Além de ser o meu maior incentivador, você foi minha base para que eu pudesse me dedicar à minha pesquisa. Muito obrigada!*

*Às minhas grandes amigas Cleide e Lys, pelo companheirismo e por toda ajuda. Vocês são presentes de Deus para mim.*

*E a todos que direta ou indiretamente contribuíram para esta conquista, meu MUITO OBRIGADA!!!*

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	9
LISTA DE TABELAS .....	10
RESUMO .....	11
ABSTRACT .....	12
I – REFERENCIAL TEÓRICO .....	13
1. INTRODUÇÃO GERAL .....	13
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....	14
2.1. Polímeros biodegradáveis .....	14
2.1.1. Processo de biodegradação de polímeros.....	15
2.1.2. Avaliação da biodegradação dos polímeros.....	16
2.2. Carboximetilcelulose (CMC) .....	17
2.3. Nanotecnologia .....	19
2.3.1. Nanocelulose .....	20
REFERÊNCIAS .....	23
II - OBJETIVOS .....	29
III – CAPÍTULO 1 - DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS DE CARBOXIMETILCELULOSE COM INCORPORAÇÃO DE NANOCELULOSE DE EUCALIPTO ( <i>Eucalyptus Grandis</i> ).....	30
RESUMO .....	30
1. INTRODUÇÃO .....	30
2. MATERIAL E MÉTODOS .....	31
2.1. Material .....	31
2.2. Elaboração dos filmes com adição da nanocelulose .....	31
2.3. Caracterização dos filmes .....	32
2.3.1 Análise de espessura .....	32
2.3.2. Determinação do Teor de Umidade .....	32
2.3.3. Determinação de solubilidade.....	32
2.3.4. Permeabilidade ao vapor d'água.....	33
2.3.5. Análise de opacidade.....	33
2.3.6. Percentual de Transparência .....	34
2.3.7. Propriedades mecânicas.....	34

2.3.8. Análise de modificações químicas por Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) .....	35
2.3.9. Análise termogravimétrica (TGA) .....	35
2.3.10. Biodegradabilidade.....	35
2.3.11. Análise estatística .....	36
<b>3. RESULTADO E DISCUSSÃO .....</b>	<b>36</b>
3.1. Espessura, teor de umidade, solubilidade e permeabilidade ao vapor d'água .....	36
3.2. Transparência e Opacidade .....	37
3.3. Propriedades mecânicas.....	38
3.4. Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) .....	39
3.5. Análise termogravimétrica .....	40
3.6. Análise de biodegradação .....	41
<b>4. CONCLUSÃO .....</b>	<b>42</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>43</b>



## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> – Fluxograma de classificação dos polímeros. Fonte: Calegari e Oliveira 2016 .....	15
<b>Figura 2</b> – Estrutura química da carboximetilcelulose. Fonte: Fagundes et al. 2015 .....	18
<b>Figura 3</b> – Nanocelulose de eucalipto ( <i>E. grandis</i> ). Fonte: A autora.....	21
<b>Figura 4</b> – Espectros de absorção FTIR para filmes de CMC puro e CMC com adição de nanocelulose e carboximetilcelulose e nanocelulose. ....	40
<b>Figura 5</b> – Curvas de TG e DTG para filme de CMC puro e CMC com 5%, 10%, 20% e 30% de nanocelulose.....	41
<b>Figura 6</b> – Filmes após 5 dias enterrados em solo .....	42

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> – Propriedades de espessura, teor de umidade, solubilidade e permeabilidade ao vapor d’água dos filmes de CMC incorporados com Nanocelulose .....	36
<b>Tabela 2</b> – Percentual de transparência e opacidade dos filmes de CMC incorporados com Nanocelulose .....	37
<b>Tabela 3</b> – Alongamento, tensão máxima e módulo de Young dos filmes de CMC incorporados com Nanocelulose .....	38

FERRAZ, Jessica Brito Santos. **Desenvolvimento e avaliação de filmes biodegradáveis de carboximetilcelulose (CMC) com incorporação de nanocelulose**. Itapetinga, BA: UESB, 2024. 47 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Alimentos, Área de Concentração em Ciência de Alimentos).

## RESUMO

A preocupação com o meio ambiente e o impacto negativo causado pela geração de resíduos plásticos tem crescido cada vez mais. Para minimizar esses danos é necessário encontrar meios para reduzir a geração desses resíduos. Na indústria de alimentos as embalagens biodegradáveis e o uso da nanotecnologia vêm sendo estudados como alternativas para diminuir o impacto negativo causado ao meio ambiente pelas embalagens plásticas sintéticas. Polímeros biodegradáveis, como a Carboximetilcelulose (CMC) e a nanocelulose são exemplos de alternativas que vem sendo estudadas para formar materiais adequados para substituírem os plásticos derivados do petróleo. Tendo em vista estas questões, o objetivo deste trabalho foi desenvolver filmes biodegradáveis de CMC incorporados com nanocelulose e avaliar suas características. Os filmes foram elaborados pelo método de *Casting*, utilizando como base polimérica a CMC, glicerol e a nanocelulose nas concentrações 5%, 10%, 20% e 30% em relação a massa de CMC. Após a produção dos filmes, eles foram avaliados quanto às propriedades mecânicas, térmicas, ópticas, de permeabilidade, solubilidade e biodegradabilidade. Além da avaliação das suas características por métodos espectrofotométricos. Os resultados mostraram que a maioria das propriedades estudadas não foram alteradas pela adição do nanocomposto aos filmes como umidade, solubilidade, permeabilidade ao vapor d'água e espessura. As análises espectrofotométricas mostraram que apesar de permanecerem com os picos e bandas similares, a nanocelulose exerceu efeito sobre a intensidade das bandas. Quanto a biodegradabilidade, observou-se que quanto maior a concentração de nanocelulose, maior a biodegradação do filme no mesmo período de tempo. A adição da nanocelulose aos filmes de CMC possibilitou obter filmes ambientalmente amigáveis e com boas características para serem utilizados no desenvolvimento de materiais para embalagens de alimentos.

**Palavras-chave:** Polímeros biodegradáveis; poluição ambiental; nanotecnologia; propriedades mecânicas.

FERRAZ, Jessica Brito Santos. **Development and evaluation of biodegradable carboxymethyl cellulose (CMC) films with incorporation of nanocellulose.** Itapetinga, BA: UESB, 2024. 47 p. Dissertation (Master in Food Engineering and Science, Area of Concentration in Food Science).

### **ABSTRACT**

Concern about the environment and the negative impact caused by plastic waste generation has been steadily increasing. To mitigate these damages, it is essential to find ways to reduce the production of this waste. In the food industry, biodegradable packaging and the use of nanotechnology have been studied as alternatives to lessen the negative environmental impact of synthetic plastic packaging. Biodegradable polymers, such as Carboxymethylcellulose (CMC) and nanocellulose, are examples of alternatives being investigated to create suitable materials to replace petroleum-based plastics. Given these concerns, the aim of this study was to develop biodegradable films made from CMC incorporated with nanocellulose and to evaluate their characteristics. The films were produced using the casting method, with CMC as the polymer base, glycerol, and nanocellulose at concentrations of 5%, 10%, 20%, and 30% relative to the mass of CMC. After production, the films were evaluated for mechanical, thermal, optical, permeability, solubility, and biodegradability properties, as well as through spectrophotometric methods. The results showed that most of the studied properties, such as moisture, solubility, water vapor permeability, and thickness, were not significantly altered by the addition of the nanocomposite. Spectrophotometric analyses indicated that although the peaks and bands remained similar, nanocellulose affected the intensity of the bands. Regarding biodegradability, it was observed that the higher the concentration of nanocellulose, the greater the degradation of the film within the same time frame. The addition of nanocellulose to CMC films enabled the development of environmentally friendly films with good characteristics for potential use in food packaging materials.

**Keywords:** Biodegradable polymers; environmental pollution; nanotechnology; mechanical properties.

## I – REFERENCIAL TEÓRICO

### 1. INTRODUÇÃO GERAL

Dentre os resíduos que se acumulam no meio ambiente, se destacam os plásticos derivados do petróleo. Estes materiais são muito utilizados em vários setores pela sua versatilidade de uso, além de ser um material de custo relativamente baixo. Contudo, os variados tipos de polímeros utilizados na produção de diferentes materiais de embalagens vêm causando diversos problemas ao meio ambiente (THOMPSON *et al.*, 2009; ANDRADY, 2011; JAMBECK *et al.*, 2015; ROCHMAN *et al.*, 2015; GEYER *et al.*, 2017) e diante dos efeitos negativos que estes materiais podem causar, os polímeros biodegradáveis e os derivados de fontes renováveis se tornaram uma alternativa viável para minimizar esses impactos negativos (SILVA *et al.*, 2013; DE MATOS, 2020).

Polímeros biodegradáveis são materiais que se degradam pela ação de microrganismos quando em condições favoráveis, podendo essa degradação ocorrer em semanas ou meses. Estes polímeros podem ser produzidos a partir de fontes naturais renováveis, sintetizados por bactérias ou utilizando material de fonte animal ou de fontes fósseis. Os polímeros derivados de fontes renováveis como por exemplo os polissacarídeos (celulose, amido, quitosana, pectina e outros) se destacam por serem os que provocam menos impactos negativos ao meio ambiente (REDDY *et al.*, 2013; MOHANTY *et al.*, 2018; WU *et al.*, 2021), e a carboximetilcelulose, um material de fonte renovável, também é utilizado para fabricação de materiais biodegradáveis (YARADODDI *et al.*, 2020).

A carboximetilcelulose (CMC) é um éster carboximético da celulose, onde grupos carboximetila são adicionados às unidades de glicose que compõem a celulose, conferindo-lhe características hidrofílicas e propriedades reológicas favoráveis (MERLE *et al.*, 1999; DOS SANTOS *et al.*, 2023). A CMC é reconhecida por sua capacidade de formar soluções viscosas em água, tornando-a um espessante eficaz em alimentos, produtos farmacêuticos e formulações industriais. Além disso, suas propriedades biodegradáveis e atóxicas contribuem para sua utilização em produtos de cuidados pessoais e aplicações biomédicas (WONG e RAMLI, 2014; NAMAZI *et al.*, 2016). É utilizada também como matriz polimérica, pois produz filmes transparentes e capazes de transportar diversos componentes ativos (FERNÁNDEZ-SANTOS *et al.*, 2022).

Os filmes produzidos a partir de carboximetilcelulose geralmente apresentam boas propriedades, como boa resistência mecânica e alta transparência, resistência a óleos, gorduras e solventes orgânicos, além do baixo custo de produção. Apesar das características parecidas com os plásticos convencionais observa-se que propriedades como barreira ao vapor d'água e solubilidade em água limitam sua aplicação para algumas áreas, por exemplo, embalagens para alimentos

(FRANCHETTI e MARCONATO, 2006; BRITO *et al.*, 2011; CURVELO, 2019; YILDIRIM-YALCIN *et al.*, 2022).

As propriedades dos polímeros que são utilizados na produção de embalagens para alimentos podem ser modificadas usando diferentes tecnologias, dentre elas a nanotecnologia, um campo multidisciplinar que surge com a finalidade de produzir materiais em escala nanométrica, geralmente entre 1 e 100 nanômetros (TOMKELSKI *et al.*, 2019; DIAS *et al.*, 2021). No desenvolvimento de embalagens para alimentos, nanopartículas podem ser incorporadas aos polímeros mudando suas características. Exemplos disto são o uso de nanocompostos para criar barreiras mais eficazes contra gases, umidade e microrganismos em embalagens que serão aplicadas na área de alimentos (DUNCAN, 2011; HUA e WANG, 2014).

Dentre os nanocompostos tem-se a nanocelulose, que é o conjunto das fibras de celulose em escala nanométrica. É um material natural, abundante e facilmente renovável. Pode ser extraída de diversas fontes naturais, como a polpa de madeira, folhas de abacaxi, pele de uva e até mesmo de algumas bactérias. É leve, resistente, de baixo custo e biodegradável, se tornando um material promissor para melhorar as características de polímeros (KALIA *et al.*, 2011; MACHADO *et al.*, 2014; MENDES *et al.*, 2022).

Diante do exposto, este trabalho teve como objetivo produzir filmes biodegradáveis à base de carboximetilcelulose com adição de nanocelulose e avaliar suas características.

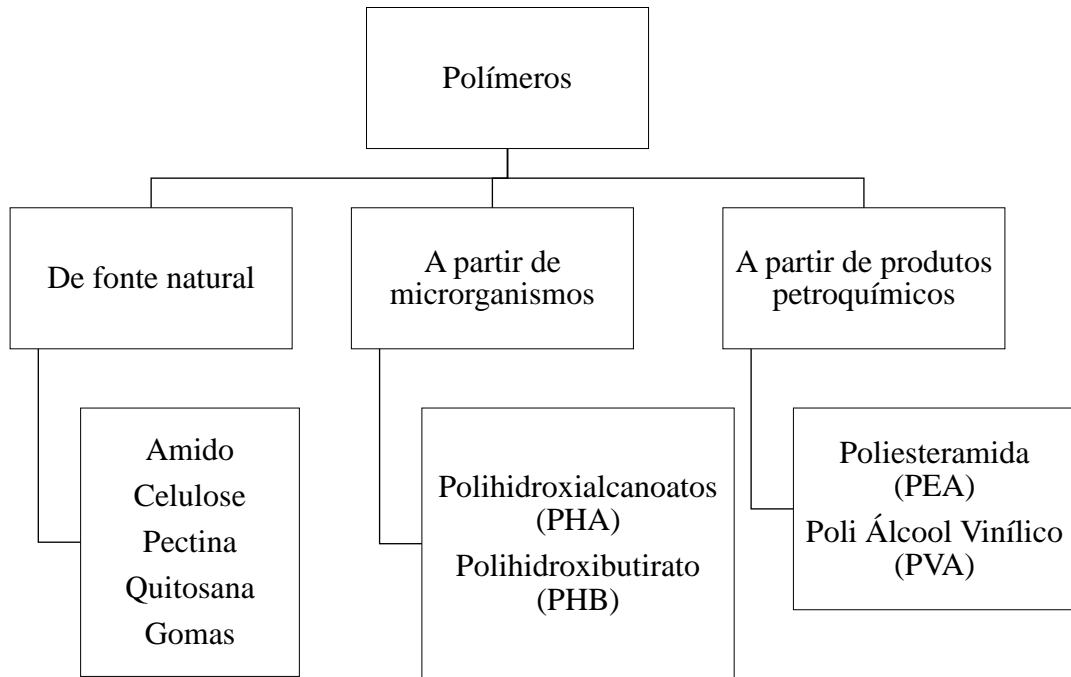
## **2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1. Polímeros biodegradáveis**

Polímeros biodegradáveis consistem em materiais compostos por moléculas extensas que se desintegram naturalmente no meio ambiente por meio da ação de microrganismos, como fungos, bactérias e outros organismos vivos. Os polímeros biodegradáveis são produzidos a partir de fontes renováveis e que se decompõem facilmente no ambiente. Podem ser produzidos a partir de diferentes matérias-primas e são utilizados principalmente na fabricação produtos ecológicos, materiais de construção e embalagens (DE MEDEIROS, 2020).

A decomposição dos polímeros biodegradáveis ocorre quando em condições adequadas de pH, umidade, oxigênio, temperatura e minerais, formando dióxido de carbono, água e biomassa. Estes materiais são usados principalmente para substituir materiais como o plástico derivado do petróleo, pois são mais amigáveis ao meio ambiente e se decompõem naturalmente em um espaço de tempo muito menor do que os plásticos de origem petroquímica (DA SILVA e RABELO, 2017).

Segundo Garavand *et al.* (2017), os polímeros biodegradáveis podem ser classificados em três categorias de acordo com sua origem: os naturais obtidos de polissacarídeos, como por exemplo, o amido, a celulose e seus derivados; os de origem microbiana como os polihidroxicanoatos; e os polímeros sintéticos biodegradáveis como o álcool polivinílico (PVA). A Figura 1 apresenta a classificação dos polímeros de acordo com sua origem.



**Figura 1** - Classificação dos polímeros

Fonte: Adaptado de Calegari e Oliveira (2016)

Com a crescente conscientização da população sobre a sustentabilidade, a utilização de polímeros biodegradáveis na produção de embalagens de alimentos é uma importante estratégia para diminuir a poluição plástica, visto que o seu tempo de decomposição é muito menor em comparação com embalagens produzidas com polímeros de origem petroquímica (RYDZ *et al.*, 2018; MANGARAJ *et al.*, 2019).

### 2.1.1. Processo de biodegradação de polímeros

A biodegradação refere-se à quebra de polímeros por microrganismos, como bactérias, fungos e outros agentes biológicos, em produtos finais mais simples, como água, dióxido de carbono, e biomassa. Esse processo é fundamental para reduzir a persistência de resíduos poliméricos no meio ambiente (MUTHUKUMAR e VEERAPPAPILLAI, 2015). Diferentes polímeros exibem diferentes graus de suscetibilidade à biodegradação. Polímeros biodegradáveis, como carboximetilcelulose (CMC), tendem a se degradar mais facilmente do que polímeros convencionais, como polietileno. Além disso, fatores ambientais, como temperatura, umidade e presença de microrganismos

específicos, desempenham um papel fundamental para a biodegradação destes materiais (HU *et al.*, 2010; SHINOZAKI *et al.*, 2012; AHMED *et al.*, 2018).

No processo de biodegradação, microrganismos produzem enzimas que quebram as ligações químicas dos polímeros, sob certas condições ambientais, desencadeando a degradação das cadeias poliméricas em componentes menores. A biodegradação se diferencia da degradação comum, onde a desintegração do polímero ocorre sob condições adversas e na ausência de microrganismos (HAIDER *et al.*, 2019).

Resumidamente pode-se dizer que a biodegradação dos polímeros ocorre em quatro fases distintas: Biodeterioração; Despolimerização; Bioassimilação e Mineralização. Na fase inicial, ocorre a formação de um biofilme microbiano, resultando na degradação superficial, onde o material polimérico se fragmenta em partículas menores. Os microrganismos presentes no biofilme secretam enzimas extracelulares, as quais catalisam a despolimerização da cadeia polimérica, resultando em oligômeros, dímeros ou monômeros. A absorção dessas moléculas menores pela célula microbiana, seguida pela produção de metabólitos primários e secundários, caracteriza o processo de assimilação. Na fase final, esses metabólitos são mineralizados, originando produtos, como CO<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O e N<sub>2</sub>, que são liberados no meio ambiente (LUCAS *et al.*, 2008; HAIDER *et al.*, 2019).

A biodegradação é geralmente considerada uma opção mais favorável do ponto de vista ambiental, pois os produtos finais são substâncias naturais que podem ser reintegradas no meio ambiente. No entanto, nem todos os polímeros são facilmente biodegradáveis, e o tempo necessário para a biodegradação pode variar de um polímero para outro (BADIA *et al.*, 2017).

### **2.1.2. Avaliação da biodegradação dos polímeros**

A avaliação da biodegradação de polímeros é essencial para entender seu impacto ambiental e determinar sua eficácia em termos de sustentabilidade. Existem diversos métodos de teste que permitem a análise da biodegradação de polímeros, cada um abordando diferentes aspectos do processo (HAIDER *et al.*, 2019). Dentre eles a biodegradação em solo, onde o polímero é enterrado no solo para avaliar sua degradação ao longo do tempo, simulando as condições ambientais (ASTM G160-03, 2003; CHEN *et al.*, 2022).

A biodegradação em solo é um método bastante utilizado, pois é possível observar o comportamento do polímero estudado em situações que mais se aproximam do que acontece quando estes são descartados no meio ambiente. Este teste se baseia em cobrir as amostras do polímero com solo, de forma que todas as suas partes fiquem em contato com o solo. Este solo pode ser coletado diretamente do meio ambiente ou preparado adicionando substratos para o crescimento de microrganismos. De forma geral, a cada dois dias o solo é irrigado para manter a umidade, e a cada



cinco dias as amostras são desenterradas e pesadas para acompanhar a perda de massa, possibilitando o cálculo da taxa de biodegradação (ASTM G160-03, 2003; MANGARAJ *et al.*, 2019). Com isso, é possível estimar em quanto tempo o polímero se desintegra quando descartado nos aterros sanitários.

Alguns estudos avaliaram a biodegradação de polímeros em solo (CHEN *et al.*, 2022; RANI *et al.*, 2024; GE *et al.*, 2024). Estes estudos mostraram que os filmes possuíam excelente biodegradabilidade, com uma rápida taxa de degradação sob condições simuladas, indicando filmes mais sustentáveis e mais ecologicamente corretos para serem utilizados na produção de embalagens, além de demonstrar a eficácia do método de análise aplicado para medir este parâmetro.

Filmes compósitos de álcool polivinílico (PVA)/goma xantana (XG) foram produzidos por Chen e colaboradores (2022) como potencial alternativa à sacola plástica comercial. A análise de biodegradação em solo foi realizada colocando em placas de Petri solo coletado de um jardim urbano. Posteriormente foi colocado pedaços do filme em contato com este solo e em seguida, foi borrifado água para manter a umidade. Os resultados obtidos através da análise de biodegradabilidade mostraram filmes altamente biodegradáveis pelos testes de degradação no solo, sendo totalmente biodegradados em 12 horas. Os filmes se mostraram um material com enorme capacidade para ser utilizado como substitutos das sacolas plásticas convencionais.

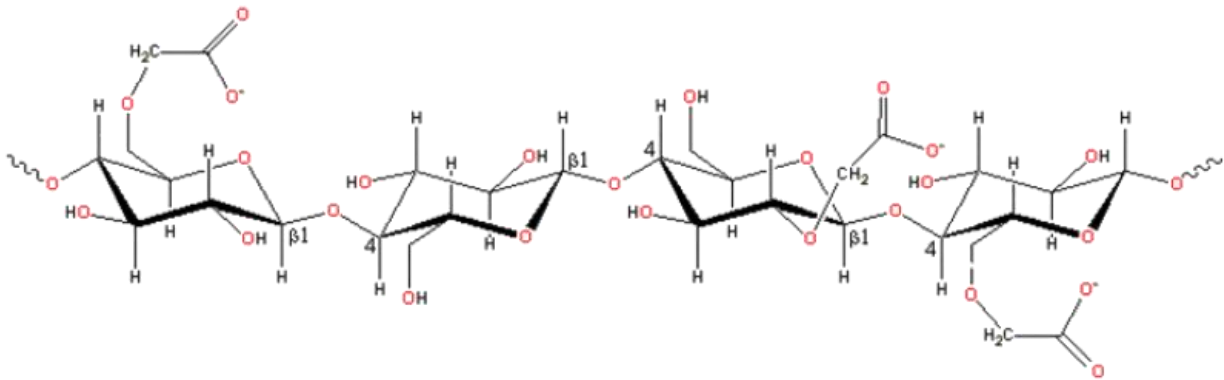
Gridull e colaboradores (2015), fizeram um estudo da degradação da blenda de poli(hidroxibutirato-cohidroxivalerato)/poli(L-ácido láctico) (PHBV/PLLA) em diferentes condições ambientais. Os autores notaram que a fração PHBV é a primeira a se degradar no solo, já a fração PLLA se reorganiza resultando em um aumento do grau de cristalinidade, decorrente da formação de novos cristais, ao longo do tempo de degradação.

Yaradoddi *et al.* (2020) desenvolveram um material biodegradável a base de carboximetilcelulose para aplicação em embalagens de alimentos, o filme resultante exibiu ótimas propriedades físico-químicas, de permeabilidade ao vapor de água e alta taxa de biodegradabilidade. Os autores concluíram que todos os filmes produzidos eram biodegradáveis em 7 e 10 dias, sendo a taxa de biodegradação de aproximadamente 96% nesse período de tempo.

## **2.2. Carboximetilcelulose (CMC)**

A carboximetilcelulose (CMC) é um copolímero, obtido a partir da celulose, que é o principal componente da parede das células vegetais. É um polímero solúvel em água, com características de estabilidade térmica e resistência a pH extremos. É amplamente utilizado na indústria alimentícia, farmacêutica, cosmética e de papel e celulose. Ele é usado como espessante, estabilizante, emulsionante, gelificante e agente suspensor. Sendo utilizado principalmente para melhorar a qualidade dos alimentos (SANTOS *et al.*, 2021, AREFIAN *et al.*, 2020).

A estrutura da CMC (Figura 2) é composta por duas unidades de  $\beta$ -D-glicose e  $\beta$ -D-glucopiranosose 2-O-carboximetil-sal monossódico, interligadas por meio de ligações  $\beta$ -1,4-glicosídicas ao longo da sua cadeia monomérica (MORAIS, 2020).



**Figura 2** – Estrutura química da carboximetilcelulose.

Fonte: Fagundes et al. (2015).

A CMC possui alta capacidade de produzir filmes com excelentes barreiras ao oxigênio devido ao empacotamento das moléculas que formam uma rede estrutural através de ligações de hidrogênio. Essa organização molecular pode levar a uma maior densidade e coesão na matriz polimérica, contribuindo para a redução da permeabilidade ao oxigênio. Devido a esses fatores, observa-se diversos estudos focados em produzir materiais com características parecidas ou superiores aos produzidos com polímeros petroquímicos, utilizando como base polimérica a CMC (OLIVEIRA *et al.*, 2006; LOPUSIEWICZ *et al.*, 2018).

Dashipour e colaboradores (2014), elaboraram filmes a base de CMC com óleo essencial de cravo e analisaram suas propriedades. Os resultados mostraram que a CMC foi capaz de interagir com os componentes do óleo essencial através dos grupos hidroxila, possibilitando melhorias nas características de solubilidade, permeabilidade ao vapor de água e resistência mecânica, além de demonstrar propriedades antioxidantes e antimicrobianas.

Kaewprachu *et al.* (2022), estudaram as propriedades mecânicas e físico-químicas de filmes a base de carboximetilcelulose da casca de palmeira jovem e farinha de arroz. Eles observaram que a adição da farinha de arroz diminuiu a resistência do filme, sendo que o TS foi reduzido de 33,36 Mpa, em filme de CMC puro, para 18,57 Mpa nos filmes com adição da farinha. A solubilidade e a permeabilidade ao vapor de água foram melhoradas, indicando que os filmes tem potencial de utilização.

Outros estudos mostram também que os filmes de CMC podem ser incorporados com outros compostos e ter suas características alteradas. Akhtar et al. (2018) produziram filmes à base de CMC

enriquecidos com polissacarídeos da casca de grão de bico, os resultados revelaram melhora nas propriedades de espessura, permeabilidade ao vapor de água e resistência à tração, além de exibirem potenciais efeitos antioxidantes sobre os radicais livres DPPH e ABTS. Simsek *et al.* (2020), investigaram o efeito da adição de óleo essencial obtido de diferentes plantas em filmes de CMC e observaram aumento na resistência à tração dos filmes, além disso os filmes de CMC mostraram propriedade antimicrobiana com a adição dos óleos apresentando bom potencial para aplicação em alimentos.

Nanoquitosana e nanocelulose foram adicionados às soluções de filmes de CMC por Jannatyha e colaboradores (2020), com o intuito de comparar as propriedades mecânicas, de barreira e antimicrobianas desses filmes. Os resultados revelaram que a adição desses compostos melhorou as características físicas e de barreira dos filmes de CMC. Para as propriedades mecânicas a adição da nanocelulose teve um efeito mais positivo, aumentando essas propriedades, já para a atividade antimicrobiana, a nanoquitosana foi mais efetiva. Ao final, foi concluído que os filmes desenvolvidos têm grande potencial para serem utilizados em embalagens de alimentos.

Observa-se que filmes de CMC puro apresentam algumas limitações que impedem ou dificultam a sua aplicação como embalagem para alimentos. São frágeis, possuem alta solubilidade e propriedades mecânicas moderadas, tornando necessário a incorporação de outros polímeros ou agentes de reforço, como por exemplo os nanomateriais, com o objetivo de melhorar as características destes filmes (SHAHBAZI *et al.*, 2016; YILDIRIM-YALCIN *et al.*, 2022).

### **2.3. Nanotecnologia**

A nanotecnologia é a ciência que estuda estruturas e materiais a nível nanométrico, essas estruturas possuem tamanho entre 1 e 100 nanômetros. Esta área de pesquisa foca na manipulação de átomos e moléculas para criar novos produtos e processos. O objetivo fundamental da nanotecnologia é criar materiais com propriedades únicas e melhorar as características de materiais já existentes. Ela também pode ser usada para tratar doenças, melhorar os alimentos, criar novas fontes de energia e desenvolver novos métodos de fabricação (FERNANDES e FILGUEIRAS, 2008; TONET e LEONEL, 2019).

Materiais com dimensões nanométricas possuem algumas propriedades físicas e químicas que os diferenciam de outros materiais. À medida que reduz o tamanho da partícula, aumenta a área superficial do mesmo, possibilitando uma maior interação do nanomaterial com o meio em que ele é inserido. Desta forma, o aumento da área superficial dos nanomateriais, potencializa as propriedades dessas partículas (SU *et al.*, 2019).

Na indústria de alimentos a nanotecnologia pode ser aplicada em diversas áreas, como no desenvolvimento de novos produtos funcionais, na produção de dispositivos como os nanossensores, e na produção de embalagens. A utilização de nanoestruturas na produção de embalagens para alimentos, contribui para a melhoria das suas características físicas e propriedades mecânicas, obtendo, assim, embalagens mais seguras, o que influencia diretamente na qualidade e segurança alimentar (MEDEIROS et al., 2012; GOMES et al., 2015; SOARES et al., 2015).

As embalagens de alimentos podem ser melhoradas em diversos aspectos, com o auxílio da nanotecnologia. A incorporação de nanomateriais pode melhorar propriedades físico-químicas, tais como estabilidade de temperatura, umidade, propriedades de barreira, resistência mecânica, durabilidade e flexibilidade, promovendo uma embalagem mais eficiente. Da mesma forma, a incorporação de nanomateriais com propriedades ativas, como antimicrobianas, antioxidantes e proteção UV, possibilita o desenvolvimento de embalagens com funcionalidades específicas como a preservação e aumento da vida de prateleira dos alimentos, mantendo sua qualidade por mais tempo. Além disso, no âmbito das embalagens inteligentes, é possível a utilização de nanossensores para a detecção de gases e substâncias indesejadas e identificação de produtos (RANJAN et al., 2014). A aplicação da nanotecnologia nas embalagens contribui para a evolução do setor alimentício, alinhando-se às demandas crescentes por produtos cada vez mais inovadores e seguros (PRIMOZIC et al., 2021).

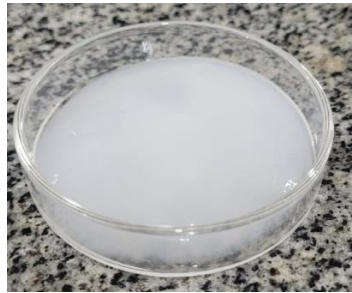
A aplicação de nanocompostos na área de embalagens de alimentos vem se mostrando uma tecnologia eficiente para a melhoria das características dos polímeros. Swaroop e Shukla (2018) desenvolveram filmes de Ácido polilático (PLA) reforçados com nanopartículas de óxido de magnésio, onde foi possível verificar que os filmes de PLA reforçados com 2% de nano-MgO apresentaram melhora na resistência à tração e nas propriedades de barreira ao oxigênio.

### **2.3.1. Nanocelulose**

A nanocelulose combina as características da celulose com a nanotecnologia, sendo um material com propriedades semelhantes às da celulose, produzido a partir de partículas nanométricas (KLEMM *et al.*, 2018). É um material biodegradável que possui excelentes características mecânicas, químicas, elétricas e ópticas. Além disso, é leve, resistente e de baixo custo. Estas propriedades tornam a nanocelulose uma escolha versátil para ser aplicada em diversos setores, como na indústria farmacêutica, de embalagens, materiais de construção, papel e produtos têxteis (KALIA et al., 2011; SEIXAS, 2018).

Existem três tipos de nanocelulose: a celulose nanocristalina (CNC), a celulose nanofibrilada (CNF) e a nanocelulose bacteriana. Os nanocristais de celulose são obtidos através da hidrólise ácida

e possui características de alta cristalinidade e elevada rigidez. A celulose nanofibrilada é obtida através da desintegração mecânica da polpa celulósica em água até atingir o tamanho nanométrico. Já a nanocelulose bacteriana é produzida por bactérias a partir de um meio de cultura rico em carboidratos (KLEMM *et al.*, 2011; VIEIRA, 2017). A nanocelulose pode ser obtida de várias fontes vegetais como folhas, caules e até mesmo de resíduos agrícolas e florestais, contribuindo para a proteção ambiental (GONZÁLEZ *et al.*, 2014; SCATOLINO *et al.*, 2017). Na Figura 3 é apresentada a nanocelulose obtida a partir da serragem de eucalipto (*E. grandis*).



**Figura 3** – Nanocelulose de eucalipto (*E. grandis*)

A nanocelulose tem sido utilizada como reforço em matrizes poliméricas devido a sua capacidade de melhorar as propriedades mecânicas, de barreira, ópticas, térmicas e dielétricas, além de ser biodegradável (MACHADO *et al.*, 2012; MACHADO *et al.*, 2014). A nanocelulose possui uma área superficial elevada devido à sua estrutura nanométrica. Isso resulta em uma maior interação com outros componentes do filme, melhorando a adesão entre as moléculas e, conseqüentemente, fortalecendo a estrutura geral do material (BALAKRISHNAN *et al.*, 2018; NOORBAKHSH-SOLTANI *et al.*, 2018; BHARIMALLA *et al.*, 2019; MAHARDIKA *et al.*, 2023).

Machado *et al.* (2014) desenvolveram filmes de amido de mandioca incorporados com nanocelulose da fibra de coco verde e plastificados com glicerol, os autores revelaram que estes materiais se mostraram promissores para o desenvolvimento de filmes biodegradáveis, além de constatarem que a presença da nanocelulose melhorou as propriedades mecânicas e diminuiu a solubilidade e a atividade de água dos filmes.

Fernández-Santos *et al.* (2022), produziram compósitos de nanocristais de celulose em combinação com nanofibrilas de celulose ou carboximetilcelulose para utilizá-los como filmes de embalagens funcionais, os filmes foram preparados pelo método de casting e foram misturados CNC/CMC e CNC/CNF nas proporções de 0/100, 20/80, 40/60, 50/50, 60/40, 80/20 e 100/0. Foi observado que tanto a CNF quanto o CMC promoveram melhoras nas propriedades dos filmes, como maior resistência à tração, alongamento, opacidade, permeabilidade ao vapor d'água e impermeabilidade ao oxigênio.

Li *et al.* (2020), isolaram nanocelulose de resíduos de casca de ervilha e adicionaram em filme de CMC. Os resultados mostraram que os filmes incorporados com a nanocelulose apresentaram melhorias na barreira UV, resistência mecânica, barreira ao vapor de água e estabilidade térmica. Tais resultados indicaram que a nanocelulose se mostrou bem dispersa na matriz polimérica formando um caminho para a difusão das moléculas de água, além disso, houve uma forte interação interfacial através das ligações de hidrogênio entre a nanocelulose e a matriz polimérica CMC.

Santos *et al.* (2021) desenvolveram filmes comestíveis a base de CMC contendo nanopartículas de quitosana e cúrcuma longa com a finalidade de reforçar as propriedades naturais desse polímero. Os resultados apontaram uma melhora nas propriedades físicas, mecânicas e de barreira desses materiais, além de revelar um aumento na hidrofobicidade desses filmes.

A adição de nanocelulose à polímeros biodegradáveis, pode ser uma alternativa de melhorar suas características e potencializar o uso de materiais biodegradáveis na produção de embalagens. Desta forma, esta adição pode aumentar as propriedades mecânicas dos polímeros e melhorar suas propriedades térmicas e de barreira a água. Diminuindo-se as limitações, a utilização destes materiais se torna cada vez mais possível (JI *et al.*, 2023).

## REFERÊNCIAS

- AHMED, T.; SHAHID, M.; AZEEM, F.; RASUL, I.; SHAH, A. A.; NOMAN, M.; HAMEED, A.; MANZOOR, N.; MANZOOR, I.; MUHAMMAD, S. Biodegradation of plastics: current scenario and future prospects for environmental safety. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 25, n. 8, p. 7287–7298, 2018.
- AKHTAR, H. M. S., RIAZ, A., HAMED, Y. S., ABDIN, M., CHEN, G., WAN, P., & ZENG, X. Production and characterization of CMC-based antioxidant and antimicrobial films enriched with chickpea hull polysaccharides. **International journal of biological macromolecules**, v. 118, p. 469-477, 2018.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. *G160-03*: standard practice for evaluating microbial susceptibility of nonmetallic materials by laboratory soil burial. ASTM; 2003.
- ANDRADY, A. L. Microplásticos no ambiente marinho. **Boletim de poluição marinha**, v. 62, n. 8, pág. 1596-1605, 2011.
- AREFIAN, M., HOJJATI, M., TAJZAD, I., MOKHTARZADE, A., MAZHAR, M., & JAMAVARI, A. A review of Polyvinyl alcohol/Carboxymethyl cellulose (PVA/CMC) composites for various applications. **Journal of Composites and Compounds**, v. 2, n. 3, p. 69-76, 2020.
- BADIA, J. D.; GIL-CASTELL, O.; RIBES-GREUS, A. Long-term properties and end-of-life of polymers from renewable resources. **Polymer Degradation and Stability**, v. 137, p. 35-57, 2017.
- BHARIMALLA, A. K., PATIL, P. G., MUKHERJEE, S., YADAV, V., & PRASAD, V. Nanocellulose-polymer composites: novel materials for food packaging applications. **Polymers for agri-food applications**, p. 553-599, 2019.
- CALEGARI, E. P. & OLIVEIRA, B. F. Compósitos a partir de materiais de fontes renováveis como alternativa para o desenvolvimento de produtos. Sustentabilidade em debate [recurso eletrônico]. Brasília, DF. Vol. 7, n. 1, p. 140-155, 2016.
- CHEN, J., ZHENG, M., TAN, K. B., LIN, J., CHEN, M., & ZHU, Y. Polyvinyl alcohol/xanthan gum composite film with excellent food packaging, storage and biodegradation capability as potential environmentally-friendly alternative to commercial plastic bag. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 212, p. 402-411, 2022.
- CURVELO, A. A. S. A pesquisa em biopolímeros, polímeros verdes e polímeros Biodegradáveis no Brasil. Anais, 2019. DA SILVA, Fernando Afonso; RABELO, Denilson. O Uso Sustentável de Polímeros. **Revista Processos Químicos**, v. 11, n. 21, p. 9-16, 2017.
- DASHIPOUR, A., KHAKSAR, R., HOSSEINI, H., SHOJAEI-ALIABADI, S., & GHANATI, K. Physical, antioxidant and antimicrobial characteristics of carboxymethyl cellulose edible film cooperated with clove essential oil. **Zahedan Journal of research in medical Sciences**, v. 16, n. 8, 2014.

- DE MATOS, A. T. **Poluição ambiental: impactos no meio físico**. Editora UFV, 2020.
- DE MEDEIROS, K. M. & DE LIMA, C. A. P. Novas tendências sustentáveis: os biopolímeros e os polímeros biodegradáveis. In: **CONGRESSO NACIONAL DE PESQUISA E ENSINO EM CIÊNCIAS**, 5º, 2020.
- DIAS, B. P.; RIBEIRO, E. M. C., GONÇALVES, R. L.; OLIVEIRA, D. S.; FERREIRA, T. H.; MELLO, B. et al. A nanotecnologia no brasil e o desenvolvimento de produtos com atividade antimicrobiana. **Química Nova**, v. 44, p. 1084-1092, 2021.
- DUNCAN, T. V. Applications of nanotechnology in food packaging and food safety: barrier materials, antimicrobials and sensors. **Journal of colloid and interface science**, v. 363, n. 1, p. 1-24, 2011.
- FERNANDES, M. F. M.; FILGUEIRAS, C. AL. Um panorama da nanotecnologia no Brasil (e seus macro-desafios). **Química Nova**, v. 31, p. 2205-2213, 2008.
- Fernández-Santos, J., Valls, C., Cusola, O., & Roncero, M. B. Composites of cellulose nanocrystals in combination with either cellulose nanofibril or carboxymethylcellulose as functional packaging films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 211, p. 218-229, 2022.
- FRANCHETTI, S. M. M.; MARCONATO, J. C. Polímeros biodegradáveis-uma solução parcial para diminuir a quantidade dos resíduos plásticos. **Química Nova**, v. 29, p. 811-816, 2006.
- GARAVAND, F.; ROUHI, M.; RAZAVI, S. H.; CACCIOTTI, I.; MOHAMMADI, R. Improving the integrity of natural biopolymer films used in food packaging by crosslinking approach: A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 104, p. 687-707, 2017.
- GE, J., LU, W., ZHANG, H., GONG, Y., WANG, J., XIE, Y., ... & DENG, X. Exploring sustainable food packaging: Nanocellulose composite films with enhanced mechanical strength, antibacterial performance, and biodegradability. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 259, p. 129200, 2024.
- GEYER, R.; JAMBECK, J. R.; LAW, K. L. Production, use, and fate of all plastics ever made. **Science advances**, v. 3, n. 7, p. e1700782, 2017.
- GOMES, R. C., PASTORE, V. A. A., MARTINS, O. A., & BIONDI, G. F. Aplicações da nanotecnologia na indústria de alimentos. Uma Revisão. **Revista Brasileira de Higiene e Sanidade Animal**, v. 9, n. 1, p. 1-8, 2015.
- GONZÁLEZ, I., ALCALA, M., CHINGA-CARRASCO, G., VILASECA, F., BOUFI, S., & MUTJÉ, P. From paper to nanopaper: evolution of mechanical and physical properties. **Cellulose**, v. 21, p. 2599-2609, 2014.
- HAIDER, T. P., VÖLKER, C., KRAMM, J., LANDFESTER, K., & WURM, F. R. Plastics of the future? The impact of biodegradable polymers on the environment and on society. **Angewandte Chemie International Edition**, 58(1), 50-62, 2019.



HUA, S., & WANG, Z. "Nanotechnology-based delivery systems for food antimicrobials." **In Food Control**, 40, 187–197, 2014.

JAMBECK, J. R., GEYER, R., WILCOX, C., SIEGLER, T. R., PERRYMAN, M., ANDRADY, A., ... & LAW, K. L. Plastic waste inputs from land into the ocean. **Science**, v. 347, n. 6223, p. 768-771, 2015.

JANNATYHA, N., SHOJAEI-ALIABADI, S., MOSLEHISHAD, M., & MORADI, E. Comparing mechanical, barrier and antimicrobial properties of nanocellulose/CMC and nanochitosan/CMC composite films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 164, p. 2323-2328, 2020.

JI, Q., ZHOU, C., LI, Z., BOATENG, I. D., & LIU, X. Is nanocellulose a good substitute for non-renewable raw materials? A comprehensive review of the state of the art, preparations, and industrial applications. **Industrial Crops and Products**, v. 202, p. 117093, 2023.

KAEWPRACHU, P., JAISAN, C., KLUNKLIN, W., PHONGTHAI, S., RAWDKUEN, S., & TONGDEESOONTORN, W. Propriedades mecânicas e físico-químicas de filmes compostos de biopolímero à base de carboximetilcelulose de casca de palmeira jovem e farinha de arroz. **Polímeros**, v. 14, n. 9, pág. 1872, 2022.

KALIA, S.; DUFRESNE, A; CHERIAN, B. M.; KAITH, B. S.; AVÉROUS, L.; NJUGUNA, J.; NASSIOPOULOS, E. Cellulose-based bio-and nanocomposites: a review. **International journal of polymer science**, v. 2011, 2011.

KLEMM, D., CRANSTON, E. D., FISCHER, D., GAMA, M., KEDZIOR, S. A., KRALISCH, D., ... & RAUCHFUß, F. Nanocellulose as a natural source for groundbreaking applications in materials science: Today's state. **Materials Today**, v. 21, n. 7, p. 720-748, 2018.

LOPUSIEWICZ, Ł.; JEŃDRA, F.; MIZIELIŃSKA, M. New poly (lactic acid) active packaging composite films incorporated with fungal melanin. **Polymers**, v. 10, n. 4, p. 386, 2018.

LUCAS, N., BIENAIME, C., BELLOY, C., QUENEUDEC, M., SILVESTRE, F., NAVASAUCEDO, J.-E. Polymer biodegradation: Mechanisms and estimation techniques – A review. **Chemosphere**, v. 73, n. 4, p. 429–442, 2008.

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**, v. 42, p. 2085-2091, 2012.

MACHADO, B. A., REIS, J. H., SILVA, J. B. D., CRUZ, L. S., NUNES, I. L., PEREIRA, F. V., & DRUZIAN, J. I. Obtenção de nanocelulose da fibra de coco verde e incorporação em filmes biodegradáveis de amido plastificados com glicerol. **Química Nova**, v. 37, p. 1275-1282, 2014.

MAHARDIKA, M., AMELIA, D., & SYAFRI, E. Applications of nanocellulose and its composites in bio packaging-based starch. **Materials Today: Proceedings**, v. 74, p. 415-418, 2023.

MANGARAJ, S., YADAV, A., BAL, L. M., DASH, S. K., & MAHANTI, N. K. Application of biodegradable polymers in food packaging industry: A comprehensive review. **Journal of Packaging Technology and Research**, v. 3, p. 77-96, 2019.

MEDEIROS, B. G. S.; MEDEIROS, S.; PINHEIRO, A. C.; TEIXEIRA, J. A.. Polysaccharide/protein nanomultilayer coatings: construction, characterization and evaluation of their effect on 'Rocha' pear (*Pyrus communis* L.) shelf-life. **Food and Bioprocess Technology**, v. 5, n. 6, p. 2435-2445, 2012.

MENDES, A. R.; VANDERLEI, R. D.; BASSO, M. A. Análise do processo de dispersão da nanocelulose cristalina para a produção de compósitos cimentícios. **Ambiente Construído**, v. 23, p. 183-196, 2022.

MOHANTY, A. K., VIVEKANANDHAN, S., PIN, J. M., & MISRA, M. Composites from renewable and sustainable resources: Challenges and innovations. **Science**, v. 362, n. 6414, p. 536-542, 2018.

MORAIS, M. A. P. **Produção e caracterização de bioplásticos de goma guar e carboximetilcelulose reticulados em diferentes concentrações de ácido cítrico**. 2020. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco.

MUTHUKUMAR, A. & VEERAPPAPILLAI, S. Biodegradation of plastics - a brief review. **International Journal of Pharmaceutical Sciences Review and Research**, v. 31, n. 2, p. 204-209, 2015.

NOORBAKHS-SOLTANI, S. M.; ZERAFAT, M. M.; SABBAGHI, S. J. C. P. A comparative study of gelatin and starch-based nano-composite films modified by nano-cellulose and chitosan for food packaging applications. **Carbohydrate polymers**, v. 189, p. 48-55, 2018.

OLIVEIRA, A. F. et al. Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Biofilmes obtidos a partir de Carboximetilcelulose e Alginato de Sódio na liberação de nutrientes, in: Anais do 17º CBECIMat - **Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, 17, p. 7858- 7869, Foz do Iguaçu - PR, Brasil, 2006.

RANI, S., LAL, S., KUMAR, S., KUMAR, P., NAGAR, J. K., & KENNEDY, J. F. Utilization of marine and agro-waste materials as an economical and active food packaging: Antimicrobial, mechanical and biodegradation studies of O-Carboxymethyl chitosan/pectin/neem composite films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 254, p. 128038, 2024.

REDDY, M. M.; VIVEKANANDHAN, S.; MISRA, M.; BHATIA, S. K. Biobased plastics and bionanocomposites: Current status and future opportunities. **Progress in polymer science**, v. 38, n. 10-11, p. 1653-1689, 2013.

ROCHMAN, C. M., TAHIR, A., WILLIAMS, S. L., BAXA, D. V., LAM, R., MILLER, J. T., ... & TEH, S. J. Anthropogenic debris in seafood: Plastic debris and fibers from textiles in fish and bivalves sold for human consumption, **Scientific Reports**, 2015.

SANTOS, V. S., SANTOS, V. S. D., FERNANDES, R. D. S., FERREIRA JÚNIOR, C. R., AOUADA, F. A., AMÉRICO-PINHEIRO, J. H., & MOURA, M. R. D. Evaluation and

characterization of edible carboxymethylcellulose biofilm containing chitosan nanoparticles and turmeric. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 26, 2021.

SCATOLINO, M. V., BUFALINO, L., MENDES, L. M., GUIMARAES JUNIOR, M., & TONOLI, G. H. D. Impact of nanofibrillation degree of eucalyptus and Amazonian hardwood sawdust on physical properties of cellulose nanofibril films. **Wood Science and Technology**, v. 51, p. 1095-1115, 2017.

SEIXAS, M. V. S. **Obtenção de nanocelulose a partir de bagaço de cana-de-açúcar e incorporação em EVA**. 2018. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

SHAHBAZI, M., AHMADI, S. J., SEIF, A., & RAJABZADEH, G. (2016). Carboxymethyl cellulose film modification through surface photo-crosslinking and chemical crosslinking for food packaging applications. **Food Hydrocolloids**, 61, 378–389.

SILVA, C. O.; SANTOS, G. M.; SILVA, L. N. A degradação ambiental causada pelo descarte inadequado das embalagens plásticas: estudo de caso. **Revista Eletrônica em Gestão, Educação e Tecnologia Ambiental-REGET**, v. 13, n. 13, p. 2683-2689, 2013.

SIMSEK, M.; EKE, B.; DEMIR, H. Characterization of carboxymethyl cellulose-based antimicrobial films incorporated with plant essential oils. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 163, p. 2172-2179, 2020.

SOARES, N. F. F. et al. Novos desenvolvimentos e aplicações em embalagens de alimentos. **Ceres**, v. 56, n. 4, 2015.

SU, L., OU, Q., CAO, L. N., DU, Q., & PUI, D. Y. A new instrument prototype to measure the geometric surface area of nanoparticles with a time resolution of 1s. **Journal of Aerosol Science**, v. 132, p. 32-43, 2019.

SWAROOP, C. e SHUKLA, M. Nano-magnesium oxide reinforced polylactic acid biofilms for food packaging applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 113, p. 729-736, 2018.

TOMKELSKI, M. L.; SCREMIN, G.; FAGAN, S. B. Ensino de Nanociência e Nanotecnologia: perspectivas manifestadas por professores da educação básica e superior. **Ciência & Educação (Bauru)**, v. 25, p. 665-683, 2019.

TONET, M. D. & LEONEL, A. A. Nanociência e Nanotecnologia: uma revisão bibliográfica acerca das contribuições e desafios para o ensino de Física. **Caderno Brasileiro de Ensino de Física**, v. 36, n. 2, p. 431-456, 2019.

WU, F.; MISRA, M.; MOHANTY, A. K. Challenges and new opportunities on barrier performance of biodegradable polymers for sustainable packaging. **Progress in Polymer Science**, v. 117, p. 101395, 2021.

YARADODDI, J. S., BANAPURMATH, N. R., GANACHARI, S. V., SOUDAGAR, M. E. M., MUBARAK, N. M., HALLAD, S., ... & FAYAZ, H. Biodegradable carboxymethyl cellulose based material for sustainable packaging application. **Scientific reports**, v. 10, n. 1, p. 21960, 2020.

YILDIRIM-YALCIN, M.; TORNUK, F.; TOKER, O. S. Recent advances in the improvement of carboxymethyl cellulose-based edible films. **Trends in Food Science & Technology**, 2022.

## **II - OBJETIVOS**

### **Objetivo geral**

Avaliar a influência da incorporação de nanocelulose nas características dos filmes biodegradáveis à base de carboximetilcelulose.

### **Objetivos específicos**

- Produzir filmes biodegradáveis de carboximetilcelulose com adição da nanocelulose em diferentes concentrações;
- Caracterizar os filmes produzidos;
- Avaliar a influência da nanocelulose nas características dos filmes.

### III – CAPÍTULO 1 - DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS DE CARBOXIMETILCELULOSE COM INCORPORAÇÃO DE NANOCELULOSE DE EUCALIPTO (*Eucalyptus Grandis*)

#### RESUMO

Polímeros biodegradáveis e/ou de fontes renováveis, como a carboximetilcelulose (CMC), surgem como uma alternativa sustentável para substituir os plásticos convencionais que representam boa parte dos resíduos acumulados no meio ambiente. No entanto, estes materiais quando comparados aos polímeros derivados do petróleo possuem algumas limitações, tais como, alta solubilidade em água; propriedades mecânicas mais fracas e menores permeabilidade ao vapor d'água e ao oxigênio. Desta forma, o uso de novas tecnologias como a inclusão de nanocompostos como a nanocelulose podem ajudar a produzir materiais mais resistentes e com propriedades melhoradas. Neste trabalho foram produzidos filmes de CMC puros e filmes de CMC incorporados com nanocelulose de eucalipto (*E. grandis*) nas proporções de 5%, 10%, 20% e 30% em relação a massa de CMC, pelo método de *casting*. Estes filmes foram avaliados quanto às características de solubilidade, umidade, permeabilidade ao vapor de água, espessura, propriedades ópticas, mecânicas, térmicas, presença de grupos funcionais por FTIR e biodegradabilidade. Os resultados mostraram que ao adicionar 30% de nanocelulose houve uma melhora no Módulo de Young, que passou de 4408 Mpa, do filme controle, para 6791,7 Mpa no filme com 30%. Além disso, a biodegradabilidade dos filmes produzidos foi intensificada com a adição do nanocomposto acelerando o processo de biodegradação de 15 dias para 10 dias. Conclui-se então que, os filmes elaborados possuem potencial de aplicação para embalagens de alimentos, além de serem facilmente biodegradados no meio ambiente.

**Palavras-chave:** Polímeros biodegradáveis; poluição ambiental; nanotecnologia; propriedades mecânicas.

#### 1. INTRODUÇÃO

O uso generalizado de embalagens plásticas é impulsionado pela sua versatilidade, custo relativamente baixo e aplicabilidade em diversos setores. No entanto, essa prática contribui significativamente para problemas ambientais, como o aumento do efeito estufa, a poluição marinha, o esgotamento de recursos naturais e a formação de microplásticos, durante toda a cadeia do plástico, desde a sua fabricação, descarte inadequado até a sua degradação (GEYER *et al.*, 2017).

Os polímeros biodegradáveis podem ser uma solução promissora para reduzir os danos ao meio ambiente. Estes polímeros possuem a capacidade única de se decompor de forma natural, facilitando a diminuição do acúmulo de resíduos plásticos persistentes. Uma das principais vantagens dos polímeros biodegradáveis é a redução do impacto ambiental ao longo do ciclo de vida do produto.

Em contraste com os plásticos tradicionais, que podem permanecer no ambiente por centenas de anos, os polímeros biodegradáveis se degradam em um espaço de tempo bem menor. A biodegradação é um processo natural no qual microrganismos, como bactérias e fungos, transformam os materiais orgânicos em componentes mais simples que podem ser reinseridos no meio ambiente sem causar danos (RESTREPO-FLÓREZ *et al.*, 2014).

A carboximetilcelulose (CMC) é um polímero resultante da adição de grupos carboximetila às unidades de glicose da celulose. Possui grande capacidade de formação de gel, se tornando um excelente espessante na indústria alimentícia. Também é utilizado como matriz polimérica, pois possui algumas características desejáveis como transparência, solubilidade em água, não tóxico, não alergênico e resistente a óleos e gorduras (DASHIPOUR *et al.*, 2014). Porém, algumas características dos filmes de CMC, tais como alta solubilidade e baixa resistência mecânica, limitam a sua aplicação, sendo necessário a incorporação de outros compostos para melhorar essas propriedades.

A nanocelulose pode ser proveniente de várias fontes, como madeira, serragem, cascas de frutas, resíduos agrícolas, entre outros. De forma geral, ela pode ser dividida em três tipos: nanocristais de celulose (CNC), nanofibrilas de celulose (CNF) e nanocelulose bacteriana (BNC) (ZINGE e KANDASUBRAMANIAN, 2020; PERERA *et al.*, 2023). Devido às suas características, como biocompatibilidade, biodegradabilidade e alta resistência mecânica, a nanocelulose vem sendo amplamente estudada para aplicação como reforço em embalagens biodegradáveis (LU *et al.*, 2021).

Diante do exposto, este trabalho teve como objetivo elaborar filmes de CMC incorporados com nanocelulose e avaliar a influência do nanocomposto nas características finais dos filmes.

## **2. MATERIAL E MÉTODOS**

### **2.1. Material**

Para a realização deste trabalho, foi utilizada a nanocelulose de eucalipto fornecida pelo Laboratório de Biotransformação e Biocatálise Orgânica da Universidade Estadual de Santa Cruz, localizada na cidade de Ilhéus – BA. Além da nanocelulose, para elaboração dos filmes foram utilizados carboximetilcelulose sal sódico (Neon Comercial – Suzano, SP) e glicerol, estes materiais foram fornecidos pelo Laboratório de Análise de Alimentos da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Campus de Itapetinga - BA.

### **2.2. Elaboração dos filmes com adição da nanocelulose**

Os filmes foram elaborados pelo método de *casting*, segundo a metodologia descrita por Kurek *et al.* (2019) com adaptações, onde o polímero é adicionado em uma solução aquosa, sob aquecimento e agitação magnética constante (25 rpm), em cuba ultrassônica digital (Soniclean – Sanders), por 30 minutos ou até que a solução fosse completamente homogeneizada. Para elaboração

dos filmes utilizou-se 2,1g do polímero carboximetilcelulose (CMC) e 210 mL de água destilada. Com a solução solubilizada foi adicionado o plastificante glicerol (17% em relação a massa do polímero) e a nanocelulose, desta forma, uma solução filmogênica foi obtida. Essa solução foi dispersa em placas de vidro de 23x33 cm<sup>2</sup> e colocadas para secar em uma estufa a 40°C com circulação forçada de ar durante 24h para evaporação total do solvente. As concentrações da nanocelulose incorporadas na solução filmogênica foram de 5%, 10%, 20% e 30% em relação ao peso em massa de CMC, também foram elaborados filmes sem adição de nanocelulose. Todos os filmes foram elaborados em quatro repetições.

### 2.3. Caracterização dos filmes

Antes de caracterizar os filmes, estes ficaram condicionados em dessecador contendo cloreto de bário (BaCl<sub>2</sub>) em pó por 48 h a 25°C.

#### 2.3.1 Análise de espessura

A determinação da espessura seguiu o método proposto por Escobar *et al.* (2009). As espessuras dos filmes foram obtidas através de um micrômetro digital (PIK B-Pantec, Model IP54, São Paulo, Brasil) com resolução na ordem de 0,001 milímetros (mm). A medição foi realizada aleatoriamente, analisando dez pontos diferentes, sendo estes pontos centrais, laterais e extremidades. Com esta medição foram obtidas as médias dos valores para determinação da espessura dos filmes.

#### 2.3.2. Determinação do Teor de Umidade

Para a determinação do teor de umidade dos filmes, as amostras foram previamente pesadas e armazenadas em estufa a 105°C por 24h, logo após foram pesadas novamente para realizar os cálculos. Os testes foram realizados em triplicata. A umidade foi obtida pela Equação 1.

$$\text{Teor de umidade, \%} = \frac{(m_{\text{inicial}} - m_{\text{final}})}{m_{\text{inicial}}} \times 100 \quad (\text{Eq. 1})$$

Onde:

- $m_{\text{inicial}}$  = massa da amostra antes da secagem em estufa
- $m_{\text{final}}$  = massa da amostra após a água ter sido retirada

#### 2.3.3. Determinação de solubilidade

Para determinação da solubilidade a metodologia utilizada foi a descrita por Pérez Córdoba *et al.* (2018) adaptada, sendo os filmes reduzidos a um quadrado com tamanho 2 x 2 cm<sup>2</sup> para dar início a esta análise. A umidade dos filmes foi removida previamente pelo método de secagem em estufa à uma temperatura de 105°C por 24 horas. Com os filmes já secos, foi possível obter a primeira



pesagem da amostra seca. Ao se realizar a primeira pesagem os filmes foram adicionados em erlenmeyers contendo 50mL de água destilada, onde permaneceu sobre agitação constante em uma mesa Agitadora Orbital (MA-140/CF) a uma temperatura de 25°C por 24 horas. Após esse período foi efetuada a filtragem para remoção da água e o filme foi novamente colocado em estufa seguindo o procedimento de secagem inicial, até que houvesse a desidratação total do material. O valor obtido desse material é considerado o peso final da amostra (massa final após solubilização). Esta análise foi realizada em triplicata, onde a solubilidade foi obtida através da Equação 2.

$$S = \frac{M_i - M_f}{M_i} * 100 \quad (\text{Eq. 2})$$

Onde:

- S: Porcentagem da solubilidade (%)
- Mi: Peso inicial da secagem (g)
- Mf: Peso final da secagem (g)

#### 2.3.4. Permeabilidade ao vapor d'água

A determinação da permeabilidade ao vapor d'água foi realizada utilizando o método ASTM E96-92, com adaptações. Os filmes foram cortados em formato circular com  $\pm 3$  cm de diâmetro, onde foram acoplados sobre a superfície do frasco de permeação contendo sílica gel seca. O material destinado a permeação foi pesado e colocado em dessecador contendo água destilada (UR=100%; pressão de vapor = 32,23 mmHg) e ambiente com ar circundante a 20°C. Após 24h, os frascos foram pesados para acompanhar a migração de água para o interior dos 60 filmes. As pesagens foram realizadas por 15 dias e a permeabilidade do vapor d'água foi calculada pela Equação 3:

$$WVP = \frac{Gx}{AxT(P_1 - P_2)} \quad (\text{Eq. 3})$$

Onde:

- WVP = Permeabilidade do vapor d'água (g/ m.s.mmHg)
- G = Ganho de massa em 24h (g)
- x = Espessura (m)
- A = Área do filme (m<sup>2</sup>)
- T = Tempo (s)
- P1 - P2 = Gradiente de Pressão (mmHg)

#### 2.3.5. Análise de opacidade

Para a determinação da opacidade dos filmes o método utilizado foi o de Liu *et al.* (2017). As análises de opacidade foram realizadas em triplicata. Com a análise de espessura já realizada, foram

cortados em retângulos três pedaços dos filmes. Esses pedaços foram colocados em uma cubeta e levados ao espectrofotômetro para realização da leitura de absorvância dos respectivos filmes entre 300 a 800 nm. Os cálculos de opacidade foram efetuados a partir da Equação 4.

$$\text{Opacidade} = \frac{A}{X} \quad (\text{Eq. 4})$$

Sendo,

- A: absorvância média do filme na leitura do comprimento de onda em 600 nm;
- X: espessura média do filme em mm;

### 2.3.6. Percentual de Transparência

O estudo de transparência foi realizado de acordo a metodologia realizada por Pérez-Córdoba *et al.* (2018). Os filmes foram cortados no tamanho de aproximadamente 3x1 cm<sup>2</sup>, onde posteriormente foram inseridos nas cubetas e comparados com a transmitância do ar como o “branco” da leitura em comprimento de onda a 670 nm. O teste foi realizado em triplicata para a obtenção da média relativa. A transparência foi quantificada pela Equação 5:

$$T\%670 = \frac{\log I}{(\delta)} \times 100 \quad (\text{Eq. 5})$$

Onde:

- T% = Percentual de transparência
- I = Transmitância (%)
- $\delta$  = Espessura (mm)

### 2.3.7. Propriedades mecânicas

Os ensaios mecânicos dos filmes foram realizados de acordo a metodologia da ASTM D882-10 (ASTM, 2009), com algumas adaptações. Desse modo, para a realização desta análise foi utilizada a máquina universal de ensaios (CT3, Brookfield, USA), com aplicação de uma carga de 25 kg, cujo os materiais estarão aderidos a uma garra TA-DAGA Dual Grip Assembly. O experimento foi conduzido com 5 corpos de prova para cada tratamento, sendo esses corpos de prova adaptados ao tamanho preestabelecido pela ASTM para análises de filmes poliméricos atendendo o dimensionamento de 2,7x10,8 cm<sup>2</sup> do equipamento utilizado.

Os filmes foram acoplados à garra do equipamento e tracionados em uma velocidade constante de 0,4 mm.s<sup>-1</sup> sendo submetido a uma deformação de 100% até completar sua ruptura total. Para esta

análise os seguintes parâmetros foram avaliados: Força máxima (N) e o percentual de alongamento (%) e resistência a tração, demonstrado respectivamente pelas equações 6 e 7.

$$A\% = \frac{L_f - L_0}{L_0} * 100 \quad (\text{Eq. 6})$$

$$T = \frac{F}{S} \quad (\text{Eq. 7})$$

Onde:

- Lf: Alongamento final da amostra
- L0: Tamanho inicial da amostra
- F: Última força máxima da ruptura
- S: Área da secção transversal

### **2.3.8. Análise de modificações químicas por Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)**

Os testes de FTIR foram realizados por meio do espectro no modo de absorbância utilizando o espectrômetro de modelo Cary630 FTIR (Agilent Technologies Inc., Santa Clara, CA, USA) realizando a varredura na região do Infravermelho médio (MIR) na escala espectral variando de 650 a 4000cm<sup>-1</sup> com média de 20 varreduras em temperatura de 25°C e resolução de 4 cm<sup>-1</sup>, reflectância total atenuada (ATR) e detector sulfato de triglicinadeuterado (DTGS). A leitura também foi realizada no espectro de fundo (background). A coleta de dados foi obtida em software Microlab e o Resolution Pro, marca Agilent (Santa Clara – USA).

### **2.3.9. Análise termogravimétrica (TGA)**

A análise termogravimétrica seguiu a metodologia de Nguyen et al. (2020). Foram utilizados cerca de 20 mg de amostra em calorímetro TGA/DSC Test Instrument LINSEIS Modelo STA PT – 1000 (Simultaneous, Germany) em uma faixa de 32 a 800 °C com rampa de aquecimento programado a 10 °C/min sob uma atmosfera de ar.

### **2.3.10. Biodegradabilidade**

O teste de biodegradabilidade foi realizado com base na ASTM G160-03, sendo que os filmes no tamanho de 2 x 2 cm<sup>2</sup> foram pesados e posteriormente cobertos em tela de mosquiteiro, enterrados no solo e expostos às ações do meio ambiente durante 15 dias. Os filmes foram pesados no tempo de 5, 10 e 15 dias. A perda de massa é calculada por meio da Equação 8.

$$M\% = \frac{M_i - M_f}{M_i} * 100 \quad (\text{Eq. 8})$$

Onde:

- M%: Porcentagem de perda de massa (%)
- Mi: Peso inicial (antes de enterrar) (g)
- Mf: Peso final (g)

### 2.3.11. Análise estatística

Os dados foram submetidos a Análise de Variância (ANOVA) com nível de significância de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey. O delineamento experimental utilizado foi o inteiramente casualizado (DIC).

## 3. RESULTADO E DISCUSSÃO

### 3.1. Espessura, teor de umidade, solubilidade e permeabilidade ao vapor d'água

As propriedades de espessura, umidade, solubilidade e permeabilidade ao vapor d'água dos filmes não se mostraram diferentes entre os filmes de CMC padrão e os filmes com a adição da nanocelulose (Tabela 1).

**Tabela 1:** Propriedades de espessura, teor de umidade, solubilidade e permeabilidade ao vapor d'água dos filmes de CMC incorporados com Nanocelulose.

Concentração de nanocelulose (%)	Espessura (mm)	Teor de umidade (%)	Solubilidade (%)	WVP (g/m.s.mmHg)
0	0,033 ± 0,003 <sup>a</sup>	20,42 ± 1,55 <sup>a</sup>	24,90 ± 1,00 <sup>a</sup>	0,0023 ± 0,0002 <sup>a</sup>
5	0,032 ± 0,011 <sup>a</sup>	18,86 ± 1,56 <sup>a</sup>	29,95 ± 1,74 <sup>a</sup>	0,0025 ± 0,0001 <sup>a</sup>
10	0,037 ± 0,009 <sup>a</sup>	20,51 ± 1,52 <sup>a</sup>	31,34 ± 8,60 <sup>a</sup>	0,0024 ± 0,0002 <sup>a</sup>
20	0,041 ± 0,021 <sup>a</sup>	20,95 ± 1,80 <sup>a</sup>	31,83 ± 4,26 <sup>a</sup>	0,0025 ± 0,0001 <sup>a</sup>
30	0,042 ± 0,011 <sup>a</sup>	21,91 ± 2,01 <sup>a</sup>	28,75 ± 5,93 <sup>a</sup>	0,0024 ± 0,0001 <sup>a</sup>

\*Médias seguidas de mesma letra na coluna, não diferem entre si pelo teste de Tukey (P > 0,05).

Para a espessura nota-se que não foram observadas alterações entre os filmes (P > 0,05). Este resultado foi diferente do encontrado por outros pesquisadores (REDDY e RHIM, 2015; OUN e RHIM, 2017; MOHAMMADI *et al.*, 2018) onde a adição dos nanocompostos aumentou significativamente a espessura dos mesmos. Normalmente a espessura do filme tende a aumentar à medida que se eleva a concentração de nanocelulose, podendo este aumento ser atribuído a adição do nanocomposto. A espessura é uma medida importante para a determinação das propriedades de barreira das embalagens e está diretamente relacionada à quantidade de sólidos presente na solução filmogênica, ao adicionar a nanocelulose ocorre um aumento no teor de sólidos e conseqüentemente um aumento na espessura dos filmes (MOHAMMADI *et al.*, 2018). Yu *et al.* (2019), em seu estudo com isolado de proteína de soja, observaram um aumento da espessura dos filmes com a incorporação

da nanocelulose. Da mesma forma, Zhao *et al.* (2020) também relataram que a incorporação de nanocelulose em filmes de quitosana aumentou a espessura destes filmes. No presente estudo, a distribuição e dispersão da nanocelulose na matriz polimérica pode não ter ocorrido de forma adequada, cooperando para que não houvesse diferença entre os tratamentos.

Quanto à solubilidade, também não foi possível observar diferença estatística entre os filmes ( $P > 0,05$ ). A nanocelulose possui muitos grupos hidroxila em sua estrutura, assim como a CMC, o que facilita a ocorrência de ligações de hidrogênio entre os dois materiais, contribuindo para a hidrofiliabilidade do filme (TAN *et al.*, 2017; MORAIS, 2020; ZHANG *et al.*, 2021).

A umidade e a solubilidade dos filmes são parâmetros importantes para determinar a aplicação destes materiais, sendo a resistência a água uma característica fundamental para materiais que podem entrar em contato com alimentos que possuem alta atividade de água (DA SILVA *et al.*, 2012). Filmes de CMC são altamente solúveis em água, não sendo indicado para alimentos úmidos pelo risco da embalagem se desintegrar quando entrar em contato com o produto. Neste trabalho foi observado que a nanocelulose não exerceu influência significativa para diminuir a solubilidade do filme, sendo assim, este material pode ser adequado para armazenar produtos secos e ricos em gordura, onde não ocorrerá interação entre os componentes do alimento com o filme, mantendo a integridade da embalagem.

Observa-se que para permeabilidade ao vapor d'água, não houve alterações significativas ao se comparar o filme padrão aos filmes com a incorporação do nanocomposto. A permeabilidade ao vapor d'água é um parâmetro importante, pois é preciso o equilíbrio entre a necessidade de proteger o conteúdo da embalagem contra a umidade excessiva e a necessidade de permitir que a umidade escape para evitar a proliferação de microrganismos indesejados (SANTANA *et al.*, 2018).

### 3.2. Transparência e Opacidade

A Tabela 2 apresenta os resultados de opacidade e percentual de transparência dos filmes de CMC puro e CMC incorporados com nanocelulose.

**Tabela 2:** Percentual de transparência e opacidade dos filmes de CMC incorporados com Nanocelulose.

Concentração de nanocelulose (%)	Transparência (%)	Opacidade (nm/mm)
0	57,9 ± 5,7 <sup>a</sup>	2,9 ± 0,5 <sup>a b</sup>
5	60,8 ± 13,2 <sup>a</sup>	2,6 ± 0,6 <sup>b</sup>
10	51,7 ± 9,0 <sup>a</sup>	3,1 ± 0,4 <sup>a b</sup>
20	47,2 ± 16,4 <sup>a</sup>	2,8 ± 1,1 <sup>a</sup>
30	44,7 ± 9,2 <sup>a</sup>	3,9 ± 0,9 <sup>a b</sup>

\*Médias seguidas de mesma letra na coluna, não diferem entre si pelo teste de Tukey ( $P > 0,05$ ).

A capacidade de absorver ou transmitir luz pode indicar uma barreira para o controle de reações de degradação dos alimentos, garantindo proteção a luz e a radiação ultravioleta (LIU, Jun *et al.*, 2017). Neste estudo não foram obtidas diferenças significativas para o percentual de transparência. Oun e Rhim (2015) também não encontraram resultados significativos em relação a transparência dos filmes de CMC com nanofibras de linter de algodão, indicando compatibilidade entre a nanofibra e a matriz polimérica, permitindo a passagem de luz pelo filme. Bagde e Nandanayhangam (2019), encontraram resultados com diferença significativa em sua pesquisa, onde houve uma redução na transmissão da luz de 74% para 64,4% com a incorporação de nanocelulose em filmes de amido.

Quando se trata de embalagens alimentícias, a transparência é um fator importante pois permite que o consumidor visualize o produto embalado e tome a decisão de comprar ou não aquele alimento pelo seu aspecto visual. Em contrapartida, embalagens mais opacas ou menos transparentes podem trazer maior segurança para o alimento, pois possui maior poder de proteção contra a luz e os raios ultravioleta, evitando a oxidação e deterioração destes alimentos (FERNÁNDEZ-SANTOS *et al.*, 2022).

Quanto a opacidade, é possível observar que, à medida que se aumenta a concentração de nanocelulose, a opacidade tende a aumentar significativamente ( $P < 0,05$ ). Segundo o resultado apresentado, o filme contendo CMC mais 30% de nanocelulose foi o que apresentou valor superior para este parâmetro, indicando que a incorporação da nanocelulose na matriz polimérica de carboximetilcelulose contribuiu para o aumento destes valores.

### 3.3. Propriedades mecânicas

Os resultados para as propriedades de alongamento, tensão máxima e módulo de Young dos filmes estão expostos na Tabela 3.

**Tabela 3:** Alongamento, tensão máxima e módulo de Young dos filmes de CMC incorporados com Nanocelulose.

Concentração Nanocelulose (%)	Alongamento (%)	Tensão máxima (Mpa)	Módulo de Young (Mpa)
0	5,1 ± 2,82 <sup>a</sup>	31,14 ± 6,94 <sup>a</sup>	4408,0 ± 843,8 <sup>b</sup>
5	6,2 ± 2,4 <sup>a</sup>	39,53 ± 11,47 <sup>a</sup>	3555,6 ± 557,01 <sup>b</sup>
10	4,6 ± 1,34 <sup>a</sup>	33,99 ± 13,72 <sup>a</sup>	3684,2 ± 595,01 <sup>b</sup>
20	6,8 ± 2,51 <sup>a</sup>	34,60 ± 11,45 <sup>a</sup>	3277,8 ± 750,7 <sup>b</sup>
30	5,2 ± 2,24 <sup>a</sup>	32,13 ± 17,66 <sup>a</sup>	6791,7 ± 1134,4 <sup>a</sup>

\*Médias seguidas de mesma letra na coluna, não diferem entre si pelo teste de Tukey ( $P > 0,05$ ).

Os filmes de CMC contendo 5% e 20% de nanocelulose apresentaram maiores valores de tensão máxima sendo estes valores 39,53 e 34,6 Mpa, respectivamente. Apresentaram também maior percentual de alongamento em relação a CMC pura, mostrando que ao adicionar 5% de nanocelulose no filme esse percentual passou de 5,1 para 6,2% e ao adicionar 20% de nanocelulose o alongamento foi aumentado de 5,1 para 6,8%, porém esse aumento não foi significativo pelo teste de Tukey ( $P > 0,05$ ). De acordo com Bagde e Nadanathangam (2019), a diminuição no valor do alongamento indica o aumento da fragilidade do material, neste trabalho só houve redução do alongamento para o filme com adição de 10% de nanocelulose.

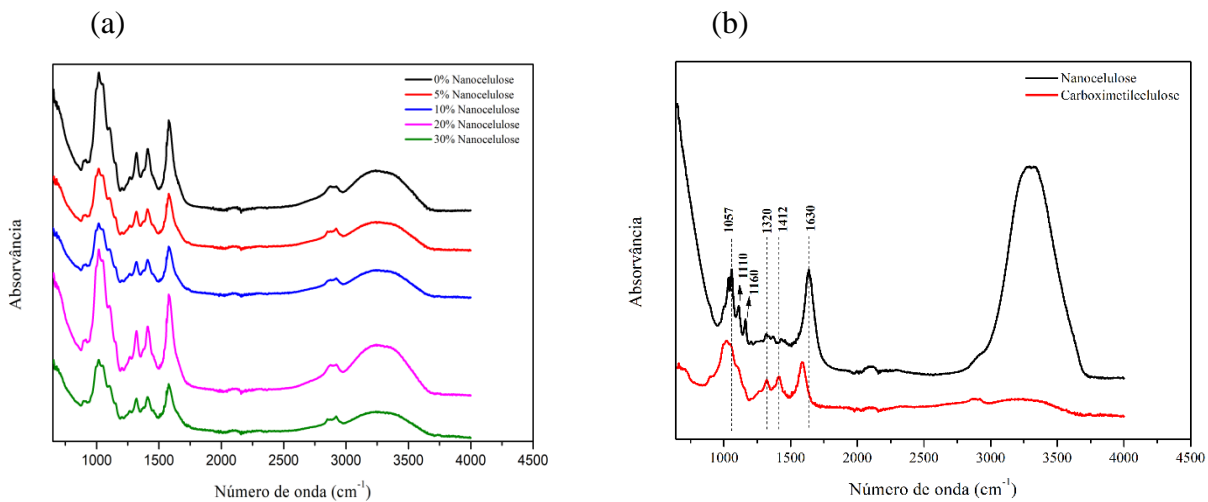
Houve variação significativa para o módulo de Young, nota-se que o filme de CMC incorporado com 30% de nanocelulose apresentou valor superior aos demais para este parâmetro, indicando que demandou maior força para alcançar a elasticidade. O módulo de Young está relacionado a rigidez e resistência dos filmes, sendo assim, este resultado revela que a nanocelulose tem capacidade de aumentar a resistência deste material.

Llanos & Tadini (2018) observaram em seu estudo que a incorporação de nanocelulose em filmes de quitosana enfraqueceram a estrutura dos filmes, reduzindo as propriedades mecânicas do material, diminuindo a tensão máxima de 26, 1 para 4,6 MPa ao adicionar 0,5% de nanocelulose. Por outro lado, Cao *et al.* (2008) constataram melhora nas propriedades de tensão máxima e módulo de Young ao adicionar 30% de nanocelulose de fibras de cânhamo em filmes de amido, esses valores passaram de 3,9 para 111,5 MPa para a tensão máxima e 31,9 para 823,9 MPa para o módulo de Young. Resultado semelhante ao encontrado neste trabalho, onde a adição de 30% de nanocelulose foi capaz de aumentar significativamente o módulo de Young em filmes de CMC.

O efeito da nanocelulose como reforço nas propriedades mecânicas dos filmes é dependente da concentração empregada, da base polimérica utilizada e das interações que ocorrem entre a nanocelulose e o polímero (ZHANG *et al.*, 2021). Neste estudo, a nanocelulose não exerceu alterações significativas para as propriedades mecânicas dos filmes de carboximetilcelulose, exceto para o módulo de Young.

### **3.4. Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)**

A Figura 4a apresenta os espectros no infravermelho dos filmes de CMC e CMC + nanocelulose e a Figura 4b os espectros da carboximetilcelulose sódica e da nanocelulose pura. A análise espectroscópica mostrou que a adição da nanocelulose exerceu efeito sobre a intensidade das bandas contudo os filmes contendo nanocelulose em todas as concentrações, apresentaram picos e bandas semelhantes aos do filme de CMC controle.



**Figura 4** - Espectros de absorção FTIR para (a) filmes de CMC puro e CMC com adição de nanocelulose e (b) carboximetilcelulose e nanocelulose.

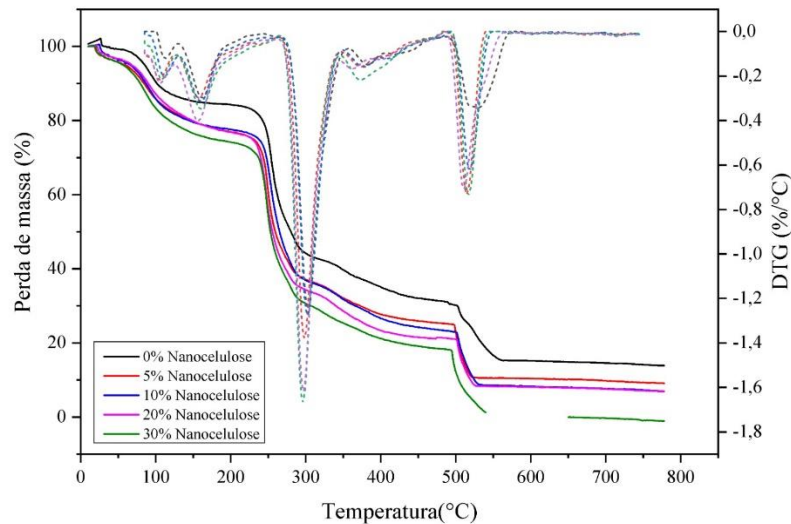
Após a incorporação da nanocelulose nos filmes, não foi possível perceber alterações significativas nos espectros, mas existem diferenças na intensidade das bandas de absorção em alguns comprimentos de onda. Este comportamento já era esperado, pois a nanocelulose possui estrutura química similar à CMC, portanto, os picos de ambos os materiais ficaram sobrepostos no espectro. Pode-se observar nos espectros de FTIR uma larga banda compreendida entre  $3650$  e  $3000\text{ cm}^{-1}$  correspondente ao alongamento das vibrações de O-H dos grupos hidroxila das moléculas de celulose (DEEPA *et al.*, 2015; TAHERI *et al.*, 2020). No comprimento de onda de  $2922\text{ cm}^{-1}$  há uma banda que é atribuída ao estiramento do C-H dos grupos  $\text{CH}_2$  e  $\text{CH}_3$ . Na região de  $1600\text{ cm}^{-1}$  está a deformação de estiramento assimétrico referente ao íon  $\text{COO}^-$ . Em torno de  $1424\text{ cm}^{-1}$  existe a banda correspondente as deformações angulares e simétricas dos grupos metileno que constituem a celulose (GONÇALVES *et al.*, 2018; VIEIRA, 2021). Os estiramentos simétricos do  $\text{COO}^-$  encontram-se nos comprimentos de onda de  $1409\text{ cm}^{-1}$  e  $1320\text{ cm}^{-1}$  e a banda observada em  $1017\text{ cm}^{-1}$  é associada às vibrações de alongamento C-O-C características da estrutura da carboximetilcelulose (DE CARVALHO, 2016; SANTOS, 2013; ZAHEDI *et al.*, 2018).

### 3.5. Análise termogravimétrica

A Figura 5 apresenta as curvas de TG e DTG dos filmes de CMC controle e CMC com nanocelulose. A partir da análise termogravimétrica, é possível estabelecer as temperaturas de degradação e a estabilidade térmica dos filmes. As curvas de TGA e DTG mostram a perda de massa do material quando este é aquecido (ZHANG *et al.*, 2021). Tanto o filme de CMC puro quanto os filmes com adição de nanocelulose apresentaram quatro regiões principais de perda de massa. A primeira região compreende a faixa de temperatura entre  $20^\circ\text{C}$  e  $61^\circ\text{C}$  com uma perda de massa variando de 2 a 6%, sendo a menor perda atribuída ao filme controle e a maior ao filme contendo 30% de nanocelulose. Essa perda pode ser atribuída a evaporação da água livre presente no filme (LI



*et al.*, 2024). O segundo estágio de perda de massa foi entre 64°C e 202°C, sendo o percentual de 14% de perda para o filme sem adição de nanocelulose e 24% de perda para o filme com 30% de nanocelulose, dentro dessa faixa de temperatura ocorre a evaporação da água quimicamente ligada entre as moléculas que compõem o filme (HENRIQUE *et al.*, 2015; OUN e RHIM, 2017).



**Figura 5** - Curvas de TG e DTG para filme de CMC puro e CMC com 5%, 10%, 20% e 30% de nanocelulose

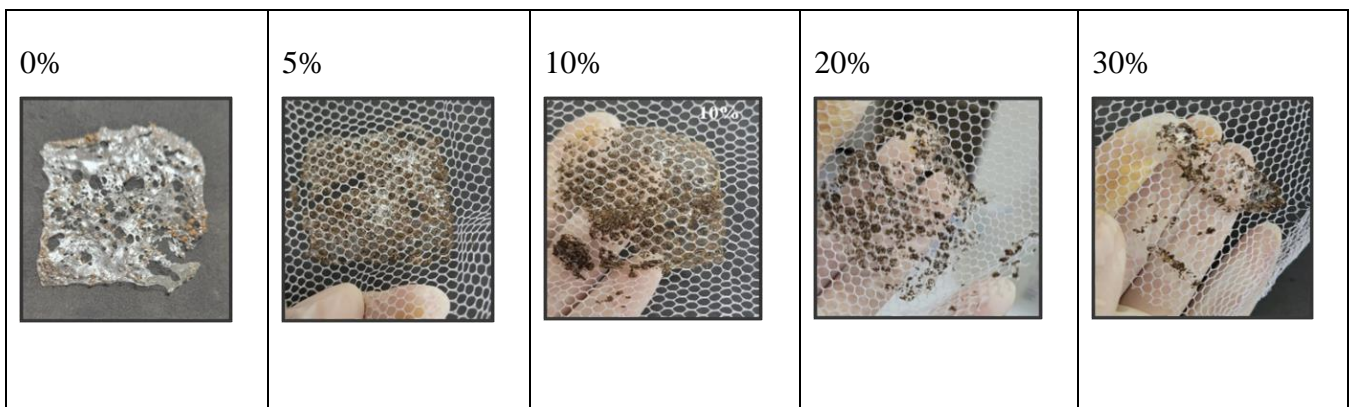
A região entre 232°C e 497°C foi a que apresentou maior percentual de perda de massa, entre 52% e 55%, essa perda pode ter ocorrido devido a degradação endotérmica da celulose através da quebra das interações químicas dos componentes do filme. Resultado semelhante foi encontrado por Oun e Rhim (2015), onde os filmes de CMC com nanofibras de algodão obtiveram maior perda de peso entre as temperaturas de 286°C e 380°C. No último estágio de degradação, entre 499°C e 525°C, houve uma perda de 14% de massa, que está associada à oxidação e decomposição de resíduos carbonizados, resultando na criação de produtos de menor peso molecular (HENRIQUE *et al.*, 2015).

Ao final, restaram 1% de resíduo para o filme com 30% de nanocelulose e 18% de resíduos para o filme de CMC puro. Tais resultados indicam que a nanocelulose não favorece a estabilidade térmica do filme, pois o filme de CMC sem adição de nanocelulose foi o que apresentou maior resistência térmica e menor perda de massa em comparação com os filmes incorporados com o nanocomposto.

### 3.6. Análise de biodegradação

Na Figura 6 é possível fazer uma observação visual dos filmes após 5 dias de avaliação no teste de biodegradação. A adesão do solo aos filmes inviabilizou o processo de pesagem e avaliação da perda de peso dos mesmos, contudo é possível observar que os filmes foram degradados e essa degradação foi maior à medida que a percentagem de nanocelulose aumentou. Tal comportamento

pode estar relacionado ao fato da CMC e da nanocelulose serem materiais biocompatíveis, hidrofílicos e possuírem muitas hidroxilas em sua estrutura, o que favorece as ligações de hidrogênio facilitando a sua desintegração. Além disso, a quantidade de água presente nos filmes pode favorecer o crescimento de microrganismos acelerando o processo degradativo. Resultado semelhante foi encontrado por Ge *et al.* (2024), onde os filmes compósitos de nanocelulose e CMC foram totalmente degradados no sexto dia de exposição ao solo. Desta forma, pelo aspecto visual é possível concluir que a nanocelulose exerceu efeito sobre a biodegradação do material, pois quanto maior a concentração de nanocelulose, mais o filme se decompôs, no mesmo período de tempo. Ressalta-se que após 10 dias de avaliação todas as amostras foram totalmente decompostas.



**Figura 6** - Filmes após 5 dias enterrados em solo

#### 4. CONCLUSÃO

Foi possível o desenvolvimento dos filmes de carboximetilcelulose com a incorporação de nanocelulose. Os resultados mostraram que os filmes produzidos possuem ótima capacidade de biodegradação. Também foi possível observar que ao adicionar 30% de nanocelulose ao filme, é possível melhorar o Módulo de Young resultando em filmes mais resistentes.

Como sugestão para estudos futuros, aconselha-se a utilizar outras concentrações de nanocelulose, bem como testar outras bases poliméricas para avaliar a influência dessa nanocelulose em materiais vindos de outras fontes.

## REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. Standard Test Method for Water Vapor Transmission of Materials. ASTM E96/E96-92. Philadelphia: ASTM, 1992.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS - ASTM. *G160-03*: standard practice for evaluating microbial susceptibility of nonmetallic materials by laboratory soil burial. ASTM; 2003.

AMERICAN SOCIETY STANDARD TESTING AND MATERIALS - ASTM. Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics. D 638. Philadelphia: ASTM, 2009.

BAGDE, Priyanka; NADANATHANGAM, Vigneshwaran. Mechanical, antibacterial and biodegradable properties of starch film containing bacteriocin immobilized crystalline nanocellulose. **Carbohydrate polymers**, v. 222, p. 115021, 2019.

CAO, X., CHEN, Y., CHANG, P. R., STUMBORG, M., & HUNEAULT, M. A. Xiaodong et al. Green composites reinforced with hemp nanocrystals in plasticized starch. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 109, n. 6, p. 3804-3810, 2008.

DA SILVA, JANIA BA; PEREIRA, FABIANO V.; DRUZIAN, JANICE I. Cassava starch-based films plasticized with sucrose and inverted sugar and reinforced with cellulose nanocrystals. **Journal of Food Science**, v. 77, n. 6, p. N14-N19, 2012.

DE CARVALHO, FERNANDA G.; MANSUR, ALEXANDRA AP; MANSUR, HERMAN S. Nanoconjugados fluorescentes de pontos quânticos de zns estabilizados por carboximetilcelulose. Natal, RN, Brasil, 2016.

DEEPA, B.; ABRAHAM, E.; CORDEIRO, N.; MOZETIC, M.; MATHEW, A. P.; OKSMAN, K.; FARIA, M.; THOMAS, S.; POTHAN, L. A. Utilization of various lignocellulosic biomass for the production of nanocellulose: a comparative study. **Cellulose**, v. 22, n. 2, p.1075–1090, 2015.

FERNÁNDEZ-SANTOS, J., VALLS, C., CUSOLA, O., & RONCERO, M. B. Composites of cellulose nanocrystals in combination with either cellulose nanofibril or carboxymethylcellulose as functional packaging films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 211, p. 218-229, 2022.

GE, J., LU, W., ZHANG, H., GONG, Y., WANG, J., XIE, Y., ... & DENG, X. Exploring sustainable food packaging: Nanocellulose composite films with enhanced mechanical strength, antibacterial performance, and biodegradability. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 259, p. 129200, 2024.

GEYER, ROLAND; JAMBECK, JENNA R.; LAW, KARA LAVENDER. Production, use, and fate of all plastics ever made. **Science advances**, v. 3, n. 7, p. e1700782, 2017.

GONÇALVES, A. P.; OLIVEIRA, E.; MATTEDI, S.; JOSÉ, N. M. Separation of cellulose nanowhiskers from microcrystalline cellulose with an aqueous protic ionic liquid based on

ammonium and hydrogensulphate. **Separation and Purification Technology**, v. 196, p. 200–207, 2018.

HENRIQUE, M. A., NETO, W. P. F., SILVÉRIO, H. A., MARTINS, D. F., GURGEL, L. V. A., DA SILVA BARUD, H., ... & PASQUINI, D. Kinetic study of the thermal decomposition of cellulose nanocrystals with different polymorphs, cellulose I and II, extracted from different sources and using different types of acids. **Industrial Crops and Products**, v. 76, p. 128-140, 2015.

KUREK, M., HLUPIĆ, L., GAROFULIĆ, I. E., DESCOURS, E., & ŠČETAR, M. Comparison of protective supports and antioxidative capacity of two bio-based films with revalorised fruit pomaces extracted from blueberry and red grape skin. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 20, p. 100315, 2019.

LI, M., GUO, L., MU, Y., HUANG, X., JIN, L., XU, Q., & WANG, Y. Gelatin films reinforced by tannin-nanocellulose microgel with improved mechanical and barrier properties for sustainable active food packaging. **Food Hydrocolloids**, v. 149, p. 109642, 2024.

LIU, J., LIU, S., WU, Q., GU, Y., KAN, J., & JIN, C. Effect of protocatechuic acid incorporation on the physical, mechanical, structural and antioxidant properties of chitosan film. **Food Hydrocolloids**, v. 73, p. 90-100, 2017.

LLANOS, JAIBER HR; TADINI, CARMEN C. Preparation and characterization of bio-nanocomposite films based on cassava starch or chitosan, reinforced with montmorillonite or bamboo nanofibers. **International journal of biological macromolecules**, v. 107, p. 371-382, 2018.

LU, Q., YU, X., YAGOUB, A. E. A., WAHIA, H., & ZHOU, C. Application and challenge of nanocellulose in the food industry. **Food Bioscience**, v. 43, p. 101285, 2021.

MOHAMMADI, HAMID; KAMKAR, ABOLFAZL; MISAGHI, ALI. Nanocomposite films based on CMC, okra mucilage and ZnO nanoparticles: Physico mechanical and antibacterial properties. **Carbohydrate polymers**, v. 181, p. 351-357, 2018.

MORAIS, MARCOS ANTONIO PEREIRA. **Produção e caracterização de bioplásticos de goma guar e carboximetilcelulose reticulados em diferentes concentrações de ácido cítrico**. 2020. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco.

NGUYEN, Thuong Thi et al. Atividades antimicrobianas e propriedades físico-químicas aprimoradas de filme comestível à base de quitosana incorporada com *Sonneratia caseolaris* (L.) Engl. extrato de folha. **Progresso em Revestimentos Orgânicos**, v. 140, p. 105487, 2020.

OUN, AHMED A.; RHIM, JONG-WHAN. Preparation and characterization of sodium carboxymethyl cellulose/cotton linter cellulose nanofibril composite films. **Carbohydrate polymers**, v. 127, p. 101-109, 2015.

OUN, AHMED A.; RHIM, JONG-WHAN. Characterization of carboxymethyl cellulose-based nanocomposite films reinforced with oxidized nanocellulose isolated using ammonium persulfate method. **Carbohydrate polymers**, v. 174, p. 484-492, 2017.

PERERA, K. Y., PRADHAN, D., RAFFERTY, A., JAISWAL, A. K., & JAISWAL, S. A Comprehensive Review on Metal Oxide-Nanocellulose Composites in Sustainable Active and Intelligent Food Packaging. **Food Chemistry Advances**, p. 100436, 2023.

PÉREZ-CÓRDOBA, LUIS J; NORTON, IAN T; BATCHELOR, HANNAH K; GKATZIONIS, KONSTANTINOS; SPYROPOULOS, FOTIOS; SOBRAL, PAULO J.A. Physico-chemical, antimicrobial and antioxidant properties of gelatin-chitosan based films loaded with nanoemulsions encapsulating active compounds. **Food Hydrocolloids**, v. 79, p. 544-559, 2018.

REDDY, JEEVAN PRASAD; RHIM, JONG-WHAN. Characterization of bionanocomposite films prepared with agar and paper-mulberry pulp nanocellulose. **Carbohydrate Polymers**, v. 110, p. 480-488, 2014.

RESTREPO-FLÓREZ, J. M., BASSI, A., & THOMPSON, M. R. Microbial degradation and deterioration of polyethylene—A review. **International Biodeterioration & Biodegradation**, v. 88, p. 83-90, 2014.

SANTANA, J. S.; COSTA, É. K. C.; RODRIGUES, P. R.; CORREIA, P. R. C.; CRUZ, R. S.; DRUZIAN, J. I. Morphological, barrier, and mechanical properties of cassava starch films reinforced with cellulose and starch nanoparticles. **Journal of Applied Polymer Science**, n. 47001, 2018.

SANTOS, N. F. **Preparação e estudos de filmes automontados de quitosana e carboximetilcelulose sobre substrato de poli (ácido lático)**. 2013. 76p. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais - Universidade Federal de São Carlos, São Paulo.

TAHERI, P., JAHANMARDI, R., KOOSHA, M.; ABDI, S. Physical, mechanical and wound healing properties of chitosan/gelatin blend films containing tannic acid and/or bacterial nanocellulose. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 154, p. 421–432, 2020.

TAN I., SHI R., JI Q., WANG B., QUAN F., XIA Y., Effect of Na<sup>+</sup> and Ca<sup>2+</sup> on the thermal degradation of carboxymethylcellulose in air, *Polymers & Polymer composites*, v.25, p.4-10, 2017.

VIEIRA, S. R., DA SILVA, J. B. A., MASSAGY, U., BRANDÃO, J. F., EBINUMA, V. C., DRUZIAN, J. I., & DE SOUZA, C. O. **Preparação de nanoparticulas a partir da polpa de celulose e da celulose microcristalina utilizando líquido iônico**. 2021. 103pg. Dissertação (Universidade Federal da Bahia). Salvador.

YU, Z., DHITAL, R., WANG, W., SUN, L., ZENG, W., MUSTAPHA, A., & LIN, M. Development of multifunctional nanocomposites containing cellulose nanofibrils and soy proteins as food packaging materials. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 21, p. 100366, 2019.

ZAHEDI, Y., FATHI-ACHACHLOUEI, B., & YOUSEFI, A. R. (2018). Physical and mechanical properties of hybrid montmorillonite/zinc oxide reinforced carboxymethyl cellulose nanocomposites. **International Journal of Biological Macromolecules**, 108, 863–873.

ZHANG, W.; ZHANG Y.; CAO, J.; JIANG, W. Improving the performance of edible food packaging films by using nanocellulose as an additive: Review. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 166, p. 288-296, 2021.

ZHAO, K., WANG, W., TENG, A., ZHANG, K., MA, Y., DUAN, S., ... & GUO, Y. Using cellulose nanofibers to reinforce polysaccharide films: Blending vs layer-by-layer casting. **Carbohydrate Polymers**, v. 227, p. 115264, 2020.

ZINGE, C., & KANDASUBRAMANIAN, B. Nanocellulose based biodegradable polymers. **European Polymer Journal**, v. 133, p. 109758, 2020.