

UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL
ÁREA DE CONHECIMENTO DE CIÊNCIAS EXATAS
E ENGENHARIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE
PROCESSOS E TECNOLOGIAS

BIOPOLÍMEROS À BASE DE ÁGAR COM ADIÇÃO DE
NANOFIBRAS DE CELULOSE E NANOPLAQUETAS DE
GRAFENO

JÚLIA DANELUZ

Caxias do Sul, 2026

JÚLIA DANELUZ

**BIOPOLÍMEROS À BASE DE ÁGAR COM ADIÇÃO DE
NANOFIBRAS DE CELULOSE E NANOPLAQUETAS DE
GRAFENO**

Tese de doutorado apresentada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias da Universidade de Caxias do Sul, visando a obtenção de grau de doutora em Engenharia de Processos e Tecnologias, orientada pela Prof.^a Dr.^a Camila Baldasso e coorientada pelo Prof. Dr. Wendel Paulo Silvestre.

Caxias do Sul, 2026

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Universidade de Caxias do Sul
Sistema de Bibliotecas UCS - Processamento Técnico

D179b Daneluz, Júlia

Biopolímeros à base de ágar com adição de nanofibras de celulose e nanoplaquetas de grafeno [recurso eletrônico] / Júlia Daneluz. – 2026.
Dados eletrônicos.

Tese (Doutorado) - Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias, 2026.

Orientação: Camila Baldasso.

Coorientação: Wendel Paulo Silvestre.

Modo de acesso: World Wide Web

Disponível em: <https://repositorio.ucs.br>

1. Biopolímeros. 2. Nanopartículas. 3. Ágar. 4. Polímeros. 5. Grafeno. 6. Nanotecnologia. I. Baldasso, Camila, orient. II. Silvestre, Wendel Paulo, coorient. III. Título.

CDU 2. ed.: 577.11

Catalogação na fonte elaborada pela(o) bibliotecária(o)
Márcia Servi Gonçalves - CRB 10/1500

JÚLIA DANELUZ

**BIOPOLÍMEROS À BASE DE ÁGAR COM ADIÇÃO DE
NANOFIBRAS DE CELULOSE E NANOPLAQUETAS DE
GRAFENO**

Tese de doutorado apresentada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Processos e Tecnologias da Universidade de Caxias do Sul, visando a obtenção de grau de doutora em Engenharia de Processos e Tecnologias, orientada pela Prof.^a Dr.^a Camila Baldasso e coorientada pelo Prof. Dr. Wendel Paulo Silvestre.

TESE APROVADA EM 20 DE MAIO DE 2026.

Orientador:

Prof.^a Dr.^a Camila Baldasso / Universidade de Caxias do Sul

Coorientador:

Prof. Dr. Wendel Paulo Silvestre / Universidade de Caxias do Sul

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Matheus Poletto / Universidade de Caxias do Sul

Prof.^a Dr.^a Aline Dettmer / Universidade de Passo Fundo

Prof. Dr. Matheus Zimmermann / Universidade do Extremo Sul Catarinense

Dedico este trabalho às pessoas mais importantes da minha vida. Ao meu pai Julio, minha mãe Marta, minha irmã Ana Carolina e meu namorado Lucas.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para o desenvolvimento desse projeto e para o meu crescimento acadêmico, profissional e pessoal.

Agradeço aos meus pais por tudo que são e tudo que sempre fizeram por mim. Ao meu pai Julio e minha mãe Marta, todo meu amor e gratidão.

Agradeço à minha irmã Ana Carolina por ser minha companheira e estar comigo sempre.

Agradeço ao meu namorado Lucas por todo apoio e por sempre estar do meu lado, em todos os momentos.

Agradeço à minha orientadora Camila por abraçar o projeto comigo e por todo suporte. Por estar comigo desde a graduação e ser meu exemplo de professora.

Agradeço ao meu coorientador Wendel por estar no projeto comigo me auxiliando e me ensinando muitas coisas.

Agradeço à Joicelei, do Laboratório de Membranas e Materiais (LAMEM), pela colaboração teórica e prática nos processos. Além disso, como colega de doutorado e amiga, agradeço pela companhia durante essa jornada.

Agradeço a todos os meus amigos e colegas pela parceria ao longo dos anos. Aos companheiros de PGEPROTEC Nathália, Tayse, Tanara, Eduardo e Fernando, agradeço por tornar esse período mais leve com a amizade.

Agradeço aos professores que estiveram comigo durante a caminhada e que me transmitiram o conhecimento necessário para a obtenção do título de doutora.

Agradeço à toda equipe do PGEPROTEC por todas as trocas e momentos enriquecedores.

Agradeço à Universidade de Caxias do Sul (UCS) pelo fornecimento da estrutura, laboratórios e materiais para execução do projeto.

Agradeço à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Utilização dos polímeros em 2024 em variados segmentos de mercado (adaptado de European Bioplastics, 2025).....	23
Figura 2. Produção mundial de biopolímeros em 2024 por segmento (adaptado de European Bioplastics, 2025).	26
Figura 3. Estrutura do ágar (Santos & Urrea-Victoria, 2016).	35
Figura 4. Esquema das 4 etapas do processo de gelificação do ágar (adaptado de Alves, 2016).	36
Figura 5. Estrutura molecular da cadeia polimérica de celulose (adaptado de Macedo <i>et al.</i> , 2014).....	39
Figura 6. Estrutura dos alótropos do carbono: grafite, diamante e grafeno (adaptado de Paiva <i>et al.</i> , 2022).....	44
Figura 7. Estrutura molecular do grafeno (Salles <i>et al.</i> , 2021).....	44
Figura 8. Exemplo de estrutura de uma molécula de óxido de grafeno (Salles <i>et al.</i> , 2021). ..	45
Figura 9. Fluxograma da metodologia realizada para o desenvolvimento do trabalho (autora, 2025).....	50
Figura 10. Sistema adaptado do método de <i>Payne</i> (autora, 2025).	57
Figura 11. Sistema de análise de biodegradabilidade com amostras dos filmes enterradas em solo (autora, 2025).	60
Figura 12. Aspecto visual dos filmes poliméricos sobre a placa. AG: ágar puro; AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2024).	62
Figura 13. Aspecto visual dos filmes poliméricos dobrados. AG: ágar puro; AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2024).	63
Figura 14. Microscopia óptica dos filmes de ágar puro em a) 100x e b) 200x (autora, 2024). ..	65
Figura 15. Microscopia óptica dos filmes de ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose em a) 100x e b) 200x (autora, 2024).	66
Figura 16. Microscopia óptica dos filmes de ágar + 2 % (m/m) nanocelulose em a) 100x, b) 200x e c) 500x (autora, 2024).....	67
Figura 17. Microscopia óptica dos filmes de ágar + 4 % (m/m) nanocelulose em a) 100x, b) 200x e c) 500x (autora, 2024).....	68
Figura 18. Microscopia óptica dos filmes de ágar + 0,5 % (m/m) grafeno em a) 100x, b) 200x e c) 500x (autora, 2024).....	71
Figura 19. Microscopia óptica dos filmes de ágar + 2 % (m/m) grafeno em a) 100x e b) 200x (autora, 2024).	72
Figura 20. Micrografias da superfície do filme de ágar puro em a) 250x, b) 1000x, c) 2000x, d) 5000x e e) 10000x (autora, 2025).	74
Figura 21. Micrografias da seção transversal do filme de ágar puro em a) 250x, b) 1000x, c) 5000x e d) 10000x (autora, 2025).	75
Figura 22. Micrografias da superfície do filme de ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose em a) 250x, b) 1000x, c) 2000x, d) 5000x e e) 10000x (autora, 2025).....	77
Figura 23. Micrografias da seção transversal do filme de ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose em a) 250x, b) 1000x, c) 5000x, e d) 10000x (autora, 2025).....	78
Figura 24. Micrografias da superfície do filme de ágar + 2,0 % (m/m) nanocelulose em a) 250x, b) 1000x, c) 2000x, d) 5000x e e) 10000x (autora, 2025).....	79

Figura 25. Micrografias da seção transversal do filme de ágar + 2,0 % (m/m) nanocelulose em a) 250x, b) 1000x, c) 5000x, e d) 10000x (autora, 2025).	80
Figura 26. Micrografias da superfície do filme de ágar + 4,0 % (m/m) nanocelulose em a) 250x, b) 1000x, c) 2000x, d) 5000x e e) 10000x (autora, 2025).	81
Figura 27. Micrografias da seção transversal do filme de ágar + 4,0 % (m/m) nanocelulose em a) 250x, b) 1000x, c) 5000x, e d) 10000x (autora, 2025).	82
Figura 28. Micrografias da superfície do filme de ágar + 0,5 % (m/m) grafeno em a) 250x, b) 1000x, c) 2000x, d) 5000x e e) 10000x (autora, 2025).	85
Figura 29. Micrografias da seção transversal do filme de ágar + 0,5 % (m/m) grafeno em a) 250x, b) 1000x, c) 5000x, e d) 10000x (autora, 2025).	86
Figura 30. Micrografias da superfície do filme de ágar + 2 % (m/m) grafeno em a) 250x, b) 1000x, c) 2000x, d) 5000x e e) 10000x (autora, 2025).	87
Figura 31. Micrografias da seção transversal do filme de ágar + 2,0 % (m/m) grafeno em a) 250x, b) 1000x, c) 5000x, e d) 10000x (autora, 2025).	88
Figura 32. Micrografias da superfície do filme de ágar + 4 % (m/m) grafeno em a) 250x, b) 1000x, c) 2000x, d) 5000x e e) 10000x (autora, 2025).	89
Figura 33. Micrografias da seção transversal do filme de ágar + 4,0 % (m/m) grafeno em a) 250x, b) 1000x, c) 5000x, e d) 10000x (autora, 2025).	90
Figura 34. Comparação dos espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes. AG: ágar puro; AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2025).	114
Figura 35. Curva TGA dos filmes poliméricos. AG: ágar puro; AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2025).	124
Figura 36. Curva DTG dos filmes poliméricos. AG: ágar puro; AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2025).	126
Figura 37. Termograma dos filmes poliméricos. AG: ágar puro; AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2025).	128
Figura 38. Espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes em diferentes tempos de exposição ao intemperismo acelerado. AG: ágar puro (autora, 2025).	146
Figura 39. Espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes em diferentes tempos de exposição ao intemperismo acelerado. AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose (autora, 2025).	147
Figura 40. Espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes em diferentes tempos de exposição ao intemperismo acelerado. AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose (autora, 2025).	148
Figura 41. Espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes em diferentes tempos de exposição ao intemperismo acelerado. AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose (autora, 2025).	149
Figura 42. Espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes em diferentes tempos de exposição ao intemperismo acelerado. AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno (autora, 2025).	151

Figura 43. Espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes em diferentes tempos de exposição ao intemperismo acelerado. AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno (autora, 2025).	152
Figura 44. Espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes em diferentes tempos de exposição ao intemperismo acelerado. AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2025).	153
Figura 45. Espectro FTIR do filme de ágar (AG) no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade (autora, 2026).	158
Figura 46. Espectro FTIR do filme de ágar com 0,5 % de nanocelulose (AG-NC05) no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade (autora, 2026).	159
Figura 47. Espectro FTIR do filme de ágar com 2 % de nanocelulose (AG-NC2) no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade (autora, 2026).	159
Figura 48. Espectro FTIR do filme de ágar com 4 % de nanocelulose (AG-NC4) no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade (autora, 2026).	160
Figura 49. Espectro FTIR do filme de ágar com 0,5 % de grafeno (AG-NG05) no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade (autora, 2026).	160
Figura 50. Espectro FTIR do filme de ágar com 2 % de grafeno (AG-NG2) no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade (autora, 2026).	161
Figura 51. Espectro FTIR do filme de ágar com 4 % de grafeno (AG-NG4) no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade (autora, 2026).	161

LISTA DE QUADROS

Quadro 1. Concentrações de nanocelulose em filmes de ágar utilizadas em estudos anteriores.	43
Quadro 2. Concentrações de grafeno em filmes de ágar utilizadas em estudos anteriores.	47
Quadro 3. Imagens das gotas de água depositadas sobre os filmes na análise do ângulo de contato. AG: ágar puro; AG-NC05: ágar + 0,5 % nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % grafeno (autora, 2025).	105
Quadro 4. Imagens dos filmes ao longo do tempo de exposição nos ambientes armazenados (autora, 2025).	138
Quadro 5. Síntese das alterações espectrais (FTIR) após exposição ao intemperismo acelerado dos filmes poliméricos, considerando o aumento do tempo de exposição (Jiang <i>et al.</i> , 2023; Kandhol <i>et al.</i> , 2024; Lemus <i>et al.</i> , 2021; Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016). .	155
Quadro 6. Imagens dos filmes no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade. AG: ágar; AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2026).	157

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Nomenclatura das formulações desenvolvidas (autora, 2025).	51
Tabela 2. Resultados de espessura dos filmes poliméricos em função da concentração de nanocarga (nanocelulose/grafeno) utilizada (autora, 2024).	93
Tabela 3. Resultados de cor dos filmes poliméricos em função da nanocarga e da concentração utilizada (autora, 2025).....	96
Tabela 4. Resultados de transparência e opacidade dos filmes poliméricos (autora, 2025)....	98
Tabela 5. Resultados de grau de inchamento dos filmes poliméricos em função da nanocarga e da concentração utilizada (autora, 2024).	101
Tabela 6. Resultados do ângulo de contato com a água dos filmes poliméricos em função da nanocarga e da concentração utilizada, imediatamente e após 30 s de exposição (autora, 2025).....	104
Tabela 7. Resultados de energia superficial dos filmes poliméricos em função da nanocarga e da concentração utilizada (autora, 2024).	98
Tabela 8. Resultados de solubilidade em água dos filmes poliméricos em função da nanocarga e da concentração utilizada (autora, 2024).	111
Tabela 9. Bandas (cm ⁻¹) encontradas nos espectros dos filmes poliméricos (autora, 2025). .	115
Tabela 10. Grupos funcionais correspondentes às bandas mais acentuadas dos espectros de FTIR (Chen <i>et al.</i> , 2017; Jiang <i>et al.</i> , 2023; Kandhol <i>et al.</i> , 2024; Lemus <i>et al.</i> , 2021; Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016).....	115
Tabela 11. Resultados das propriedades mecânicas dos filmes poliméricos (autora, 2024). .	117
Tabela 12. Temperaturas correspondentes às massas de cada filme e resíduo final (autora, 2025).....	125
Tabela 13. Temperaturas obtidas a partir dos gráficos de DSC (autora, 2025).....	129
Tabela 14. Resultados de permeabilidade ao vapor de água dos filmes (autora, 2025).....	131
Tabela 15. Contagem microbiana dos filmes poliméricos. AG: ágar puro; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2025).....	134
Tabela 16. Opacidade dos filmes de ágar de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).	139
Tabela 17. Opacidade dos filmes de ágar com 4 % (m/m) de nanocelulose de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).	140
Tabela 18. Opacidade dos filmes de ágar com 4 % (m/m) de grafeno de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).	140
Tabela 19. Espessura dos filmes de ágar de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).	140
Tabela 20. Espessura dos filmes de ágar com 4 % (m/m) de nanocelulose de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).	142
Tabela 21. Espessura dos filmes de ágar com 4 % (m/m) de grafeno de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).	142
Tabela 22. Massa dos filmes de ágar de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).	144
Tabela 23. Massa dos filmes de ágar com 4 % (m/m) de nanocelulose de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).	144
Tabela 24. Massa dos filmes de ágar com 4 % (m/m) de grafeno de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).....	144

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1. Cálculo da transparência.....	53
Equação 2. Cálculo da opacidade.....	53
Equação 3. Cálculo do grau de inchamento.....	54
Equação 4. Cálculo da energia superficial.....	54
Equação 5. Cálculo do componente dispersivo da energia superficial.....	54
Equação 6. Cálculo do componente polar da energia superficial.....	55
Equação 7. Cálculo da solubilidade.....	55
Equação 8. Cálculo da permeabilidade ao vapor de água.....	58

LISTA DE ABREVIACÕES, SIGLAS E SÍMBOLOS

AFM – Microscopia de Força Atômica

ANOVA – *Analysis of variance* (Análise de variância)

APC – Resina de cloridrato de polialil amina

ATR – Reflectância Total Atenuada

CIELAB – Modelo de espaço de cor

CMC – Celulose microcristalina

CNC – Nanocristais de celulose

CP – Copolímeros comerciais

CR – Borracha de cloropreno

DSC – *Differential scanning calorimetry* (Calorimetria diferencial de varredura)

DTG – Derivada da curva termogravimétrica

GBIF – *Global Biodiversity Information Facility* (Centro Global de Informação sobre Biodiversidade)

FTIR – *Fourier transform infrared spectroscopy analysis* (Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier)

HDPE – Polietileno de alta densidade

IA – Inteligência artificial

LAMAT – Laboratório de Materiais

LAMEM – Laboratório de Membranas e Materiais

LCMIC – Laboratório Central de Microscopia Professor Israel Baumvol

LEMA – Laboratório de Enologia e Microbiologia Aplicada

LDPE – Polietileno de baixa densidade

MC – Microcelulose

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

NC – Nanocelulose

NG – Nanoplaquetas de grafeno

ODS – Objetivos de desenvolvimento sustentável

OG – Óxido de grafeno

OGR – Óxido de grafeno reduzido

PA – Poliamida

P.A. – Pureza analítica

PBAT – Poli(butileno adipato co-tereftalato)

PBS – Polibutileno succinato
PE – Polietileno
PEF – Polietileno furanoato
PET – Politereftalato de etileno
pH – Potencial Hidrogeniônico
PHA – Polihidroxialcanoato
PLA – Poli(ácido lático)
PMMA – Poli(metacrilato de metila)
PP – Polipropileno
PS – Poliestireno
PTT – Politereftalato de trimetileno
PU – Poliuretano
PVA – Acetato de polivinila
PVC – Poli(cloreto de vinila)
PVDF – Poli(fluoreto de vinilideno)
SCPC – *Stone plastic composite* (Compósito de plástico e pedra)
TGA – *Thermogravimetric analysis* (Análise termogravimétrica)
UCS – Universidade de Caxias do Sul
UFC – Unidades formadoras de colônia
UR – Umidade relativa
UV – Ultravioleta
UV-VIS – Ultravioleta-visível
WVP – *Water vapor permeability* (Permeabilidade ao vapor de água)
 α – Alfa
 β – Beta
 Θ – Ângulo de contato
 σ_s – Energia superficial
 σ_s^D – Componente dispersivo da energia superficial
 σ_s^P – Componente polar da energia superficial
 σ_l – Tensão superficial do líquido
 σ_l^D – Componente dispersivo da tensão superficial do líquido
 σ_l^P – Componente polar da tensão superficial do líquido
& – E
et al. – *et alii* (e outros)

sp. – *Specie* (espécie)

sp² – Hibridização do carbono que apresenta uma ligação pi e três ligações sigma

sp³ – Hibridização do carbono que apresenta quatro ligações sigma

± – Mais ou menos

% – Porcentagem (proporção calculada em relação ao número 100)

% m/m – Porcentagem massa/massa (gramas de soluto em 100 g de solução)

% m/v – Porcentagem massa/volume (gramas de soluto em 100 mL de solução)

° – Graus

°C – Graus Celsius

Δm – Variação de massa

Δt – Variação de tempo

Abs – Absorbância

cm – Centímetro

cos – Cosseno

g – Grama

h – Hora (s)

J – Joule ou Permeabilidade ao vapor de água

l – Espessura

kgf – quilograma-força

m – Metro

m₁ – Massa do material inchado

m₀ – Massa do material seco

m_i – Massa inicial da amostra seca

m_f – Massa final da amostra seca

mg – Miligrama

min – Minuto(s)

mJ – Milijoule

mL – Mililitro

mm – Milímetro

mN – Milinewton

MPa – Megapascal

mW – Miliwatt

N – Newton

nm – Nanômetro

μm – Micrômetro

rpm – Rotação por minuto

s – Segundo(s)

T – Transmitância

T_g – Temperatura de transição vítrea

T_m – Temperatura de fusão

T_{onset} – Temperatura de início do evento endotérmico

T_{endset} – Temperatura de fim do evento endotérmico

x – Vez/vezes ou Espessura

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	20
2	OBJETIVOS	22
2.1	OBJETIVO GERAL	22
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	22
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	23
3.1	POLÍMEROS	23
3.1.1	Polímeros sintéticos	24
3.1.2	Biopolímeros.....	25
3.1.2.1	Biopolímeros utilizados para produção de materiais	27
3.1.3	Filmes poliméricos.....	30
3.1.3.1	Aditivos em filmes poliméricos	31
3.2	ÁGAR	34
3.2.1	Filmes poliméricos de ágar	37
3.3	NANOCELULOSE.....	38
3.3.1	Obtenção de nanocelulose.....	40
3.3.2	Filmes poliméricos com nanocelulose	40
3.4	GRAFENO.....	43
3.4.1	Propriedades e aplicações do grafeno	45
3.4.2	Filmes poliméricos com grafeno.....	46
4	MATERIAIS E MÉTODOS	49
4.1	MATERIAIS	49
4.2	MÉTODOS	49
4.2.1	Produção dos filmes poliméricos	50
4.2.2	Caracterização dos filmes poliméricos	51
4.2.2.1	Propriedades morfológicas.....	51
4.2.2.1.1	<i>Microscopia óptica</i>	51
4.2.2.1.2	<i>Microscopia eletrônica de varredura (MEV)</i>	52
4.2.2.2	Propriedades físicas	52
4.2.2.2.1	<i>Espessura</i>	52
4.2.2.2.2	<i>Cor</i>	52
4.2.2.2.3	<i>Transparência e opacidade</i>	53
4.2.2.2.4	<i>Grau de inchamento</i>	53
4.2.2.2.5	<i>Ângulo de contato</i>	54
4.2.2.2.6	<i>Energia superficial</i>	54
4.2.2.2.7	<i>Solubilidade em água</i>	55
4.2.2.3	Análise química por espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)	55
4.2.2.4	Propriedades mecânicas	56
4.2.2.5	Propriedades térmicas	56
4.2.2.5.1	<i>Análise termogravimétrica (TGA)</i>	56
4.2.2.5.2	<i>Calorimetria diferencial de varredura (DSC)</i>	56
4.2.2.6	Permeabilidade ao vapor de água.....	57
4.2.2.7	Atividade antibacteriana	58

4.2.2.8	Teste de prateleira	58
4.2.2.9	Exposição ao intemperismo acelerado	59
4.2.2.10	Biodegradabilidade	59
4.2.3	Análise estatística.....	60
4.2.4	Inteligência artificial (IA)	61
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	62
5.1	CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES POLIMÉRICOS	62
5.1.1	Propriedades morfológicas.....	64
5.1.1.1	Microscopia óptica.....	64
5.1.1.2	Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	73
5.1.2	Propriedades físicas	92
5.1.2.1	Espessura.....	92
5.1.2.2	Cor.....	95
5.1.2.3	Transparência e opacidade	97
5.1.2.4	Grau de inchamento	100
5.1.2.5	Ângulo de contato	104
5.1.2.6	Energia superficial	108
5.1.2.7	Solubilidade em água.....	111
5.1.3	Análise química por Espectroscopia de infravermelho por transformada de <i>Fourier</i> (FTIR)	114
5.1.4	Propriedades mecânicas	117
5.1.5	Propriedades térmicas	123
5.1.5.1	Análise termogravimétrica (TGA)	123
5.1.5.2	Calorimetria diferencial de varredura (DSC).....	127
5.1.6	Permeabilidade ao vapor de água.....	131
5.1.7	Atividade antibacteriana	134
5.1.8	Teste de prateleira	137
5.1.9	Exposição ao intemperismo acelerado.....	145
5.1.10	Biodegradabilidade	156
6	CONCLUSÕES	164
	REFERÊNCIAS	167
	APÊNDICE A – CONCENTRAÇÕES DE NANOCARGAS TESTADAS PREVIAMENTE PARA ESCOLHA DA CONCENTRAÇÃO A SER UTILIZADA.....	177
	APÊNDICE B – PARÂMETROS DO SOLO UTILIZADO PARA A ANÁLISE DE BIODEGRADABILIDADE.....	178
	APÊNDICE C – TABELAS ESTATÍSTICAS REFERENTES ÀS ANÁLISES DOS FILMES	
	179	
	ANEXO A – CERTIFICADO DE ANÁLISE DO ÁGAR	188
	ANEXO B – CERTIFICADO DE ANÁLISE DO GRAFENO	189
	ANEXO C – ANÁLISES DA NANOCELULOSE	189

RESUMO

O ágar destaca-se como um biopolímero promissor para a produção de filmes poliméricos sustentáveis, porém apresenta limitações em algumas propriedades físico-químicas. A incorporação de nanopartículas, como nanocelulose e grafeno, surge como uma estratégia para aprimorar o desempenho desses materiais. Apesar do potencial dessas combinações, ainda há escassez de estudos comparativos que avaliem seus efeitos de forma sistemática. Nesse contexto, o desenvolvimento e a investigação desses compósitos são relevantes para o avanço de novos materiais sustentáveis e de alto desempenho. O objetivo do presente estudo foi desenvolver filmes poliméricos sustentáveis de ágar e adicionar diferentes concentrações (0,5, 2 e 4% m/m) de nanofibras de celulose (NC) e de nanoplaquetas de grafeno (NG) como cargas de reforço. Os filmes foram produzidos por *casting* e caracterizados quanto às propriedades, com análise estatística dos resultados. Os filmes com grafeno apresentaram-se mais escuros, enquanto a nanocelulose não alterou a aparência. As análises por microscopia óptica e MEV mostraram filmes densos e sem poros, com dispersão da NC, embora com alguns aglomerados, e dispersão heterogênea das NG, com tendência à aglomeração. A espessura não foi influenciada pela NC, mas aumentou com a adição de NG, apresentando valores maiores que a NC em concentrações acima de 0,5% (m/m). A coloração dos filmes aumentou com as nanocargas a partir de 2% (m/m) para NC e 0,5% (m/m) para NG, sendo mais pronunciada com NG. A transparência foi reduzida com o aumento da concentração adicionada de ambas as nanocargas, com o filme com NG apresentando valores menores. O grau de inchamento não foi afetado com a adição de NC, mas aumentou com NG em 4% (m/m). O ângulo de contato, no geral, reduziu com NC, indicando maior hidrofiliabilidade, e aumentou com NG, sugerindo maior hidrofobicidade. A energia superficial não apresentou variação com a adição das nanocargas. A solubilidade em água reduziu com NG até 2% (m/m), apresentando em 0,5% (m/m) um resultado menor que a NC, que por sua vez não provocou alterações. A análise por FTIR indicou a formação de redes estruturais mais estáveis por meio de ligações de hidrogênio e interações físico-químicas entre a matriz e os aditivos. A adição das nanocargas diminuiu a resistência à tração e o módulo de elasticidade dos filmes, enquanto o alongamento na ruptura não sofreu alterações. Os filmes com NC apresentaram maior resistência à tração que com NG em 0,5% (m/m), maior alongamento na ruptura e menor módulo de elasticidade acima de 0,5% (m/m). As análises térmicas (TGA e DSC) evidenciaram melhora na estabilidade térmica dos filmes com nanocargas, com deslocamentos dos picos para temperaturas mais elevadas. A permeabilidade ao vapor de água não apresentou variação com a adição das nanocargas. O grafeno apresentou efeito antimicrobiano contra *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*. O teste de prateleira evidenciou a estabilidade dos filmes ao longo do tempo. A exposição ao intemperismo acelerado indicou que a estabilidade fotoquímica dos filmes de ágar é aprimorada pela incorporação de nanocargas, especialmente o grafeno. O teste de biodegradabilidade mostrou que a adição de nanocargas não prejudicou o caráter biodegradável dos filmes. Comparando as duas nanocargas de reforço, a adição de NC é promissora para aplicações que necessitam manter a aparência original dos filmes, com uma maior flexibilidade. As NG se destacam pela maior transparência/menor opacidade, menor solubilidade em água, ação antimicrobiana e eficiência contra degradação UV.

Palavras-chave: filme polimérico, nanopartículas, biodegradabilidade.

ABSTRACT

Agar stands out as a promising biopolymer for the production of sustainable polymeric films; however, it presents limitations in some physicochemical properties. The incorporation of nanoparticles, such as nanocellulose and graphene, has emerged as a strategy to improve the performance of these materials. Despite the potential of these combinations, comparative studies systematically evaluating their effects remain scarce. In this context, the development and investigation of these composites are relevant for advancing new sustainable, high-performance materials. The aim of the present study was to develop sustainable agar-based polymeric films and incorporate different concentrations (0.5, 2, and 4 wt%) of cellulose nanofibers (CNF) and graphene nanoplatelets (GNP) as reinforcing fillers. The films were produced by the casting method and characterized regarding their properties, with statistical analysis of the results. The films containing graphene exhibited a darker appearance, whereas nanocellulose did not alter the visual appearance of the films. Optical microscopy and SEM analyses revealed dense, pore-free structures, with CNF showing generally good dispersion despite the presence of some aggregates, while GNP exhibited a more heterogeneous distribution with a tendency toward agglomeration. Film thickness was not influenced by CNF addition but increased with GNP incorporation, presenting higher values than CNF-containing films at concentrations above 0.5 wt%. Film coloration increased with the addition of nanofillers from 2 wt% for CNF and 0.5 wt% for GNP, with a more pronounced effect for GNP. Transparency decreased as the concentration of both nanofillers increased, with GNP-containing films exhibiting lower transparency values. The swelling degree was not affected by CNF incorporation but increased with the addition of 4 wt% GNP. Contact angle values generally decreased with CNF, indicating greater hydrophilicity, and increased with GNP, suggesting enhanced hydrophobicity. Surface energy showed no significant variation with the incorporation of either nanofiller. Water solubility decreased with GNP addition up to 2 wt%, with the film containing 0.5 wt% GNP presenting lower solubility than CNF-containing films, while CNF did not significantly affect this property. FTIR analysis indicated the formation of more stable structural networks through hydrogen bonding and physicochemical interactions between the polymer matrix and the additives. The addition of nanofillers reduced the tensile strength and elastic modulus of the films, whereas elongation at break remained unchanged. Films reinforced with CNF exhibited higher tensile strength than those containing GNP at 0.5 wt%, greater elongation at break, and lower elastic modulus at concentrations above 0.5 wt%. Thermal analyses (TGA and DSC) demonstrated improved thermal stability in nanofiller-containing films, evidenced by shifts of degradation and transition peaks toward higher temperatures. Water vapor permeability was not affected by the incorporation of nanofillers. Graphene exhibited antimicrobial activity against *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*. Shelf-life testing demonstrated the stability of the films over time. Accelerated weathering exposure indicated that the photochemical stability of agar films was enhanced by the incorporation of nanofillers, particularly graphene. Biodegradability tests showed that the addition of nanofillers did not impair the biodegradable nature of the films. Comparing the two reinforcing nanofillers, CNF addition is promising for applications requiring preservation of the original film appearance and greater flexibility. In contrast, GNP stands out due to its lower opacity, reduced water solubility, antimicrobial activity, and superior protection against UV-induced degradation.

Keywords: biopolymer, biodegradability, nanoparticles.

1 INTRODUÇÃO

A utilização de fontes poliméricas renováveis é importante no âmbito ambiental. Os polímeros biodegradáveis e/ou de fontes renováveis surgem como alternativa para minimizar os impactos da disposição final de produtos poliméricos no planeta. Como exemplos dessa classe de materiais, pode-se citar proteínas, como soro de leite e gelatina, e polissacarídeos, como o ágar, amido e celulose.

Os filmes poliméricos são preparados a partir de polímeros, podendo conter aditivos, cargas e materiais de reforço em sua composição. O ágar, um biopolímero promissor para fabricação de filmes, é um carboidrato extraído de algas vermelhas marinhas. A principal aplicação do ágar é em indústrias alimentícias como gelificante, texturizante e espessante, mas existem diversas outras possibilidades de aplicação potencial para esse biopolímero, como na microbiologia como meio de cultura, nas áreas farmacêutica e biomédica e na indústria de embalagens. Para ser utilizado em filmes poliméricos, é interessante que o ágar seja combinado com outros materiais, devido às suas propriedades inferiores às de polímeros sintéticos comumente empregados, como a alta hidrofiliabilidade, baixa barreira ao vapor de água e fragilidade.

Uma das classes de materiais muito utilizadas como reforço para filmes são as nanopartículas. A nanotecnologia está permitindo cada vez mais que novas tecnologias surjam e sejam aprimoradas. A nanocelulose, por exemplo, é derivada da transformação da celulose, sendo um biopolímero abundante na natureza. Suas propriedades em escala nanométrica são bastante vantajosas, como alta resistência mecânica, rigidez, atoxicidade e biodegradabilidade, permitindo que este material seja estudado como reforço. Outro nanomaterial com pesquisas promissoras como aditivo em filmes poliméricos é o grafeno, um derivado do carbono que possui propriedades singulares, como alta resistência mecânica, dureza, elasticidade e massa específica reduzida.

Pesquisas sobre a combinação de ágar com nanocelulose e grafeno em filmes poliméricos ainda são limitadas, com poucos estudos descritos na literatura especializada. Há estudos com nanocelulose ou com óxido de grafeno/óxido de grafeno reduzido, mas raros com grafeno e quase inexistentes comparativos de nanocelulose com grafeno no mesmo sistema. O desenvolvimento de materiais inovadores, com propriedades aprimoradas e que atendam às necessidades crescentes de desempenho, é de grande importância no âmbito acadêmico e industrial, beneficiando inúmeros segmentos. Diante do panorama do setor, pesquisas que promovam a melhoria das propriedades dos materiais com sustentabilidade e produtos naturais

são continuamente desafiadoras, mas com grande potencial. Diante desse contexto, o presente trabalho visou o desenvolvimento de filmes poliméricos biodegradáveis formulados a partir de ágar, com incorporação de cargas de reforço de nanofibras de celulose e de nanoplaquetas de grafeno, em concentrações ainda não comparadas.

Em todos os projetos desenvolvidos, é importante que os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) sejam observados, a fim de contribuir com ideais tão relevantes. Os ODS representam um chamado global para a ação, visando proteger o clima e o meio ambiente e promover condições equilibradas para todas as pessoas. Esses objetivos norteiam os esforços das Nações Unidas, contribuindo para a implementação da Agenda 2030 no Brasil e no mundo. Os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável envolvidos neste projeto são: educação de qualidade (ODS4); emprego digno e crescimento econômico (ODS8); indústria, inovação e infraestrutura (ODS9); cidades e comunidades sustentáveis (ODS11); consumo e produção responsáveis (ODS12); vida debaixo d'água (ODS14); vida sobre a terra (ODS15); e parcerias em prol das metas (ODS17).

Dessa forma, este trabalho propõe-se a contribuir com o avanço do conhecimento científico no campo dos biopolímeros, explorando formulações inéditas e alinhando-se às diretrizes de sustentabilidade e inovação tecnológica propostas pelos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Desenvolver filmes poliméricos à base de ágar com incorporação de nanofibras de celulose e de nanoplaquetas de grafeno.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- a) Avaliar a viabilidade científica para desenvolver, por *casting*, filmes de ágar puro (controle) e filmes de ágar com incorporação de nanofibras de celulose e de nanoplaquetas de grafeno, nas concentrações de 0,5 %, 2,0 % e 4,0 % (m/m ágar).
- b) Avaliar e comparar a influência do tipo e concentração de nanocarga nas propriedades morfológicas, físico-químicas, mecânicas, térmicas, de barreira e antibacterianas dos filmes.
- c) Avaliar e comparar a influência das nanocargas na estabilidade dos filmes, analisando a exposição ao intemperismo acelerado, comportamento em prateleira e biodegradabilidade em solo.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 POLÍMEROS

Os polímeros são formados por um conjunto de cadeias poliméricas compostas por macromoléculas que exibem uma estrutura caracterizada pela repetição de unidades denominadas "meros". Polímeros orgânicos consistem principalmente de átomos de carbono e hidrogênio, podendo haver outros elementos, que estão interligados por meio de ligações covalentes (Sharma & Ghoshal, 2018).

A produção e o uso de produtos à base de polímeros estão em constante crescimento em todo o mundo. Os polímeros surgiram originalmente para competir com os materiais metálicos e cerâmicos. Quanto à origem, os polímeros podem ser classificados em polímeros sintéticos ou biopolímeros (Motelica *et al.*, 2020). A Figura 1 mostra a participação de cada polímero em variados segmentos de mercado em 2024.

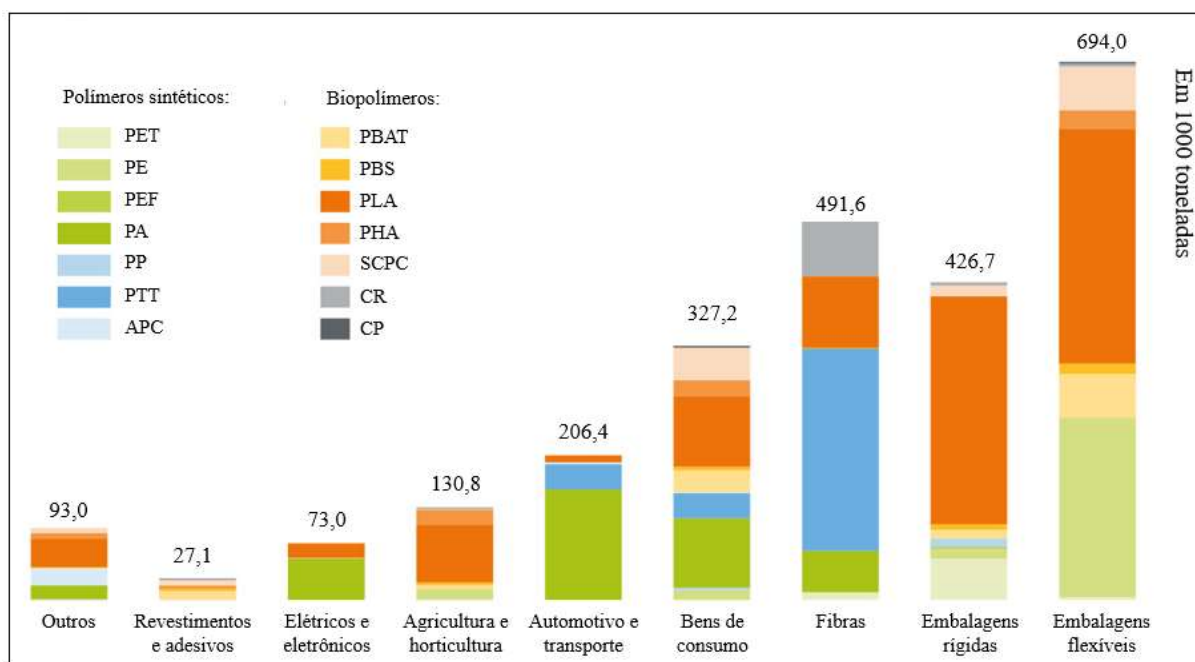


Figura 1. Utilização dos polímeros em 2024 em variados segmentos de mercado (adaptado de European Bioplastics, 2025).

Os materiais poliméricos podem se apresentar em diferentes formas físicas e estruturais, como fibras, grânulos, revestimentos ou matrizes sólidas. Dentre elas, os filmes poliméricos são destaque por possibilitarem a formação de camadas contínuas, podendo ser amplamente explorados em diferentes aplicações (Rocha *et al.*, 2018).

3.1.1 Polímeros sintéticos

Atualmente, a maioria dos materiais poliméricos disponíveis comercialmente são oriundos de fontes petroquímicas, portanto, não renováveis. Esses polímeros tradicionais, de base fóssil, são derivados dos hidrocarbonetos do petróleo e são chamados de polímeros sintéticos (Amjadi *et al.*, 2020; Dicastillo *et al.*, 2016; Motelica *et al.*, 2020).

Os polímeros quimicamente sintetizados por reações de polimerização de monômeros possuem propriedades químicas e físicas vantajosas em termos de aplicação (Abdalrazeq *et al.*, 2021; Jancy *et al.*, 2020; Mohamed *et al.*, 2020). A maioria dos polímeros sintéticos possui resistência mecânica, dureza, rigidez, elasticidade, resistência térmica, resistência química e propriedades de barreira contra o vapor de água e gases como oxigênio, dióxido de carbono e etileno (Filipini *et al.*, 2021; Motelica *et al.*, 2020).

Alguns dos polímeros sintéticos mais utilizados industrialmente são o poli(cloreto de vinila) (PVC), polietileno de baixa densidade (LDPE), polietileno de alta densidade (HDPE), poli(tereftalato de etileno) (PET), poliamida (PA), polipropileno (PP), acetato de polivinila (PVA), poliestireno (PS) e poliuretano (PU), entre outros (Abdalrazeq *et al.*, 2021; Arrieta *et al.*, 2020; Motelica *et al.*, 2020; Perumal *et al.*, 2022; Sharma & Ghoshal, 2018).

Uma maneira promissora de melhorar as propriedades de um polímero é o desenvolvimento de materiais compósitos, em que polímeros podem ser combinados com outros materiais poliméricos, cerâmicos ou metais, ou com misturas destes. As proporções utilizadas de cada parte influenciam diretamente as propriedades do material resultante. Geralmente, os materiais constituídos por misturas apresentam propriedades mecânicas e de barreira melhores do que seus componentes individuais (Kan *et al.*, 2019).

Devido a dificuldades técnicas e econômicas, a reciclagem de polímeros sintéticos é limitada. Menos de 3 % dos resíduos poliméricos são reciclados em todo o mundo (Amjadi *et al.*, 2020; Mohamed *et al.*, 2020). No Brasil, o panorama mostra que 25,6 % dos polímeros pós-consumo foi reciclado em 2023 (ABIPLAST, 2025).

O crescente volume de resíduos poliméricos é uma grande preocupação no âmbito ambiental (Perumal *et al.*, 2022). O descarte incorreto de produtos oriundos desses polímeros provoca impactos negativos no meio ambiente, causando poluição e danos à natureza, aos ecossistemas e à saúde humana (Han & Song, 2021; Meléndez-Rodríguez *et al.*, 2021; Sharma & Ghoshal, 2018). As consequências do acúmulo desses materiais no meio ambiente devido ao descarte inadequado podem degradar a fauna e a flora, causando desequilíbrios ambientais importantes e, em alguns casos, de difícil reversão (Filipini *et al.*, 2021).

Polímeros sintéticos podem demorar séculos para completa decomposição, dependendo do ambiente em que está disposto. Eventualmente, resíduos desses materiais podem ser acumulados em aterros ou dispostos em ambientes naturais sem qualquer tratamento, poluindo o meio ambiente, o solo e as águas superficiais e subterrâneas (Abdalrazeq *et al.*, 2021; Meléndez-Rodríguez *et al.*, 2021; Motelica *et al.*, 2020; Shams *et al.*, 2019).

O descarte inadequado dos resíduos poliméricos prejudica o crescimento da vegetação e dificulta a movimentação da água pelo perfil do solo, reduzindo a disponibilidade de água e nutrientes e reduzindo a fertilidade do solo. A vida animal também é afetada negativamente pela poluição do ar, da água e do solo causada pelos polímeros sintéticos. Esses materiais podem liberar vários produtos químicos perigosos que estão em sua composição, incluindo aditivos como plastificantes (ftalatos) e antioxidantes sintéticos (bisfenóis, parabenos), que provocam desequilíbrios hormonais no ser humano e animais, como é o caso dos disruptores endócrinos e xeno-hormônios (Sharma & Ghoshal, 2018).

3.1.2 Biopolímeros

A crescente demanda global por materiais de embalagem mais sustentáveis, impulsionada pelas preocupações com a poluição ambiental e a escassez de recursos não renováveis, tem direcionado a pesquisa para o desenvolvimento de polímeros biodegradáveis (Gheller Jr. *et al.*, 2025; Liu *et al.*, 2025; Xuan *et al.*, 2025). A sustentabilidade é um tema em destaque no setor de materiais, que é atraente tanto do ponto de vista tecnológico quanto para o consumidor final (Kurek *et al.*, 2021). As preocupações com a manutenção dos recursos naturais e a conscientização ambiental impulsionam o desenvolvimento de materiais baseados em matérias-primas e processos naturais, renováveis e biodegradáveis (Wang *et al.*, 2015). Nesse contexto, os biopolímeros vêm se destacando na área de materiais (Sani *et al.*, 2021).

Os biopolímeros, também conhecidos como polímeros biodegradáveis ou biomateriais poliméricos, são materiais sustentáveis, ecologicamente corretos e ambientalmente vantajosos (Neves *et al.*, 2022). A biodegradabilidade de um polímero se caracteriza pela possibilidade de degradação pela ação de fungos, bactérias e outros microrganismos, ou de decomposição natural no meio ambiente por meios físicos e/ou químicos (Sani *et al.*, 2021).

Os biopolímeros representam apenas cerca de 1,5 % do consumo de polímeros. Um biopolímero pode ser de fonte natural e biodegradável, de fonte natural e não biodegradável, e de origem fóssil e biodegradável. Podem provir de materiais recicláveis, fontes renováveis, ou ser sintetizados quimicamente a partir de monômeros naturais (Giménez *et al.*, 2013).

Os biomateriais poliméricos têm se mostrado opções interessantes, desde que atendam a uma série de requisitos funcionais específicos, como barreira à umidade, solutos, gases e água, atoxicidade e características mecânicas e reológicas adequadas ao processamento e uso (Freile-Pelegrín *et al.*, 2007).

Os biopolímeros derivados de fontes renováveis são considerados promissores devido à sua sustentabilidade, biodegradabilidade e biocompatibilidade (Lima *et al.*, 2025; Tazhibayeva *et al.*, 2020). A maioria dos biopolímeros possui propriedades de bioadesão, atoxicidade e baixa permeabilidade ao vapor de água e gases (Perumal *et al.*, 2022). Em geral, os biopolímeros possuem baixo custo e apresentam ampla disponibilidade (Kan *et al.*, 2019). Apesar dos benefícios bem estabelecidos, os biopolímeros ainda sofrem alguns inconvenientes que impedem a plena exploração destes materiais. As limitações incluem a baixa resistência mecânica comparado aos polímeros sintéticos e baixa estabilidade a longo prazo (Farris *et al.*, 2011; Roy *et al.*, 2022).

Biopolímeros são muito utilizados nas áreas da medicina, biomedicina, farmácia e odontologia. Outras aplicações de biomateriais poliméricos são revestimentos com filmes comestíveis e embalagens ativas para alimentos (Ansarifar & Moradinezhad, 2021; Kahramanoglu, 2019). Na Europa, as embalagens produzidas com polímeros biodegradáveis representam aproximadamente 1,0 % do total de embalagens consumidas (Pereira *et al.*, 2022).

De acordo com a *European Bioplastics* (2025), os biopolímeros são utilizados para diversas finalidades em variados segmentos. A Figura 2 mostra a proporção percentual de cada uma das aplicações dos biopolímeros em relação à produção mundial em 2024.

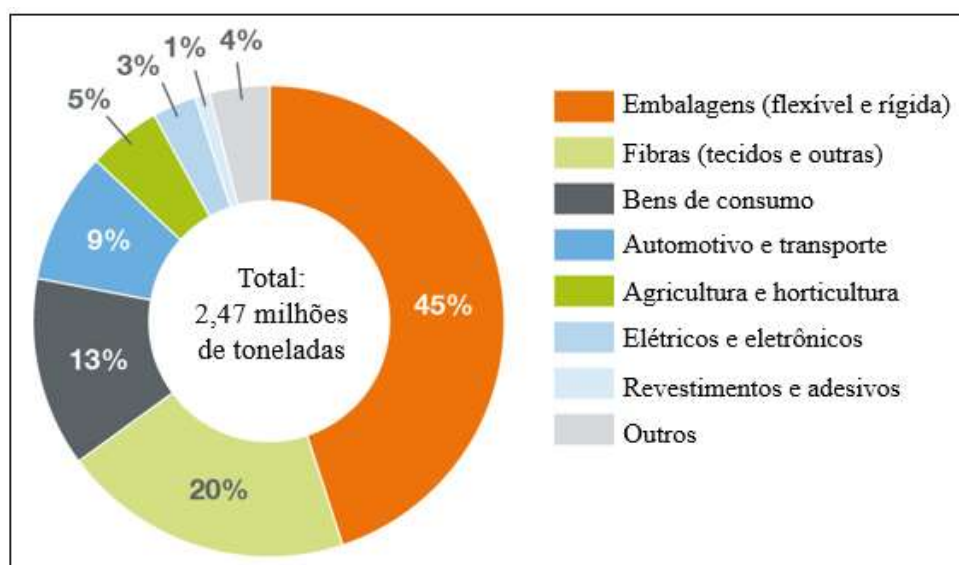


Figura 2. Produção mundial de biopolímeros em 2024 por segmento (adaptado de European Bioplastics, 2025).

3.1.2.1 Biopolímeros utilizados para produção de materiais

Os biopolímeros derivam de fontes renováveis como polissacarídeos, proteínas, poliésteres e ácidos (Ge *et al.*, 2024; Nordin *et al.*, 2024). Entre os polissacarídeos, estão o amido, alginato, quitosana, pectina, ágar, celulose e derivados. Entre as proteínas, estão a gelatina e o soro de leite. Entre os poliésteres, está o polihidroxialcanoato (PHA). Entre os ácidos, está o poli(ácido láctico) (PLA). Cada polímero é adequado para determinadas aplicações de acordo com suas características, propriedades e aplicações que se deseja dar ao material (Meléndez-Rodríguez *et al.*, 2021; Perumal *et al.*, 2022; Wang *et al.*, 2015).

O amido é um polissacarídeo oriundo de alimentos como batata, batata doce, mandioca, trigo e milho e pode ser obtido a partir de diferentes processos (Perumal *et al.*, 2022). O amido é amplamente explorado por ser abundante, de baixo custo e não tóxico (Roy *et al.*, 2022; Tazhibayeva *et al.*, 2020). No entanto, o amido possui propriedades mecânicas, térmicas e de barreira pouco favoráveis para emprego industrial (Campos-Requena *et al.*, 2017).

O alginato é um polissacarídeo aniônico derivado de algas. Esse polímero é abundantemente disponível, biodegradável e biocompatível. Possui propriedades gelificantes e estabilizantes. O alginato tem sido amplamente utilizado industrialmente como aditivo alimentar não tóxico, como agente espessante, gelificante e emulsificante. Devido à propriedade de formação de filme, o alginato é utilizado na indústria alimentícia na forma de filmes ou hidrogéis. Os materiais de alginato são transparentes e com alta resistência mecânica; no entanto, possuem limitada barreira ao vapor de água, sendo hidrofílicos (Wang *et al.*, 2017).

A quitosana é um copolímero de carboidrato natural produzido a partir da desacetilação da quitina em meio alcalino (Wang *et al.*, 2015). É um polissacarídeo catiônico de alta massa molar, com estrutura parcialmente cristalina (Kurek *et al.*, 2021). O seu caráter catiônico em condições ácidas favorece o estabelecimento de interações com compostos carregados negativamente através de interações eletrostáticas e ligações de hidrogênio (Kan *et al.*, 2019). Esse polímero possui efeitos antimicrobianos contra diversos patógenos e baixa permeabilidade a gases como o oxigênio e o dióxido de carbono. A quitosana é muito utilizada em embalagens alimentícias, na produção de filmes comestíveis. Entretanto, seu uso pode ser limitado devido à alta permeabilidade ao vapor de água (Candir *et al.*, 2018). Em geral, as propriedades dos materiais são afetadas pela natureza da quitosana, massa molar média e grau de desacetilação (Kan *et al.*, 2019).

A pectina compõe grande parte da estrutura de partes vegetais, como os frutos (Perumal *et al.*, 2022). É um polissacarídeo ácido comestível, com estrutura parcialmente cristalina. É

um polímero natural barato e abundante e está presente em muitas frutas com áreas extensas de cultivo, como a maçã e as frutas cítricas em geral (Kurek *et al.*, 2021).

O ágar é um polissacarídeo gelatinoso extraído de algas vermelhas marinhas. Possui propriedades gelificantes e espessantes, sendo atualmente muito utilizado na indústria alimentícia. É um dos polissacarídeos mais promissores para o desenvolvimento de materiais para emprego como embalagens biodegradáveis (Mohajer *et al.*, 2017). Além disso, apresenta baixo custo e não é tóxico, apresentando potencial industrial (Tazhibayeva *et al.*, 2020).

A celulose é um polissacarídeo, sendo um dos principais componentes estruturais das células vegetais, extraído das paredes celulares das plantas. Pode ser produzida também por algumas bactérias (Perumal *et al.*, 2022). É o polímero natural mais abundante do planeta (Arrieta *et al.*, 2020) e possui grande renovabilidade (Roy *et al.*, 2022). Sua estrutura é altamente cristalina (Jancy *et al.*, 2020).

A metilcelulose é um polissacarídeo aniônico derivado da celulose. Apresenta unidades lineares glicosídicas com substituintes do tipo metila. É um material que apresenta como vantagens transparência, elevada resistência mecânica, resistência a óleos e graxas, propriedades de barreira lipídica e fácil processabilidade, além de possuir grande disponibilidade e baixo custo. Materiais com metilcelulose são altamente sensíveis às condições ambientais, e, devido à sua natureza hidrofílica, as propriedades físicas são muito suscetíveis à umidade (Dicastillo *et al.*, 2016).

O acetato de celulose é um polímero termoplástico produzido através da esterificação da celulose. Seu uso é interessante por ter um custo baixo, ser atóxico, possuir alta tenacidade e transparência óptica (Arrieta *et al.*, 2020). Esse derivado da celulose é muito utilizado no desenvolvimento de bioembalagens devido à atoxicidade, resistência térmica, resistência química e baixa permeabilidade ao vapor de água (Pereira *et al.*, 2022).

A gelatina é uma proteína animal obtida pela hidrólise controlada do colágeno insolúvel fibroso, que é gerado como resíduo durante o abate de animais, como gado e suínos. É uma das proteínas mais utilizadas para produção de embalagens devido à abundância e propriedades filmogênicas. A gelatina possui propriedades de barreira contra a luz, oxigênio e lipídios. No entanto, apresenta baixa barreira ao vapor de água devido à natureza hidrofílica das suas moléculas. As propriedades dos materiais são afetadas pela origem e composição da gelatina, sem contar de que se trata de um produto de origem animal, o que restringe seu uso pensando em alguns tipos de mercado, como o vegano/vegetariano (Kan *et al.*, 2019).

O soro de leite é um subproduto da indústria de laticínios. É utilizado na indústria alimentícia como um transportador de aditivos alimentares, como antioxidantes, corantes e

agentes antimicrobianos, além de ser consumido como suplemento alimentar. O soro de leite pode formar materiais flexíveis, transparentes e sem sabor, embora a presença de impurezas possa desfavorecer algumas de suas propriedades (Mohamed *et al.*, 2020).

O polihidroxialcanoato (PHA) é um poliéster linear de base biológica produzido na natureza pela ação de bactérias gram-positivas e gram-negativas durante a fermentação de açúcares e lipídios. O PHA pode ser produzido a partir de resíduos orgânicos de subprodutos industriais, como melaço, efluentes de fábrica de papel, soro de leite, frutas e resíduos sólidos urbanos, entre outros. Em materiais poliméricos, o PHA combina biodegradabilidade, biocompatibilidade e propriedades de barreira, mas possui fragilidade mecânica e baixa estabilidade térmica, que limitam algumas aplicações (Meléndez-Rodríguez *et al.*, 2021).

O poli(ácido láctico) (PLA) é produzido pela fermentação bacteriana de recursos renováveis que contém amido na sua composição. A principal aplicação conhecida atualmente do PLA é na área da estética, sendo um componente utilizado para procedimentos de harmonização facial. O PLA tem capacidade de formar filmes poliméricos, no entanto suas propriedades de barreira, principalmente ao oxigênio, são limitadas (Motelica *et al.*, 2020).

A mistura de dois ou mais polímeros é muito comum na área da ciência e tecnologia de materiais, a fim de promover a melhora das propriedades dos polímeros isolados. Em geral, assume-se que a mistura de polímeros resulta em um material com melhor desempenho do que seus componentes isolados. Portanto, esta é uma prática bastante comum quando se trata de polímeros sintéticos e representa uma maneira interessante de explorar os biopolímeros. No entanto, deve-se observar a compatibilidade entre os polímeros. A combinação de materiais compatíveis pode melhorar as propriedades gerais do compósito. Por outro lado, o uso de materiais incompatíveis pode levar a propriedades inferiores ou à uma separação dos componentes (Jumaidin *et al.*, 2017).

Os polissacarídeos, por exemplo, são muito utilizados em mistura com proteínas, principalmente para aumentar a estabilidade de sistemas dispersos. A maioria dos polissacarídeos de alta massa molar, sendo hidrofílicos, não possuem tendência de adsorção na interface ar-água, mas pode aumentar fortemente a estabilidade das estruturas de proteínas, agindo como agentes espessantes ou gelificantes. A mistura entre polissacarídeos e proteínas forma uma rede tridimensional compacta e reforçada. No entanto, deve-se atentar à compatibilidade entre os polímeros ao fazer esse tipo de mistura. A compatibilidade entre proteínas e polissacarídeos, por exemplo, é limitada, pois acima de uma concentração crítica eles se segregam em diferentes fases (Guerrero *et al.*, 2014).

Os biopolímeros vêm sendo amplamente aplicados na produção de filmes poliméricos, que apresentam potencial para uso em embalagens ativas e inteligentes, principalmente na indústria alimentícia, por atuarem como barreira contra agentes externos como gases, umidade e microrganismos. Além disso, possibilitam a incorporação de aditivos funcionais, como antioxidantes e microbianos, que prolongam a vida útil dos produtos acondicionados (Ortiz *et al.*, 2017).

3.1.3 Filmes poliméricos

Filmes poliméricos são camadas finas de materiais à base de polímeros. Sua aplicação é majoritariamente em embalagens, com o objetivo de agir como uma barreira contra agentes externos. Os filmes poliméricos são muito utilizados em embalagens alimentícias, minimizando danos mecânicos e contribuindo para o prazo de validade e tempo de prateleira dos alimentos pela incorporação de compostos antimicrobianos ou por fornecer uma barreira eficaz à permeação de gases, umidade e aromas (Rocha *et al.*, 2018).

Filmes em pequena escala são geralmente obtidos em laboratório, produzidos por *casting*. Esse método, conhecido também como método do espalhamento, consiste em três etapas: preparo da solução filmogênica, espalhamento e secagem da solução espalhada. No preparo da solução filmogênica, uma dispersão é preparada a partir da mistura do polímero, um solvente e um plastificante sob ação de agitação em condições de processo dependentes do tipo polímero/dispersão/solvente utilizados. Pode-se adicionar outros compostos como aditivos, além de agentes reticulantes. A escolha dos componentes utilizados para obter a suspensão filmogênica é fundamental para atingir o comportamento reológico desejado. A mistura é, então, derramada em um suporte apropriado e espalhada, normalmente em placas de vidro. A espessura do filme pode ser controlada pela massa de dispersão derramada sobre o suporte, ou pode-se utilizar uma faca de espalhamento para a ajustá-la. Em seguida, a suspensão espalhada é seca em condições específicas por um tempo determinado. Após a evaporação do solvente, o filme é retirado do suporte e, em geral, encontra-se pronto (Ortiz *et al.*, 2017).

O fornecimento de calor durante a etapa de secagem pode ser feito por condução, convecção, radiação infravermelha ou por uma combinação desses mecanismos. Aumentar a temperatura de secagem tende a aumentar a resistência à tração e a resistência térmica dos filmes, além de reduzir o tempo de produção. A influência da temperatura de secagem sobre as propriedades do filme depende das características da suspensão formadora de filme, como uma fase de gel preexistente ou a tendência à gelificação térmica durante a secagem. Vários

fenômenos podem ocorrer durante a secagem, como a transição para a fase vítrea, separação de fases e/ou cristalização (Ortiz *et al.*, 2017).

As variáveis de processamento utilizadas para produzir filmes à base de biopolímeros podem ter grande influência na durabilidade do material e nas suas propriedades (Ortiz *et al.*, 2017). As propriedades dos filmes estão altamente associadas à natureza dos materiais, concentrações da matriz polimérica e das cargas, suas interações, grau de dispersão e métodos de processamento, entre outros parâmetros (Wang *et al.*, 2017).

O tipo e o número de interações envolvidas na estabilização de uma matriz polimérica (ligações de hidrogênio, ligações covalentes e atrações eletrostáticas, por exemplo) determinam o grau de reticulação e o caráter hidrofílico/hidrofóbico dos filmes. Estas também se correlacionam com as características físico-químicas, mecânicas e propriedades de barreira dos filmes gerados (Ortiz *et al.*, 2017).

3.1.3.1 Aditivos em filmes poliméricos

Componentes plastificantes podem ser utilizados como aditivos na composição de filmes, atuando de modo a induzir modificações na matriz polimérica. Os plastificantes agem reduzindo a interação entre as cadeias poliméricas, aumentando o espaçamento, o volume livre e a maleabilidade do polímero. Portanto, os biopolímeros plastificados tendem a apresentar aumento na flexibilidade e extensibilidade e diminuição na fragilidade, quando comparados às formulações sem plastificante. O plastificante atua diminuindo a temperatura na qual ocorre a transição vítrea do polímero, transformando-o de um estado originalmente frágil e quebradiço para uma condição mais flexível (Othman *et al.*, 2021).

Os polióis são os plastificantes mais utilizados. Desta classe, o plastificante mais utilizado é o glicerol, que é um composto orgânico oriundo da produção do biodiesel, com grande volume de produção e baixo custo. Outros plastificantes disponíveis são o sorbitol, xilitol, manitol, etilenoglicol, polietilenoglicol, propilenoglicol, acetato de polivinila (PVA) e plastificantes naturais, como extratos vegetais e mel (Lemus *et al.*, 2021; Madera-Santana *et al.*, 2014). O teor de plastificante utilizado está diretamente relacionado à deformação do filme e precisa ser dosado de forma individual para cada composição polimérica (Giménez *et al.*, 2013).

A característica fundamental que todo plastificante deve atender é a sua compatibilidade com a matriz polimérica. Ele deve ser solúvel no polímero, o que implica em forças intermoleculares similares. É necessário também que o plastificante apresente uma

solubilidade comparável à do polímero no solvente utilizado, garantindo assim que não ocorra separação entre o plastificante e o polímero durante o processo de secagem do filme (Othman *et al.*, 2021).

Os plastificantes conferem aos filmes propriedades mecânicas melhoradas, especialmente em termos de flexibilidade. No entanto, tanto o pequeno tamanho quanto a natureza polar dessa molécula podem influenciar a estrutura física dos biopolímeros. Pode ocorrer uma modificação da organização molecular tridimensional da matriz do filme, diminuindo as forças atrativas intermoleculares, aumentando a mobilidade da cadeia, o volume livre entre moléculas adjacentes e a afinidade com água do filme. Portanto, a tendência de sorção de água, em geral, torna-se maior (Farris *et al.*, 2011; Rocha *et al.*, 2018). Altos teores de plastificante podem aumentar a solubilidade do filme em água devido à característica hidrofílica (Madera-Santana *et al.*, 2014).

Agentes reticulantes também podem ser adicionados a um filme polimérico para melhorar suas características. As modificações nas propriedades do material induzidas pelo agente reticulante estão diretamente ligadas à sua capacidade de estabelecer ligações químicas covalentes entre cadeias poliméricas. O reticulante mais utilizado é o glutaraldeído. O glutaraldeído reticula de forma heterogênea devido à presença de domínios reticulados. Outros reticulantes comumente utilizados são o formaldeído, a epícloridrina e o ácido cítrico (Farris *et al.*, 2011).

A adição de agentes reticulantes permite a obtenção de filmes com propriedades mecânicas aprimoradas e com melhor resistência à água. No entanto, a adição do reticulante também pode levar a uma heterogeneidade no arranjo molecular do composto, devido à presença de domínios com grau desigual de reticulação, o que determina a presença de manchas insolúveis reticuladas. Isto pode reduzir a flexibilidade do filme ou torná-lo quebradiço. Apesar de oferecer vantagens quando adicionado em polímeros, estudos compararam a influência da adição de agente reticulante em filmes e não observaram diferenças significativas nas propriedades gerais dos materiais obtidos (Farris *et al.*, 2011).

Com o avanço da nanotecnologia, vários tipos de materiais de reforço de tamanho nanométrico, como nanoargilas, nanossílica, nanopartículas metálicas e nanocelulose, têm sido utilizados para melhorar as propriedades físicas, mecânicas e de barreira a gases de filmes poliméricos. As nanopartículas têm uma vantagem sobre partículas de tamanho maior, devido à sua alta relação superfície/volume, o que pode facilitar a dispersão das cargas pela matriz polimérica (Shankar & Rhim, 2016; Zhai *et al.*, 2021).

As propriedades antimicrobianas das nanopartículas metálicas são promissoras para aplicações tecnológicas, como embalagens de alimentos, purificação de água e como revestimentos para dispositivos biomédicos. Entre os vários metais, a prata (Ag) é conhecida por ter um pronunciado efeito bactericida. A elevada área superficial das nanopartículas proporciona uma melhor interação entre as partículas e os microrganismos. A atividade antibacteriana de nanopartículas de prata (AgNPs) depende não apenas do tamanho da partícula, mas também de sua forma. AgNPs são comumente incorporadas em filmes poliméricos com a finalidade de induzir e/ou aprimorar a atividade antimicrobiana do material base (Lemus *et al.*, 2021). Com o aumento da concentração de Ag, há uma diminuição no crescimento microbiano. Estudos mostram a atividade deste tipo de material contra bactérias gram-negativas, como *Escherichia coli*, e contra bactérias gram-positivas, como *Staphylococcus aureus*. As AgNPs são distribuídas homogeneamente em uma matriz polimérica para formar um híbrido orgânico-inorgânico, que pode ser de várias formas, como em solução, gel e filme. A adição de nanopartículas de Ag em filmes pode também promover uma melhora nas propriedades mecânicas (Ghosh *et al.*, 2010). No entanto, as nanocargas metálicas podem exibir propriedades tóxicas, motivando o uso de agentes antimicrobianos naturais (Leite *et al.*, 2020).

Extratos vegetais têm sido estudados como potenciais aditivos em filmes poliméricos devido às suas propriedades antimicrobianas. No entanto, a incorporação de alguns extratos em teores altos pode prejudicar outras características do material, como a permeabilidade ao vapor de água, a solubilidade em água e as propriedades mecânicas devido à natureza hidrofílica destas moléculas (Giménez *et al.*, 2013).

Alguns óleos essenciais são considerados alternativas interessantes aos aditivos sintéticos utilizados em filmes, como plastificantes para polímeros hidrofóbicos. Os óleos essenciais são adicionados em filmes poliméricos para inibir a atividade microbiana. Essa função tem relação com a natureza hidrofóbica do óleo e seus constituintes. Essas características resultam em uma partição nos lipídios da membrana celular e das mitocôndrias dos microrganismos, perturbando tais estruturas e aumentando a permeabilidade celular, com consequente perda de citoplasma. Além disso, esses compostos podem interagir com enzimas presentes na parede celular do microrganismo, levando a lesões e resultando na perda da viabilidade celular (Rocha *et al.*, 2018). A incorporação de óleo essencial pode resultar também em uma diminuição na solubilidade do filme, devido à natureza hidrofóbica do óleo. No entanto, dependendo da quantidade, a adição de óleos essenciais pode dificultar a sua homogeneização na matriz polimérica, indicada pela presença de pequenas gotículas lipídicas na superfície dos filmes. Além disso, a adição de óleo essencial pode ocasionar redução nas

propriedades mecânicas dos filmes pelo enfraquecimento atribuído à estrutura heterogênea bifásica (Rocha *et al.*, 2018).

Fibras de celulose, nanofibras de celulose e nanocristais de celulose também são materiais muito utilizados como carga de reforço em filmes para melhorar as propriedades mecânicas, térmicas e de barreira ao vapor d'água (Wang *et al.*, 2017).

Na produção de filmes poliméricos, uma matriz natural que se destaca é o ágar, cujas características podem ser modificadas e aprimoradas pela incorporação de aditivos que possibilitam o ajuste de propriedade, permitindo o desenvolvimento de materiais mais funcionais e com desempenho comparável ao de polímeros sintéticos convencionais.

3.2 ÁGAR

O ágar é um dos polímeros classificados como de fonte natural e biodegradável. Também chamado de ágar-ágar, é um polissacarídeo termoplástico linear que compõe a estrutura da parede celular de algas vermelhas marinhas da classe das rodófitas. Nas algas, o ágar cumpre uma função análoga à da celulose nas plantas, mas, difere, pois as algas marinhas requerem uma estrutura mais flexível para resistir a correntes e movimento de ondas. Industrialmente, o ágar é produzido principalmente a partir dos gêneros agarófitos *Gelidium sp.* e *Gracilaria sp.* (Freile-Pelegrín *et al.*, 2007; Liew *et al.*, 2019).

De acordo com a *Global Biodiversity Information Facility*, em todo planeta existem mais de 2,5 milhões de ocorrências registradas de aprox. 4500 espécies diferentes de algas vermelhas do filo Rodófitas. O Brasil está entre os dez países onde há maior existência de algas rodófitas, ocupando o nono lugar, com mais de 65 mil ocorrências registradas (GBIF, 2025).

A estrutura química, a massa molar e as propriedades reológicas do ágar possuem relação com a fonte de algas. Fatores ambientais e fisiológicos e procedimentos utilizados na extração e isolamento de ágar também influenciam suas propriedades. As propriedades formadoras de gel do ágar são amplamente influenciadas pelos substituintes químicos da cadeia polimérica, bem como pela massa molar média e sua distribuição. O tipo e a quantidade de substituintes da cadeia polimérica dependem das espécies de algas das quais o ágar é obtido (Murano *et al.*, 1992).

Para a extração de ágar das algas vermelhas, pode-se realizar um pré-tratamento alcalino da matéria-prima. O pré-tratamento reduz a massa molar e aumenta a polidispersão do polímero. No entanto, o tratamento reduz o rendimento do processo de obtenção do ágar devido à degradação do polímero causada pela hidrólise alcalina. Esse tratamento pode ser realizado

deixando-se a alga imersa em solução alcalina (normalmente hidróxido de sódio) por sete dias, e, posteriormente, neutralizando-a com solução ácida (normalmente ácido sulfúrico) (Murano *et al.*, 1992).

O ágar é um carboidrato fibroso heterogêneo composto por dois componentes: agarose e agarpectina (Reddy & Rhim, 2014). A agarose é o constituinte majoritário, sendo um polissacarídeo gelificante neutro linear de unidades repetidas de agarobiose (β -D-galactose e 3,6-anidro- α -L-galactose). A agarpectina é um polissacarídeo ácido heterogêneo carregado que possui ácido pirúvico, grupos sulfato e ácido D-glucurônico conjugado com agarobiose (Liew *et al.*, 2019). A Figura 3 mostra a estrutura do ágar e seus componentes.

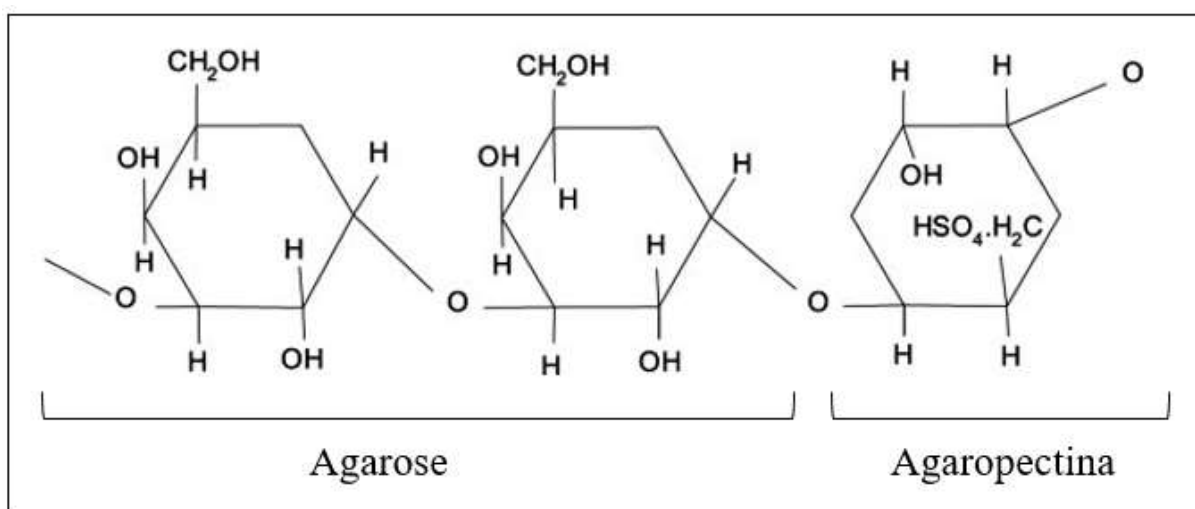


Figura 3. Estrutura do ágar (Santos & Urrea-Victoria, 2016).

O ágar é uma substância com propriedades gelificantes, espessantes e características químicas estáveis (Yang *et al.*, 2022). Possui baixo custo de obtenção, propriedades reológicas vantajosas e alto grau de biocompatibilidade (Madera-Santana *et al.*, 2014). É um polímero de natureza hidrofílica devido à formação de ligações de hidrogênio entre os grupos hidroxila presentes em sua estrutura e o átomo de oxigênio da água. O ágar é um composto polar e originalmente com pH neutro (Jumaidin *et al.*, 2016).

Em temperaturas baixas, o ágar não se dissolve em água, mas incha consideravelmente, pois absorve uma grande quantidade dela. Em contato com água quente (cerca de 90 °C), o ágar se dissolve rapidamente, formando um gel firme. O ágar tem a capacidade de formar moléculas de gel reversíveis ao resfriar a solução aquosa quente. Ele dissolve no aquecimento e solidifica no resfriamento. Este ciclo pode ser repetido por um número indefinido de vezes, sem comprometer as propriedades mecânicas do gel (Freile-

Pelegrín *et al.*, 2007). A solução de ágar em água é semelhante à água em temperaturas próximas a 90 °C, próximo a sua temperatura de fusão. Quando a temperatura é gradualmente reduzida para a temperatura de gelificação (30 – 47 °C), o ágar torna-se um gel branco-leitoso (Yang *et al.*, 2022). O ponto de gelificação depende do gênero da alga de origem, bem como da composição do ágar (teor de agarose e agarpectina) (Murano *et al.*, 1992).

O ágar é um gel aquoso, cuja estrutura inteira consiste em moléculas de polímero ligadas por ligações de hidrogênio. Esta rede pode armazenar uma grande quantidade de água e permite que ela se mova livremente pelo macrorretículo polimérico. Cada molécula mantém sua estrutura de forma independente, de modo que o processo de gelificação em ágar não é uma polimerização, mas sim processo de atração eletrostática simples. A gelificação do ágar envolve sua conversão de uma formação de bobina desordenada flutuante em solução para uma estrutura rígida e ordenada que forma as zonas de junção da rede de gel (Freile-Pelegrín *et al.*, 2007).

No processo de gelificação do ágar, esquematizado na Figura 4, as espirais que inicialmente estão suspensas em solução (etapa 1) interagem quimicamente no resfriamento formando as duplas hélices (etapa 2). Estas, por sua vez, podem se agrupar com outras duplas hélices (etapa 3). Por fim, essas estruturas se ordenam em uma rede tridimensional ordenada (etapa 4) (Alves, 2016).

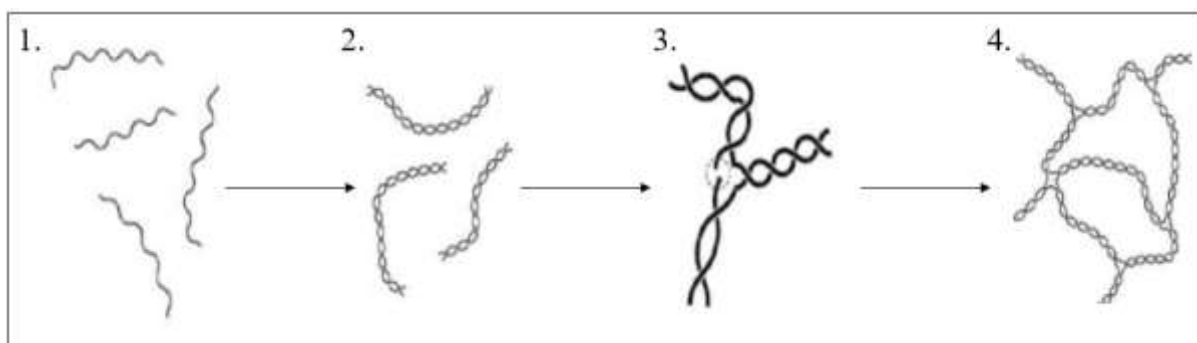


Figura 4. Esquema das 4 etapas do processo de gelificação do ágar (adaptado de Alves, 2016).

O ágar é considerado um material promissor para emprego industrial (Lemus *et al.*, 2021). Este biopolímero tem sido amplamente utilizado pelas indústrias alimentícia, farmacêutica, microbiológica, médica, biomédica, eletroquímica e de embalagens (Liew *et al.*, 2019). Devido à sua capacidade de formar géis muito resistentes, o ágar tem sido amplamente utilizado como agente gelificante, texturizante e espessante na indústria alimentícia e farmacêutica e em outras aplicações, como em técnicas de microbiologia e biologia molecular como meio de cultura. Usos mais recentes de ágar incluem filmes para embalagens, moldes

dentários, fundição de peças arqueológicas e moldes de esculturas (Freile-Pelegrín *et al.*, 2007; Lemus *et al.*, 2021).

3.2.1 Filmes poliméricos de ágar

Os polissacarídeos são os polímeros de base biológica mais utilizados e estudados para aplicações em embalagens de alimentos e revestimentos, devido às propriedades de formação de filmes e géis. O ágar é comestível e forma matrizes biologicamente inertes, o que facilita a difusão de vários compostos bioativos à superfície dos alimentos (Liu *et al.*, 2025; Na & Kang, 2025; Rocha *et al.*, 2018). Entre os biopolímeros naturais, o ágar tem potencial para a produção de filmes biodegradáveis. Este biopolímero forma filmes quando é adicionado um plastificante adequado (Reddy & Rhim, 2014), gerando filmes transparentes e flexíveis (Roy & Rhim, 2021).

Os filmes de ágar puro não apresentam atividade antimicrobiana (Giménez *et al.*, 2013). A solubilidade em água de filmes elaborados com ágar tende a aumentar com o aumento do teor de ágar utilizado na formulação (Rocha *et al.*, 2018). Em relação às propriedades térmicas, um maior teor de ágar provoca diminuição da temperatura de fusão do filme (Madera-Santana *et al.*, 2014).

Filmes de ágar puros já foram submetidos à exposição ao intemperismo natural para determinar seu comportamento de biodegradação e funcionalidade. Foi observado que os parâmetros climáticos desempenham um papel importante no processo de degradação. A exposição acelerada ao intemperismo de filmes de ágar sugere que tanto a fotodegradação quanto as variações de temperatura e umidade levam a alterações da morfologia e à deterioração das propriedades estruturais e mecânicas dos filmes de ágar entre 30 – 45 dias. Isso é resultado da diminuição do tamanho da massa molar e do número de grupos sulfato da molécula, devido à cisão da cadeia e posterior reticulação (Freile-Pelegrín *et al.*, 2007).

Essas alterações modificam a cristalinidade do ágar, causando contrações e levando à consequente formação de microfraturas, com fragilização do biopolímero. Essas condições também promovem ataques microbianos e fúngicos. À medida que o tempo de exposição aumenta, a morfologia da superfície do ágar muda de translúcido e liso para irregular e áspero, com pequenas manchas, além de indicar a presença de microrganismos distribuídos aleatoriamente. A partir de 60 dias, há uma diminuição nos grupos sulfato, devido principalmente à despolimerização do ágar (Freile-Pelegrín *et al.*, 2007).

Embora o ágar possua propriedades interessantes e seja promissor para a produção de filmes, ele apresenta algumas limitações. Sua forte hidrofiliabilidade faz com que esse polímero

seja sensível à umidade, o que resulta em baixa resistência à água. O ágar também possui limitações com relação às propriedades térmicas e de resistência mecânica. A sua fragilidade é atribuída a fortes interações entre as cadeias de ágar-ágar. Para superar tais limitações, o ágar pode ser misturado com outros polímeros, sejam eles naturais ou sintéticos, ou pode ser realizada a incorporação de cargas de reforço na matriz polimérica (Liu *et al.*, 2025; Lemus *et al.*, 2021; Na & Kang, 2025).

Existem muitos estudos que buscam alternativas para melhorar as propriedades físicas e funcionais de filmes à base de ágar através da mistura com outros polímeros e da adição de cargas (Wang *et al.*, 2018). Misturas de ágar com alguns polímeros sintéticos já foram relatadas. Alguns biopolímeros que podem ser combinados com ágar são celulose, lignina, pectina, gelatina, amido, alginato e quitosana (Madera-Santana *et al.*, 2014). Inclusive, o ágar pode ser utilizado como carga de reforço nessas matrizes poliméricas, aumentando a resistência à tração e melhorando as propriedades térmicas de misturas termoplásticas com o aumento de sua concentração (Jumaidin *et al.*, 2016).

Vários materiais podem ser incorporados ao ágar como carga de reforço para melhorar as propriedades do filme, como a nanocelulose (nanofibras ou nanocristais), microcelulose (microfibras ou microcristais), carboximetilcelulose, grafeno, óxido de grafeno, nanopartículas de argila, nanopartículas de prata e de cobre, extratos vegetais e óleos essenciais. As nanocargas, no geral, têm a tendência a melhorar as propriedades mecânicas e de barreira de filmes de ágar (Shankar & Rhim, 2016).

Apesar da variedade de aplicações do ágar como matriz polimérica para produção de filmes, há poucos estudos na literatura especializada que abordem a combinação do ágar com nanocelulose e com grafeno, sendo que não há informações na literatura que comparem a adição dessas duas diferentes cargas de reforço e a comparação de seus desempenhos.

3.3 NANOCELULOSE

Compondo aproximadamente metade da composição química da madeira e sendo o principal constituinte das plantas, a celulose é um carboidrato de grande massa molar, com uma estrutura linear e ordenada, desempenhando um papel fundamental na resistência da madeira e das plantas. A unidade básica para a formação da celulose é a celobiose, que consiste em duas unidades de glicose invertidas entre si conectadas por ligações β -1,4-glicosídicas. A celulose $[(C_6H_{10}O_5)_n]$ é um polissacarídeo semicristalino, com cadeias poliméricas associadas por

ligações de hidrogênio, sendo um composto de natureza polar (Reddy & Rhim, 2014). A Figura 5 mostra a estrutura molecular da cadeia polimérica da celulose.

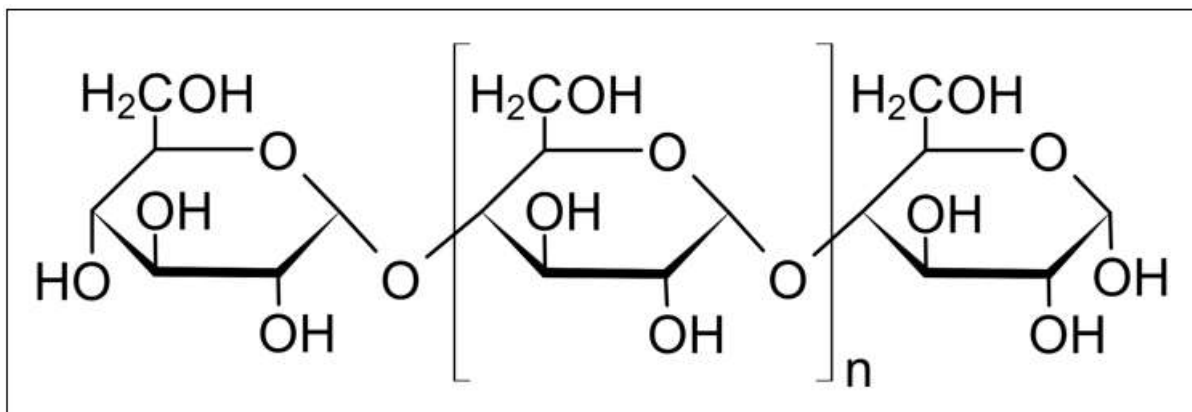


Figura 5. Estrutura molecular da cadeia polimérica de celulose (adaptado de Macedo *et al.*, 2014).

Enquanto a celulose é utilizada na fabricação de filmes como matriz polimérica, a microcelulose e a nanocelulose são utilizadas como cargas de reforço em filmes. Comparada à microcelulose, partículas de nanocelulose são mais eficazes para reforçar polímeros devido às interações entre os elementos nanométricos, que formam uma rede conectada por ligações de hidrogênio quando estão bem dispersas na matriz polimérica (Reddy & Rhim, 2014).

Por definição, nanocelulose refere-se à celulose com pelo menos uma dimensão inferior a 100 nm (Trang *et al.*, 2025; Zhai *et al.*, 2021). A escala nanométrica apresenta uma característica distintiva fundamental, que é a amplificação das propriedades físicas e químicas de um material. Isso ocorre devido à presença de uma grande área superficial e uma dispersão mais acentuada da carga pela matriz (Reddy & Rhim, 2014).

Entre essas nanocargas orgânicas, a nanocelulose isolada de vários recursos celulósicos naturais tem ganhado atenção recente devido às suas características (Wang *et al.*, 2017). É um material com alta resistência e rigidez, elevado módulo de elasticidade, baixa densidade, grande área superficial, atoxicidade, biodegradabilidade, biocompatibilidade e renovabilidade. Suas propriedades são fortemente dependentes da fonte e do método de isolamento do material. A nanocelulose pode ser obtida a partir de recursos naturais renováveis, baratos e abundantes, como madeira, plantas, vegetais e outros subprodutos agrícolas, sendo produzida em escala comercial (Hossain *et al.*, 2022; Leite *et al.*, 2020; Reddy & Rhim, 2014). Devido a essas propriedades, a nanocelulose tem sido amplamente utilizada como agente de reforço para várias aplicações avançadas (Zhai *et al.*, 2021).

3.3.1 Obtenção de nanocelulose

Nanofibras de celulose e nanocristais de celulose têm sido isolados usando vários métodos, incluindo físicos, químicos ou uma combinação destes. As propriedades da nanocelulose dependem não apenas das fontes de celulose, mas também dos métodos de isolamento e suas condições (Wang *et al.*, 2017).

As cadeias de celulose são formadas de estruturas fibrosas. A celulose nanofibrilada (nanofibras de celulose) pode ser obtida por meio de um processo mecânico. Neste processo, a celulose é submetida a um processo de desfibrilamento, podendo ser em moinho de pedras de alto cisalhamento. A moagem é, então, realizada por tempo suficiente para a obtenção de fibras em escala nanométrica (Wang *et al.*, 2017).

Na composição da celulose existem domínios cristalinos altamente ordenados e domínios amorfos desordenados. Os domínios cristalinos podem ser isolados em nanoescala com nanocristais altamente ordenados e regulares, após a remoção dos domínios amorfos por hidrólise ácida (Reddy & Rhim, 2014).

A celulose nanocristalina (nanocristais de celulose) pode ser obtida por meio de um processo químico. As fibras de celulose, depois de secas, são submetidas à hidrólise ácida, normalmente com ácido sulfúrico (H_2SO_4) ou ácido clorídrico (HCl). A mistura resultante deve ser resfriada até a temperatura ambiente e a suspensão deve ser centrifugada repetidamente, descartando-se o sobrenadante até ficar turvo. As frações obtidas devem ser lavadas com água destilada, sonicadas e liofilizadas para obtenção dos nanocristais (Reddy & Rhim, 2014). A hidrólise ácida remove parcialmente as regiões amorfas, gerando um polímero com maior cristalinidade. Condições de extração como concentração de ácido, tempo e temperatura no processo de hidrólise ácida desempenham um papel importante para obter nanocelulose com a forma, tamanho e cristalinidade desejados (Wang *et al.*, 2017).

3.3.2 Filmes poliméricos com nanocelulose

A incorporação de cargas de tamanho nanométrico para produzir materiais poliméricos é uma rota promissora para melhorar as propriedades e o desempenho de filmes e compósitos. Isto é devido à elevada área superficial das nanopartículas, o que resulta em uma grande área interfacial entre o biopolímero e a carga nanométrica. Em nanocompósitos, o efeito de reforço obtido por elementos de tamanho nanométrico é geralmente atribuído à formação de uma rede rígida de nanofibras conectadas por interações intermoleculares e emaranhados mútuos, que

reduzem a mobilidade das cadeias macromoleculares e dificultam o deslizamento de defeitos pela estrutura (Othman *et al.*, 2021; Zhai *et al.*, 2021).

A produção de nanocelulose e sua aplicação em materiais nanocompósitos tem ganhado cada vez mais atenção devido à melhoria gerada nas propriedades dos materiais. A nanocelulose, quando dispersa adequadamente na matriz do filme, pode melhorar as propriedades mecânicas, térmicas e de barreira contra gases. A grande quantidade de grupos hidroxila na superfície da nanocelulose aumenta sua capacidade de dispersão em outros polímeros. A organização estruturada da celulose não apenas confere uma maior resistência mecânica, mas também pode desempenhar um papel importante na alteração de diversas propriedades dos materiais, incluindo propriedades elétricas, ópticas e de barreira (Liu *et al.*, 2025; Othman *et al.*, 2021; Pourghasemi-Soufiani & Amidi-Fazli, 2025; Reddy & Rhim, 2014).

Além da utilização em nanocompósitos poliméricos para melhorar as propriedades físicas de filmes, partículas de nanocelulose podem ser modificadas quimicamente para adquirir novas funcionalidades. Um exemplo é a incorporação de TiO_2 e Ag, para melhoria nas propriedades antimicrobianas (Leite *et al.*, 2020). A modificação da nanocelulose pode ser realizada para melhorar as propriedades ou para melhorar a dispersão na matriz do filme (Zhai *et al.*, 2021).

Filmes poliméricos com incorporação de nanocelulose já foram estudados em matrizes como amido, alginato, gelatina, quitosana e ágar (Roy & Rhim, 2021). Nos filmes de amido, a incorporação de nanocelulose aumentou a resistência à tração, melhorou a estabilidade térmica e diminuiu a permeabilidade ao oxigênio e ao vapor d'água. Nos filmes de alginato, a nanocelulose melhorou as propriedades mecânicas. Nos filmes à base de gelatina, a nanocelulose aprimorou as propriedades ópticas, de barreira ao vapor de água e mecânicas (Leite *et al.*, 2020; Othman *et al.*, 2021).

Em filmes de ágar, a interação com a nanocelulose ocorre através de ligações de hidrogênio. A dispersão dessa nanocarga na matriz polimérica é satisfatória devido à sua natureza polar, tornando-a compatível com o ágar. A adição dessa nanocarga pode melhorar a cristalinidade, resistência à tração e estabilidade térmica, diminuir a umidade, a solubilidade em água e a permeabilidade ao vapor d'água. Isso pode ser atribuído à diferença nas forças interativas entre as cargas e a matriz polimérica. Devido à grande área superficial da nanocelulose, grupos hidroxila livres ficam disponíveis para interagir com a matriz polimérica e formar ligações de hidrogênio, resultando na melhoria nas propriedades. As interações entre o ágar e a nanocelulose podem, por exemplo, bloquear as interações entre o ágar e a água (Wang *et al.*, 2017).

Normalmente, concentrações de nanocelulose em até 5 % (m/m) em ágar apresentam dispersão, resultando em compatibilidade e, portanto, alta qualidade dos filmes. A morfologia da superfície de filmes de ágar puro e com baixas concentrações de nanocelulose é lisa e homogênea, enquanto um aumento nas concentrações de nanocelulose resultam em agregações nos filmes, que podem ser atribuídas ao alto número de hidroxilas e à agregação das nanopartículas (Wang *et al.*, 2018).

A adição de nanocelulose produz filmes com capacidade de barreira ao oxigênio. Isso se deve à densa rede criada pelas nanofibras de nanocelulose, que formam uma sólida barreira na matriz do biopolímero, bloqueando ou aumentando a tortuosidade do caminho das moléculas do gás. Desse modo, o oxigênio se difunde por um caminho mais tortuoso ao longo do filme. Isso aumenta o tempo para o gás se deslocar macroscopicamente. Além disso, a presença de nanocelulose emaranhada e interligada contribui para uma matriz polimérica menos porosa e, assim, aumenta o caminho tortuoso para a difusão das moléculas permeantes (Othman *et al.*, 2021).

A incorporação de nanocelulose pode ocasionar um aumento da permeabilidade ao vapor d'água devido à natureza hidrofílica das moléculas (Wang *et al.*, 2017). Por outro lado, também pode ocorrer a redução da permeabilidade ao vapor de água devido à baixa higroscopicidade de partículas de nanocelulose altamente cristalinas. As nanopartículas podem aumentar a cristalinidade do biopolímero ou reduzir os grupos hidrofílicos livres na matriz polimérica, criando, assim, uma passagem tortuosa para a difusão do vapor de água através da matriz do filme (Leite *et al.*, 2020).

Alguns estudos testaram a incorporação de diferentes concentrações de nanocelulose, tanto nanofibras quanto nanocristais, em filmes de ágar. No Quadro 1, constam as concentrações da literatura e suas respectivas referências, com um comparativo das propriedades avaliadas dos materiais.

Quadro 1. Concentrações de nanocelulose em filmes de ágar utilizadas em estudos anteriores.

Concentração de NC (% m/m)	Tipo de NC	Resultados obtidos	Referência
1, 3, 5 e 10	Nanocristais	Melhoria nas propriedades mecânicas com até 5 % de NC, com 10 % houve declínio por aglomeração; maior estabilidade térmica; redução da permeabilidade ao vapor de água; leve alteração na transparência (escurecimento) com aumento da concentração.	Shankar & Rhim (2016)
5	Nanocristais	NC bem dispersa na matriz polimérica; aumento da resistência e rigidez; não comprometeu a estabilidade térmica; pouca alteração na permeabilidade ao vapor de água.	Roy <i>et al.</i> (2021)
1, 5 e 10	Nanofibras	Boa distribuição da NC na matriz; melhoria das propriedades mecânicas; sem alterações térmicas; permaneceu com elevada transparência.	Roy & Rhim (2021)
1, 3, 5 e 10	Nanocristais	Aumento da resistência à tração e módulo de elasticidade com 5 %; aumento da hidrofobicidade; redução da permeabilidade ao vapor de água com 3 %; filmes mais opacos com o aumento da concentração.	Reddy & Rhim (2014)
5, 10, 15, 20 e 25	Nanocristais	Melhoria nas propriedades de barreira, mecânicas e térmicas, mantendo a transparência.	Afni <i>et al.</i> (2025)

NC - Nanocelulose

3.4 GRAFENO

O grafeno é uma das formas alótropas do carbono. Difere-se do grafite e do diamante, outros alótropos do carbono, pela combinação das ligações químicas entre os elementos e sua estrutura, conforme Figura 6. O grafeno pode ser observado como uma camada isolada do grafite (Chen *et al.*, 2017).

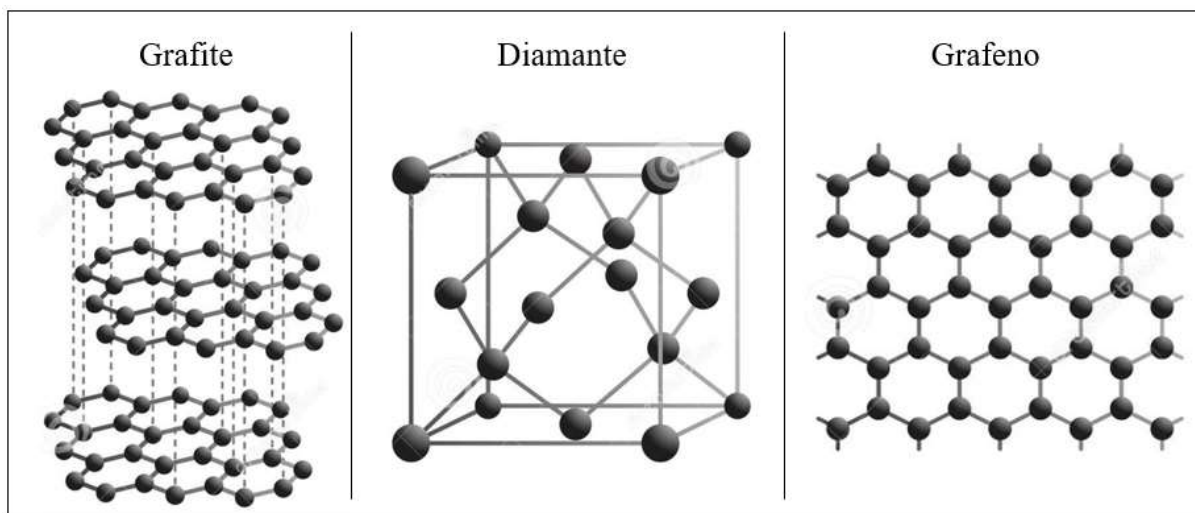


Figura 6. Estrutura dos alótropos do carbono: grafite, diamante e grafeno (adaptado de Paiva *et al.*, 2022).

O grafeno é um nanomaterial que consiste em uma folha planar bidimensional de camada única de átomos de carbono hibridizados sp^2 , dispostos hexagonalmente. Nessa estrutura, os átomos de carbono estão densamente empacotados em uma rede cristalina. A Figura 7 mostra a estrutura de uma molécula de grafeno (Chen *et al.*, 2017).

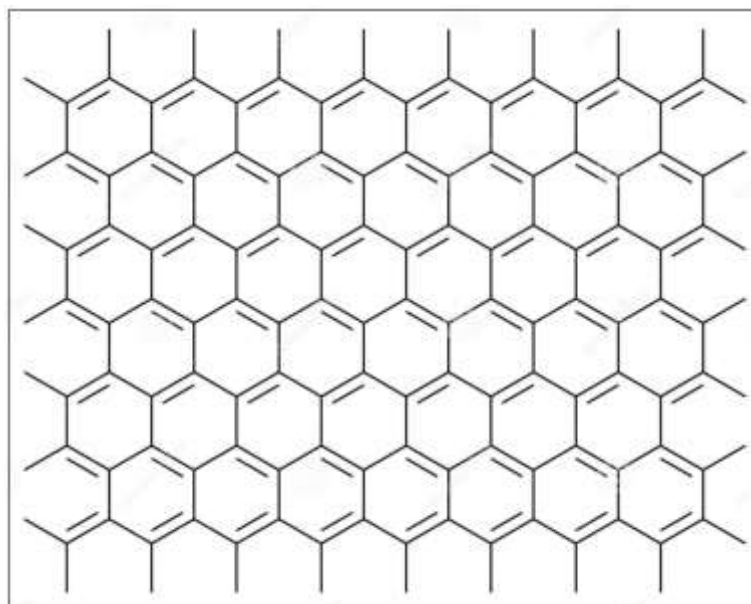


Figura 7. Estrutura molecular do grafeno (Salles *et al.*, 2021).

O óxido de grafeno é, assim como o grafeno, composto por uma estrutura bidimensional, mas os grupos funcionais que o compõem variam conforme o grau de oxidação. O óxido de grafeno pode conter grupos como hidroxila (OH), carbonila (CO) e carboxila (COOH). Os grupos hidroxila são os principais componentes da estrutura do óxido de grafeno,

contribuindo para a sua estabilidade. No entanto, as condições de reação, o método de síntese escolhido e o grau de oxidação podem influenciar a composição estrutural do óxido de grafeno. A Figura 8 mostra um exemplo de estrutura de uma molécula de óxido de grafeno (Chen *et al.*, 2017).

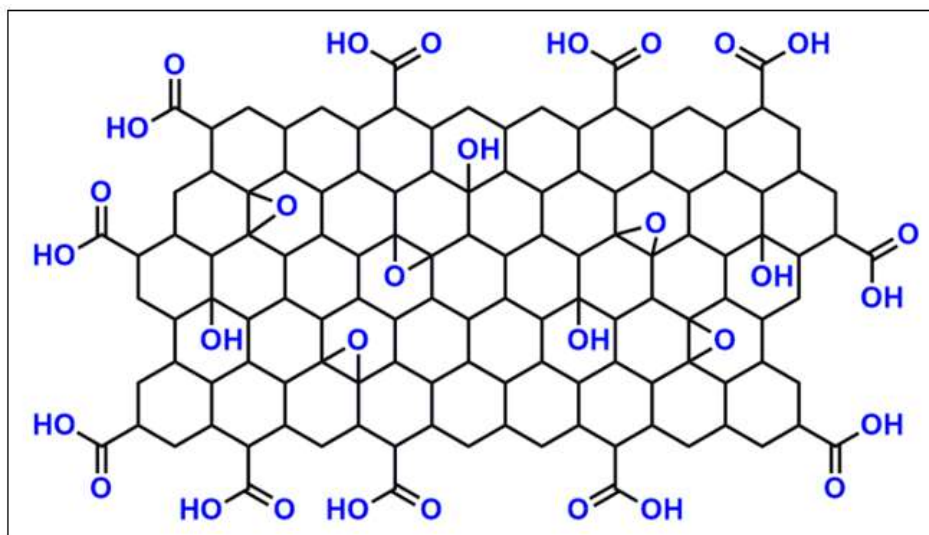


Figura 8. Exemplo de estrutura de uma molécula de óxido de grafeno (Salles *et al.*, 2021).

Na sua estrutura, os átomos de oxigênio formam ligações covalentes com os átomos de carbono, resultando na conversão do sistema de carbonos hibridizados sp^2 do grafeno para um estado hibridizado sp^3 , o que distingue o óxido de grafeno do grafeno. Esses grupos oxigenados podem ser considerados como imperfeições introduzidas na estrutura ideal do grafeno, transformando o material, que era inicialmente condutor, em um material isolante (Araujo *et al.*, 2022).

Como um dos derivados do grafeno, o óxido de grafeno é produzido a granel através de um processo de esfoliação química do grafite natural. No processo de obtenção do óxido de grafite, um ácido intercala-se entre as camadas de grafeno, resultando na formação de um composto que será oxigenado, originando assim o óxido de grafite. O óxido de grafite é constituído por múltiplas camadas, e a separação de cada uma dessas camadas resulta no óxido de grafeno (Chen *et al.*, 2017).

3.4.1 Propriedades e aplicações do grafeno

O grafeno tem atraído atenção devido às suas propriedades eletrônicas, térmicas, ópticas e mecânicas. Esse material tem propriedades como alta mobilidade de elétrons, elevada

área superficial, alta condutividade térmica e elétrica, dureza, elasticidade e elevada resistência mecânica. Essas propriedades tornam o grafeno um reforço interessante para aplicação em compósitos poliméricos. Quimicamente, o grafeno tem a capacidade de reagir com várias substâncias, permitindo, assim, a criação de compostos com uma ampla gama de propriedades. Essa versatilidade confere ao grafeno um notável potencial tecnológico (Chen *et al.*, 2017).

O óxido de grafeno é hidrofílico e possui dispersibilidade em água (Mokkapati *et al.*, 2018). Esse composto possui grande área de superfície específica. Os grupos funcionais de oxigênio conferem ao óxido de grafeno propriedades únicas, que não estão presentes no grafeno, tais como a hidrofiliabilidade e a capacidade de ajustar a energia absorvida por elétrons, proporcionando características eletrônicas e ópticas singulares (Chen *et al.*, 2017).

Materiais que incorporam grafeno e derivados de grafeno têm sido investigados para aplicações diversas, como distribuição de medicamentos, armazenamento de hidrogênio, captura de dióxido de carbono, células solares e tratamento de água. O grafeno também tem grande potencial de aplicação em capacitores, filmes condutores, sensores, nanotubos, componentes eletrônicos e nas áreas de biotecnologia e medicina (Chen *et al.*, 2017). A abundância de grupos funcionais de oxigênio na superfície do óxido de grafeno tem sido explorada em estudos relacionados à produção de uma ampla gama de compósitos como hidrogéis, aerogéis, filmes e membranas (Araujo *et al.*, 2022).

3.4.2 Filmes poliméricos com grafeno

O grafeno tende a melhorar as propriedades de polímeros em quando utilizado em quantidades menores em comparação com outros tipos de carga de reforço. O aprimoramento das propriedades mecânicas, elétricas, térmicas e de barreira dos polímeros através do aproveitamento das propriedades únicas do grafeno é demonstrado em muitos polímeros, como poliéster, poliestireno, poli(metacrilato de metila) (PMMA), polianilina e celulose (Al-sagheer & Farea, 2025; Belay *et al.*, 2017; Li *et al.*, 2025; Mazaheri *et al.*, 2025). O grafeno e seus derivados possuem efeitos antimicrobianos, são ecologicamente amigáveis e apresentam citotoxicidade leve para células de mamíferos e plantas (Papi *et al.*, 2016).

Materiais à base de grafeno exibem propriedades únicas, como estabilidade química, condutividade e elevada área superficial. A adição de óxido de grafeno na estrutura desses materiais aumenta a resistência mecânica dos mesmos (Araujo *et al.*, 2022).

Para aproveitar as propriedades do grafeno em um compósito, suas camadas devem ser totalmente esfoliadas e dispersas homoganeamente na matriz polimérica. Além disso, é

desejada uma ligação interfacial entre o grafeno e a matriz polimérica. No entanto, a dispersão do grafeno puro em uma matriz polimérica não é individual e homogênea devido às forças de Van der Waals entre as folhas de grafeno e à baixa compatibilidade do grafeno puro com a maioria dos polímeros. Por outro lado, o óxido de grafeno possui grupos funcionais contendo oxigênio, podendo ser disperso e esfoliado em água, comprovando ligação interfacial com a matriz. A preparação de óxido de grafeno seguida de redução química pode produzir grafeno quimicamente modificado, que é compatível com diversos polímeros (Belay *et al.*, 2023).

O óxido de grafeno, quando incorporado em solução de ágar para produção de filmes, tende a melhorar a resistência à tração, estabilidade térmica e resistência à água em relação a filmes de ágar puros (Lemus *et al.*, 2021). Os grupos funcionais contendo oxigênio do ágar e da superfície do óxido de grafeno reagem por meio de desidratação e interagem por ligações de hidrogênio, evitando o encolhimento e a agregação das nanofolhas de óxido de grafeno. Enquanto o grafeno é um composto apolar, o óxido de grafeno é de natureza polar, o que gera dispersão na matriz polar de ágar. Quando dispersos na matriz polimérica de ágar, o grafeno interage por ligações hidrofóbicas (Chen *et al.*, 2017; Papi *et al.*, 2016).

Alguns estudos testaram a incorporação de diferentes concentrações de grafeno em filmes de ágar. No Quadro 2 constam as concentrações da literatura e suas respectivas referências, com um comparativo das propriedades avaliadas dos materiais.

Quadro 2. Concentrações de grafeno em filmes de ágar utilizadas em estudos anteriores.

Concentração de grafeno (% m/m)	Tipo de grafeno	Resultados obtidos	Referência
1, 2, 5 e 10	OG	Aumentaram a resistência à tração; OG apresentou maior perda de massa térmica, e OGR se apresentou mais estável; redução da absorção de água; aumento do ângulo de contato (maior hidrofobicidade); redução da transmitância para zero.	Belay <i>et al.</i> (2017)
1, 2, 5 e 10	OGR		
1, 2, 5 e 10	OGR	Com 2 % aumentou a resistência à tração em com 10 % tornou o filme quebradiço; melhoria na estabilidade térmica até 200 °C; 2 % apresentou a menor absorção de água e 10 % a maior (devido à aglomeração).	Belay (2023)
1, 2 e 4	OGR	Aumentou resistência à tração, a opacidade e a permeabilidade ao vapor de água; termicamente estável.	Lemus <i>et al.</i> (2021)
1 e 2	OGR	Aumento da estabilidade térmica com 2 %	Kandhol <i>et al.</i> (2024)

OG – Óxido de grafeno; OGR – Óxido de grafeno reduzido.

É notável que existe uma lacuna nas pesquisas referentes ao desenvolvimento de filmes poliméricos de ágar com incorporação de nanofibras de celulose e de nanoplaquetas de grafeno. Por isso, estudos baseados nesses temas são relevantes para o avanço da tecnologia. Nesse sentido, o presente estudo colabora com a avaliação do desempenho de filmes de ágar contendo diferentes cargas, para verificar o efeito destas sobre a estrutura e propriedades de um biopolímero com grande potencial de aplicação em diversas áreas, principalmente a área de embalagens. Para embasar as hipóteses, a caracterização detalhada desses materiais é indispensável para avaliar seu desempenho e a eficácia de sua modificação (Cauduro *et al.*, 2025).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS

Para o desenvolvimento dos filmes poliméricos, foram utilizados os seguintes materiais:

- a) Ágar comercial (Agargel, lote 221207STD1, Brasil; certificado de análise disponível no Anexo A);
- b) Glicerol P.A. (Vetec, lote 1102779, Brasil);
- c) Nanofibras de celulose com diâmetro médio de 34,8 nm, obtidas previamente a partir da desfibrilação mecânica de celulose branqueada proveniente de eucalipto (Companhia de Celulose Riograndense, Guaíba, Brasil). O processo de moagem foi realizado em moinho de pedras de alto cisalhamento (Masuko, modelo MKCA 6-2, Japão) com recirculação por um período de 5 h, utilizando uma proporção de 2,2 % (m/v) de nanocelulose para água. A polpa de celulose nanofibrilada obtida foi submetida à centrifugação a 4500 rpm por 10 min em centrífuga (Novatécnica, modelo NT 820, Brasil) (Turossi *et al.*, 2024).
- d) Nanoplaquetas de grafeno comercial com área superficial específica de $26,09 \text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ (UcsGraphene, lote UGZ-1004-005-202204 2UE-09-287, Caxias do Sul, Brasil; certificado de análise disponível no Anexo B);
- e) Água destilada.

Os equipamentos, instrumentos, soluções e reagentes necessários para o desenvolvimento dos filmes foram disponibilizados pelo Laboratório de Membranas e Materiais (LAMEM) da Universidade de Caxias do Sul (UCS).

4.2 MÉTODOS

A Figura 9 mostra o fluxograma geral das etapas realizadas no presente trabalho. Todas as etapas do processo, com exceção de alguns ensaios de caracterização dos filmes, foram realizadas no LAMEM.

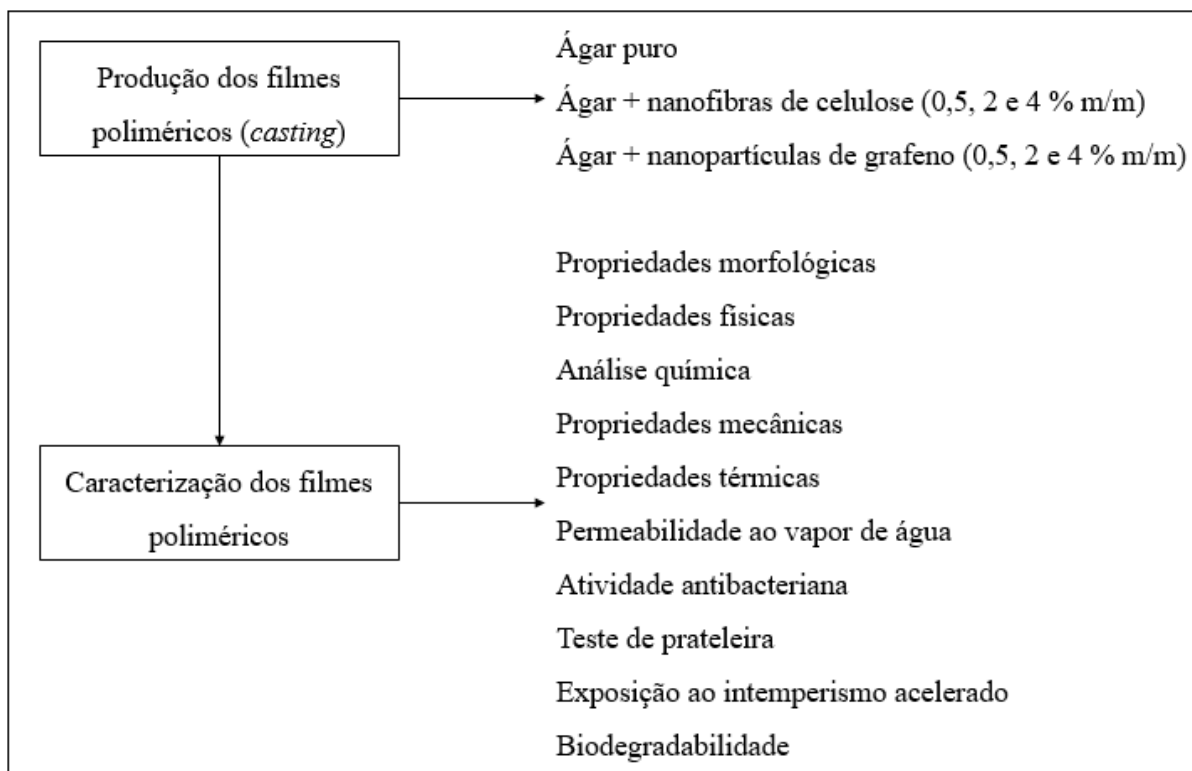


Figura 9. Fluxograma da metodologia realizada para o desenvolvimento do trabalho (autora, 2025).

4.2.1 Produção dos filmes poliméricos

A produção dos filmes foi realizada por *casting*. Para o filme de ágar puro, o ágar e o glicerol foram pesados em balança analítica (Ohaus, modelo AS200, Estados Unidos) e transferidos para um béquer contendo 100 mL (100 g) de água destilada. As proporções utilizadas foram 2 % (m/m) de ágar em relação à água e 50 % (m/m) de glicerol em relação à massa de ágar. Esse filme foi denominado como “AG”, sendo a letra “A” referente ao ágar e a letra “G” referente ao glicerol.

Para os filmes de ágar com cargas de reforço, foram determinadas as concentrações do reforço de 0,5 %, 2,0 % e 4,0 % (m/m) em relação ao ágar. As concentrações testadas para escolha das concentrações utilizadas estão listadas no Apêndice A. A denominação dos filmes consta na Tabela 1. Para a elaboração desses filmes, a massa da carga de reforço foi adicionada em um béquer contendo 100 mL de água destilada e a mistura foi mantida em agitação até a completa dispersão. Em seguida, o ágar e o glicerol foram adicionados nas mesmas proporções do filme de ágar puro.

Tabela 1. Nomenclatura das formulações desenvolvidas (autora, 2025).

Filme	Nomenclatura
Ágar puro	AG
Ágar + 0,5 % NC	AG-NC05
Ágar + 2,0 % NC	AG-NC2
Ágar + 4,0 % NC	AG-NC4
Ágar + 0,5 % NG	AG-NG05
Ágar + 2,0 % NG	AG-NG2
Ágar + 4,0 % NG	AG-NG4

As misturas foram mantidas em temperatura entre 80 - 85 °C (controle por termômetro Incoterm, Brasil) em chapa de aquecimento com agitação magnética (Velp Científica, modelo ARE, Itália) por 10 min. As soluções filmogênicas foram espalhadas em placas quadradas de vidro revestidas com teflon pré-aquecidas a 80 - 85 °C em estufa (DeLeo, modelo A6SED, Brasil) e previamente niveladas. As placas foram mantidas em repouso por 48 h para a secagem dos filmes, em ambiente com temperatura e umidade controladas (23±2 °C e 70 % UR, respectivamente).

Após a formação dos filmes, estes foram retirados das placas com auxílio de uma espátula e armazenados em recipiente fechado em ambiente com temperatura e umidade controladas (23±2 °C e 80 % UR, respectivamente) para posterior caracterização.

4.2.2 Caracterização dos filmes poliméricos

4.2.2.1 Propriedades morfológicas

4.2.2.1.1 Microscopia óptica

A microscopia óptica foi realizada para analisar a morfologia da superfície dos materiais. Desse modo, foi possível verificar a microestrutura e a homogeneidade dos filmes. A análise de microscopia óptica foi realizada em microscópio óptico de luz refletida e transmitida (Zeiss, modelo Axio Scope A1, Alemanha), utilizando lentes objetivas de 10x, 20x e 50x, que resultam em ampliações de 100x, 200x e 500x, respectivamente. A análise foi realizada no Laboratório Central de Microscopia Professor Israel Baumvol (LCMIC) da UCS.

4.2.2.1.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi realizada para determinar a morfologia da superfície e da seção transversal do material, verificando a microestrutura e a homogeneidade desta nos filmes, além da dispersão e aglomeração das cargas de reforço. Através dessa técnica, é possível observar a existência de poros e de camada densa do material (Li *et al.*, 2025; Mindivan & Göktas, 2024). Ainda, é possível observar os compostos em nanoescala. Para isso, foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura (Tescan, modelo MIRA 3 LMU, República Tcheca) com magnificações de 250x, 1000x, 2000x, 5000x e 10000x. Essa análise foi realizada no LCMIC, baseada em Goldstein *et al.* (2003) e Mannheimer (2002). Para a análise, os corpos de prova foram previamente fraturados utilizando nitrogênio líquido e revestidos com ouro via *sputtering*.

4.2.2.2 Propriedades físicas

4.2.2.2.1 Espessura

A espessura dos filmes poliméricos foi analisada através da medição com um micrômetro (Mitutoyo, modelo 293-621, Japão), de acordo com a norma ASTM D6988 (2021). Foram realizadas dez medições em cada filme, distribuídas em pontos aleatórios, e o resultado considerado foi a média aritmética das medições.

4.2.2.2.2 Cor

A análise de cor foi realizada com auxílio de um colorímetro (Konica Minolta, modelo CM-2500d, Japão), efetuando-se cinco medições em cada amostra de filme, distribuídas em pontos aleatórios. A verificação foi realizada considerando a diferença de cor entre a amostra de ágar puro e as demais amostras. Foi utilizado o espaço de cor CIELab, iluminante D65, UV100 % e geometria 8di. A análise foi realizada no Laboratório de Materiais (LAMAT) da UCS, de acordo com a norma ASTM D2244 (2000).

4.2.2.2.3 Transparência e opacidade

A transparência e a opacidade dos filmes foram determinadas em triplicata por meio de um espectrofotômetro UV-VIS (Beckman, modelo DU 530, Estados Unidos), de acordo com metodologia baseada em Apriliyani *et al.*, 2019. Para o cálculo da transparência, foram determinadas as transmitâncias em triplicata nos comprimentos de onda de 200 nm, 300 nm, 400 nm, 500 nm, 600 nm, 700 nm e 800 nm. O resultado da transparência ($\% \cdot \text{mm}^{-1}$) foi determinado pela Equação 1, sendo ‘T’ a transmitância lida (%) e ‘x’ a espessura média do filme (mm).

$$\text{Transparência } (\% \cdot \text{mm}^{-1}) = \frac{-\log T}{x} \quad (\text{Equação 1})$$

Para o cálculo da opacidade, foi determinada a absorbância no comprimento de onda de 600 nm. O resultado da opacidade (mm^{-1}) foi determinado pela Equação 2, sendo Abs_{600} a absorbância lida em 600 nm e ‘x’ a espessura média do filme (mm).

$$\text{Opacidade } (\text{mm}^{-1}) = \frac{\text{Abs}_{600}}{x} \quad (\text{Equação 2})$$

4.2.2.2.4 Grau de inchamento

O grau de inchamento dos materiais foi realizado em triplicata a partir de corpos de prova com tamanho de 2,0 cm x 2,0 cm, sendo o resultado a média das três verificações. As amostras foram secas em estufa (DeLeo, modelo A6SED, Brasil) a 105 °C por 24 h e, em seguida, suas massas foram determinadas em balança analítica (Ohaus, modelo AS200, Estados Unidos). As amostras foram mantidas imersas em 50 mL de água destilada por 24 h, em ambiente com temperatura e umidade controladas (23±2 °C e 70 % UR, respectivamente). Posteriormente, suas massas foram novamente determinadas. O resultado foi determinado pela

Equação 3, sendo m_1 a massa do material inchado com água e m_0 a massa do material seco (Pereira *et al.*, 2022).

$$\text{Grau de inchamento (\%)} = 100 \times \frac{m_1 - m_0}{m_0} \quad (\text{Equação 3})$$

4.2.2.2.5 Ângulo de contato

A medição do ângulo de contato dos filmes, que visa verificar a molhabilidade e a hidrofilicidade do material, foi realizada em triplicata a partir de corpos de prova com tamanho de 2,0 cm x 2,0 cm, sendo o resultado a média das três verificações. O procedimento foi realizado em ambiente com temperatura e umidade controladas (23 ± 2 °C e 70 % UR, respectivamente). Uma gota de água destilada foi depositada na superfície dos filmes e foram capturadas imagens a partir de uma câmera digital de alto foco no tempo inicial e após 30 s. A determinação do ângulo de contato (Θ) foi realizada com auxílio do *software Surftens 3.0*, de acordo com a ASTM D5946 (2025).

4.2.2.2.6 Energia superficial

A determinação da energia superficial foi realizada pelo método de Fowkes (1964), que relaciona as interações entre sólido e líquido em termos de interações dispersivas e interações polares. O cálculo foi realizado pela Equação 4, sendo σ_s a energia superficial do sólido ($\text{mN} \cdot \text{m}^{-1}$), σ_s^D o componente dispersivo da energia superficial ($\text{mN} \cdot \text{m}^{-1}$) e σ_s^P o componente polar da energia superficial ($\text{mN} \cdot \text{m}^{-1}$).

$$\sigma_s = \sigma_s^D + \sigma_s^P \quad (\text{Equação 4})$$

Para determinar o componente dispersivo da energia superficial do sólido (σ_s^D), utilizou-se diiodometano como líquido de teste apolar. O cálculo foi feito pela Equação 5, sendo σ_l a tensão superficial do líquido ($50,8 \text{ mN} \cdot \text{m}^{-1}$) e Θ o ângulo de contato entre o filme e o líquido de teste, determinado como descrito em 4.2.2.2.5.

$$\sigma_s^D = \frac{\sigma_l \cdot (1 + \cos\Theta)}{4} \quad (\text{Equação 5})$$

Para determinar o componente polar da energia superficial do sólido (σ_s^P), utilizou-se água como líquido teste polar. O cálculo foi feito pela Equação 6, sendo σ_l^D o componente dispersivo da tensão superficial do líquido (21,8 mN·m⁻¹), σ_s^D o componente dispersivo da energia superficial do sólido, σ_l^P o componente polar da tensão superficial do líquido (51,0 mN·m⁻¹), σ_l a tensão superficial do líquido (72,8 mN·m⁻¹) e Θ o ângulo de contato entre o filme e o líquido teste, determinado em 4.2.2.2.5.

$$\sqrt{\sigma_l^D \cdot \sigma_s^D} + \sqrt{\sigma_l^P \cdot \sigma_s^P} = \frac{\sigma_l \cdot (1 + \cos\theta)}{2} \quad (\text{Equação 6})$$

4.2.2.2.7 Solubilidade em água

A solubilidade em água dos filmes foi realizada em triplicata a partir de corpos de prova com tamanho de 2,0 cm x 2,0 cm, sendo o resultado a média das três verificações. As amostras foram secas em estufa (DeLeo, modelo A6SED, Brasil) a 105 °C por 24 h e, em seguida, suas massas foram determinadas em balança analítica (Ohaus, modelo AS200, Estados Unidos). As amostras foram mantidas imersas em 50 mL de água destilada por 24 h, em ambiente com temperatura e umidade controladas (23±2 °C e 70 % UR, respectivamente). Após, foram secas em estufa a 105 °C por 24 h e, após 10 min mantidas em dessecador, suas massas foram novamente determinadas. A solubilidade (%) foi calculada de acordo com a Equação 7, sendo m_i a massa inicial da amostra seca (g) e m_f a massa final da amostra seca (g) (Mohajer *et al.*, 2017).

$$\text{Solubilidade (\%)} = \frac{m_i - m_f}{m_i} \cdot 100 \quad (\text{Equação 7})$$

4.2.2.3 Análise química por espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

A análise de FTIR foi aplicada para identificar a estrutura química do material, através de varredura em números de onda entre 525 - 4000 cm⁻¹. Através dessa análise foi possível realizar uma análise qualitativa dos grupos funcionais presentes, observando a interação entre as nanocargas e a matriz. Técnicas como essa são utilizadas para detectar alterações moleculares e as interações intermoleculares, como as ligações de hidrogênio (Fransiska *et al.*, 2024). Para isso, foi utilizado um espectrômetro FTIR (Perkin Elmer, modelo Spectrum 400, Estados

Unidos) por ATR (Reflectância Total Atenuada) com resolução de 4 cm^{-1} . A análise foi realizada no LAMAT, de acordo com a norma ASTM E1252 (2021).

4.2.2.4 Propriedades mecânicas

As propriedades mecânicas determinadas foram resistência à tração, alongamento na ruptura e módulo de elasticidade. As propriedades mecânicas são parâmetros importantes para assegurar que o material possua integridade estrutural e flexibilidade adequadas para aplicações práticas (He *et al.*, 2023; Mazaheri *et al.*, 2025). O ensaio foi realizado a partir de cinco corpos de prova com tamanho de $2,0\text{ cm} \times 15,0\text{ cm}$, sendo o resultado a média de cinco verificações. Para as determinações, foi utilizada uma máquina de ensaios universal (EMIC, modelo DL3000, Brasil), que realiza os testes e emite os resultados diretamente. As amostras foram tracionadas na velocidade de $25\text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. A máquina possuía célula de carga para medição da força (capacidade de 20 kgf) e transdutor de deslocamento. Essa análise foi realizada no LAMAT, de acordo com as normas ASTM D638-22 (2022) e ASTM D790-17 (2026).

4.2.2.5 Propriedades térmicas

4.2.2.5.1 Análise termogravimétrica (TGA)

A análise termogravimétrica (TGA) mostra a estabilidade térmica dos filmes através da medição de sua perda de massa durante o aumento de temperatura, verificando a temperatura de degradação. Para isso, foi utilizado um analisador termogravimétrico (Netzsch, modelo TG 209 F3 Tarsus, Alemanha), empregando uma taxa de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ de 25 - 610 $^{\circ}\text{C}$ em atmosfera de nitrogênio ($20\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$). A análise foi realizada no LAMAT, de acordo com a norma ASTM E1131-25 (2025).

4.2.2.5.2 Calorimetria diferencial de varredura (DSC)

A análise por calorimetria exploratória diferencial (DSC) foi realizada para verificar os eventos térmicos, ou seja, as transições do material em função da temperatura e do tempo. Para isso, foi utilizado um calorímetro diferencial de varredura (Netzsch, modelo DSC 300 Caliris, Alemanha), empregando uma taxa de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ de 25 - 200 $^{\circ}\text{C}$ em

atmosfera de nitrogênio ($20 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$). A análise foi realizada no LAMAT, de acordo com a norma ASTM 3418-21-25 (2025).

4.2.2.6 Permeabilidade ao vapor de água

A permeabilidade ao vapor de água dos filmes foi analisada através do método de Payne com adaptações (Isotton, 2013; Jesus, 2020). Foi montado um sistema com um copo contendo água destilada em que os filmes foram acoplados na superfície, de forma a tampar o copo. A Figura 10 mostra o sistema adaptado do método original.



Figura 10. Sistema adaptado do método de *Payne* (autora, 2025).

Inicialmente, os filmes, em duplicata, foram cortados de forma circular com diâmetro igual ao do copo utilizado. A espessura média de cada amostra foi determinada com cinco medidas aleatórias, utilizando um micrômetro (Mitutoyo, modelo 293-230-30, Japão), e estas foram mantidas por 24 h em dessecador antes de serem acopladas ao sistema. O sistema completo foi pesado em balança analítica (Ohaus, modelo AS200, Estados Unidos) e mantido em dessecador por 8 h, com monitoramento da massa em intervalos de 15 min nas primeiras 2 h e de 1 h nas horas seguintes.

A variação de massa em função do tempo foi determinada através do coeficiente angular da equação da reta, obtida por meio da regressão linear. O fluxo de permeabilidade do vapor de água foi calculado através da Equação 8, sendo J a permeabilidade ao vapor de água ($\text{mg} \cdot \text{h}^{-1} \cdot \mu\text{m}^{-1}$), Δm a variação de massa (mg), Δt o tempo (h) e ' l ' a espessura (μm).

$$J = \frac{\Delta m}{\Delta t} \cdot \frac{1}{l} \quad (\text{Equação 8})$$

4.2.2.7 Atividade antibacteriana

A atividade antibacteriana dos materiais foi testada contra a bactéria gram-negativa *Escherichia coli*, a bactéria gram-positiva *Staphylococcus aureus* e o fungo *Candida auris*, com procedimento de metodologia referência (JIS Z 2801:2010, 2010). A análise foi feita com cinco corpos de prova de cada amostra dos filmes de ágar puro, ágar com 4 % m/m de nanocelulose e ágar com 4 % m/m de grafeno, todos previamente esterilizados com etanol 70 % e radiação UV (254 nm, por 1 hora).

Os filmes foram inoculados com suspensões dos microrganismos previamente preparadas. Após a inoculação, as suspensões foram plaqueadas em placas de Petri e incubadas em incubadora (DeLeo, modelo DL SE, Brasil) por 24 h. As suspensões de *E. coli* e *C. auris* foram incubadas a 28 °C e as suspensões de *S. aureus* foram incubadas a 37 °C. Após o período de incubação, o número de colônias formadas foi contado visualmente, sendo observado com auxílio de um microscópio (Tecnival, WF10x, Brasil). A análise foi realizada no Laboratório de Enologia e Microbiologia Aplicada (LEMA) da UCS.

4.2.2.8 Teste de prateleira

O teste de prateleira foi baseado em metodologia aplicada por Leonardelli *et al.*, 2020. Amostras de 2,0 cm x 2,0 cm, em triplicata, de cada filme preparado foram mantidos expostos ao ambiente com luz solar e ao ambiente refrigerado por 180 dias (seis meses) sem qualquer proteção, estando sujeito a interferências e à contaminação microbiana por microrganismos presentes no ar. O ambiente com luz solar apresentou temperatura média de 20,13 °C (máxima de 28,4 °C e mínima de 12,1 °C) e umidade relativa média de 54 % (máxima de 68 % e mínima de 39 %). O ambiente refrigerado apresentou temperatura média de 10,9 °C (máxima de 11,8 °C e mínima de 9,4 °C) e umidade relativa média de 16,1 % (máxima de 53 % e mínima de 15 %). A análise foi feita em triplicata com os filmes de ágar puro, ágar com 4 % m/m de nanocelulose e ágar com 4 % m/m de grafeno.

A cada 30 dias, foram avaliadas a opacidade (conforme o item 4.2.2.2.3), a espessura (conforme o item 4.2.2.2.1) e a perda de massa por pesagem em balança analítica (Ohaus, modelo AS200, Estados Unidos).

4.2.2.9 Exposição ao intemperismo acelerado

Cinco amostras de cada filme foram expostas ao intemperismo acelerado em câmara de envelhecimento acelerado com UV (Comexim, modelo UVCOM, Brasil), em dois ciclos de eventos:

- a) Ciclo de UVB: 4 h de luz UVB com comprimento de onda de 310 nm, irradiância de $0,71 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{nm}^{-1}$ e temperatura de $60 \pm 3 \text{ }^{\circ}\text{C}$;
- b) Ciclo de condensação: 4 h de condensação a temperatura de $50 \pm 3 \text{ }^{\circ}\text{C}$.

As amostras foram retiradas da exposição nos tempos de 15, 30, 45, 60 e 90 dias e submetidas à análise química por FTIR (conforme o item 4.2.2.3). A análise foi realizada no LAMAT, de acordo com a norma ASTM G154-16 (2023).

4.2.2.10 Biodegradabilidade

A análise da biodegradabilidade dos filmes seguiu a norma ASTM G160-12 (2019), que estabelece diretrizes para avaliar a suscetibilidade microbiana de materiais por meio do enterramento em solo, verificando sua vulnerabilidade ao ataque e degradação por microrganismos por meio da simulação de condições naturais de degradação. O processo iniciou com o preparo e envelhecimento do solo, composto por terra vegetal, esterco de cavalo e areia grossa, garantindo uma microbiota ativa. As características físico-químicas do solo utilizado estão descritas no Apêndice B. Amostras dos filmes poliméricos de 2 cm x 2 cm, em triplicata, foram envoltas em telas de poliamida e enterradas no solo padronizado, conforme sistema mostrado na Figura 11.



Figura 11. Sistema de análise de biodegradabilidade com amostras dos filmes enterradas em solo (autora, 2025).

As amostras permaneceram enterradas por um período de 6 meses, sem perturbação do leito de solo até o final da exposição. A cada 7 dias, os filmes foram monitorados para verificar se haviam se biodegradado. Após o período total, os filmes foram submetidos à análise por FTIR (conforme o item 4.2.2.2.3) para verificar possíveis alterações na estrutura química.

4.2.3 Análise estatística

Os experimentos seguiram um delineamento estatístico do tipo bifatorial, sendo um fator o tipo de nanocarga adicionado e o outro fator a concentração testada. Os dados foram avaliados quanto à homoscedasticidade (teste de Levene) e a normalidade dos resíduos (teste de Shapiro-Wilk). A análise estatística dos resultados foi executada com auxílio do software AgroEstat (Brasil). Os resultados foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA) e as médias foram comparadas pela comparação múltipla de médias de Tukey ao nível de significância de 5 % ($\alpha = 0,05$). As tabelas estatísticas completas estão descritas no Apêndice C.

4.2.4 Inteligência artificial (IA)

Foram utilizadas as ferramentas de Inteligência Artificial ChatGPT e NotebookLM para análise de referências bibliográficas, com revisão e responsabilidade da autora.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES POLIMÉRICOS

Os filmes poliméricos desenvolvidos apresentaram um aspecto visual sem rachaduras e com uma certa transparência aparente, conforme mostram as Figura 12 e 13. A aparência do filme é uma propriedade importante porque pode influenciar a demanda do produto e a preferência dos consumidores (Shankar & Rhim, 2016).

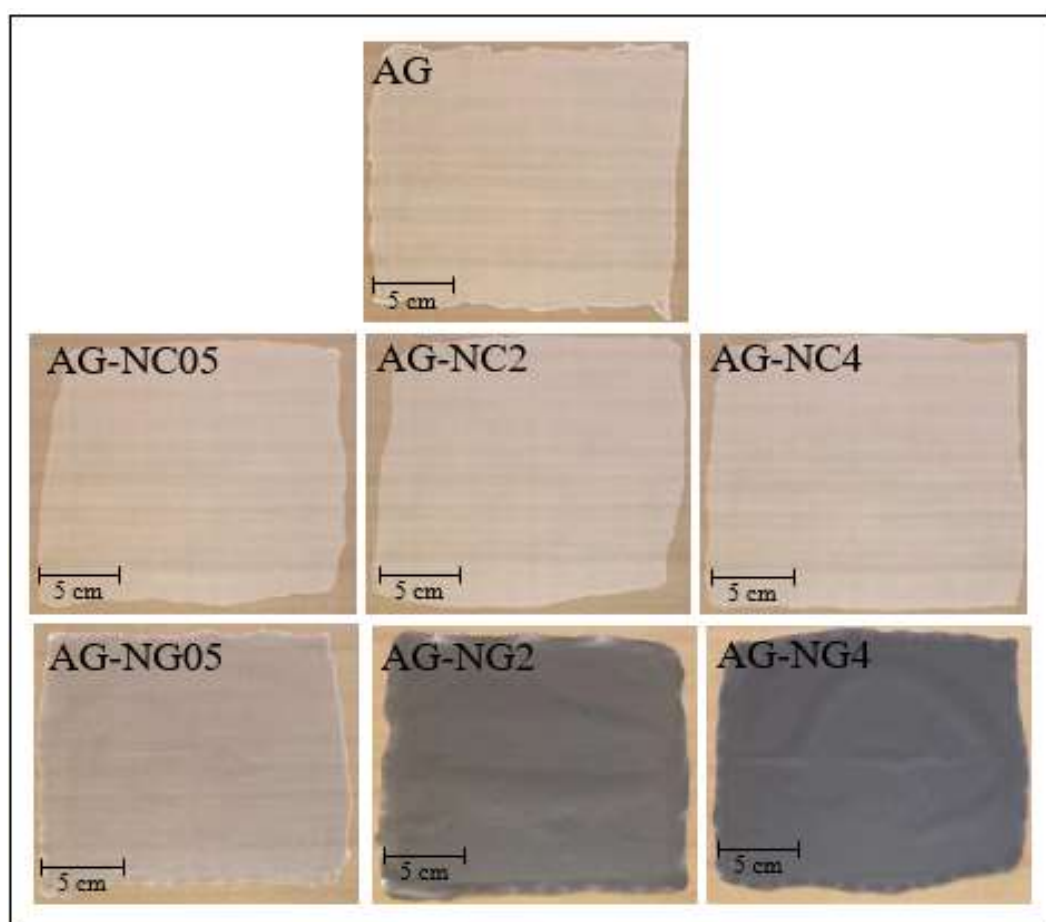


Figura 12. Aspecto visual dos filmes poliméricos sobre a placa. AG: ágar puro; AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2024).

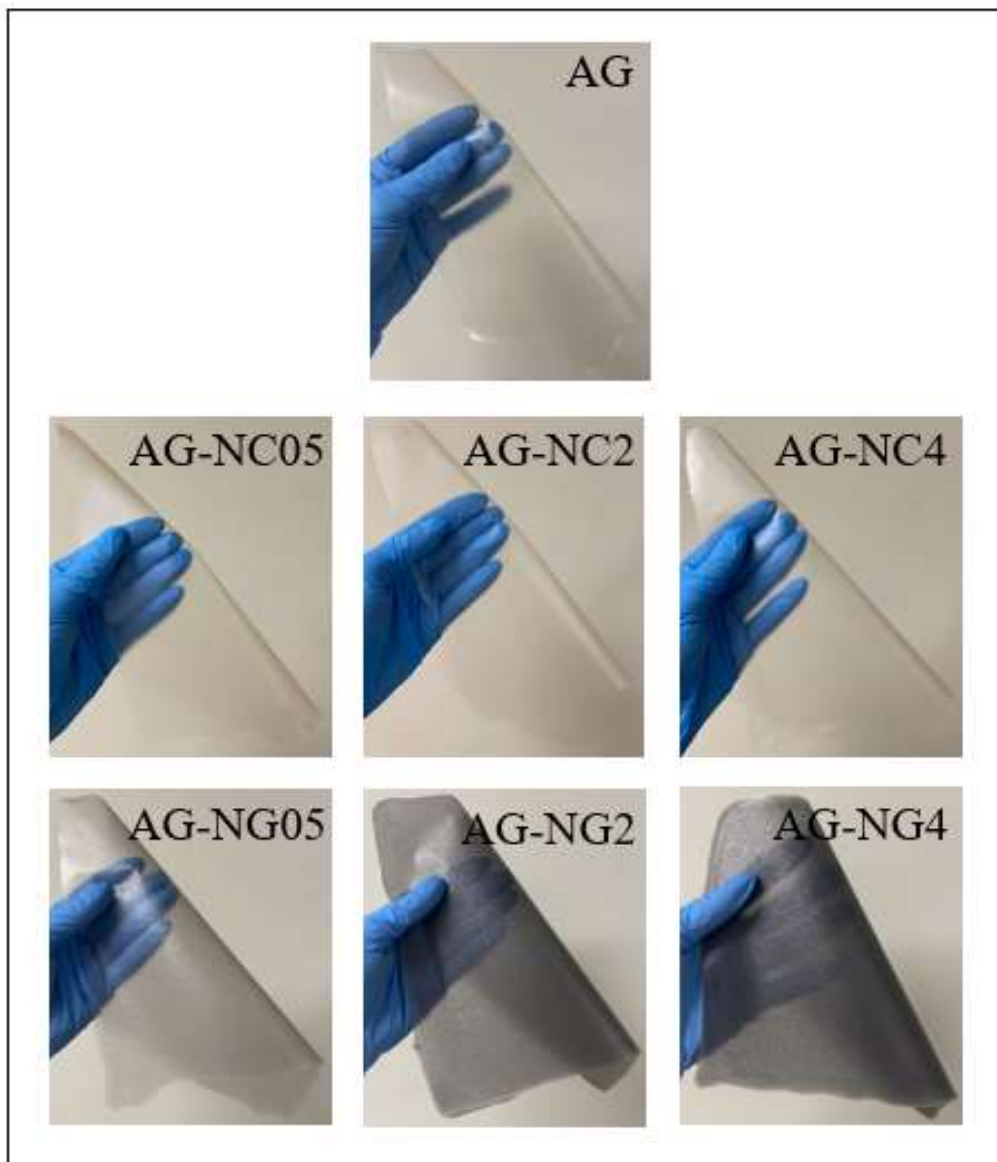


Figura 13. Aspecto visual dos filmes poliméricos dobrados. AG: ágar puro; AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2024).

O filme composto apenas por ágar e glicerol (AG) apresentou uma aparência esbranquiçada. A adição de nanofibras de celulose (AG-NC05, AG-NC2 e AG-NC4) não alterou visualmente a aparência dos filmes, devido ao fato da nanocelulose utilizada apresentar coloração original branca. A manutenção dessa aparência nos filmes com adição de nanofibras de celulose sugere que as partículas de nanocelulose se dispersaram de forma eficiente na matriz polimérica, sem formar agregados visíveis ou alterar visualmente a estrutura do material.

Os resultados são consistentes com a literatura. Shankar e Rhim (2016) e Reddy e Rhim (2014), ao prepararem filmes de ágar com celulose nanocristalina, também obtiveram filmes com aspecto homogêneo, sendo o mesmo aspecto do filme de ágar puro. Roy *et al.* (2021)

desenvolveram filmes poliméricos de ágar e carboximetilcelulose com incorporação de nanocristais de celulose. Os autores observaram que todos os filmes eram incolores e transparentes a olho nu. Roy e Rhim (2021), ao preparar filmes à base de ágar e gelatina com incorporação de óleo essencial de cravo e celulose nanocristalina, relataram filmes transparentes e incolores.

A coloração escura proveniente do grafeno está de acordo com outros materiais semelhantes já estudados. Chen *et al.* (2017) desenvolveram aerogéis de ágar com adição de óxido de grafeno em concentrações a partir de 20 % (m/m), e, quanto maior a concentração de grafeno, mais escuro era o material. Neog *et al.* (2020) desenvolveram uma membrana de ágar com óxido de grafeno, observando que, enquanto a membrana composta apenas de ágar era transparente, a membrana contendo grafeno possuía aspecto negro. Jiang *et al.* (2023) formularam um organogel de ágar inicialmente amarelado e transparente. Ao adicionar grafeno, a solução de organogel escureceu.

Os resultados demonstram que, embora os dois tipos de aditivos (nanocelulose e grafeno) possam ser incorporados à matriz de ágar sem comprometer a integridade do filme, eles impactam de maneira distinta a aparência visual dos materiais. Isso reforça a necessidade de considerar tanto as propriedades funcionais quanto os aspectos estéticos durante o desenvolvimento de novos materiais, visando atender aos requisitos específicos de cada aplicação.

Visando comparar diretamente os efeitos da incorporação de nanofibras de celulose e nanoplaquetas de grafeno na matriz de ágar, as análises laboratoriais mostraram-se essenciais para avaliar as alterações visuais e ópticas dos filmes, bem como as modificações estruturais e morfológicas decorrentes da interação entre os nanomateriais e o biopolímero.

5.1.1 Propriedades morfológicas

5.1.1.1 Microscopia óptica

As imagens obtidas através da análise de microscopia óptica dos filmes poliméricos podem ser observadas nas Figuras 14 a 19. A Figura 14 mostra as microscopias ópticas do filme de ágar puro em ampliações de 100x (a) e 200x (b).

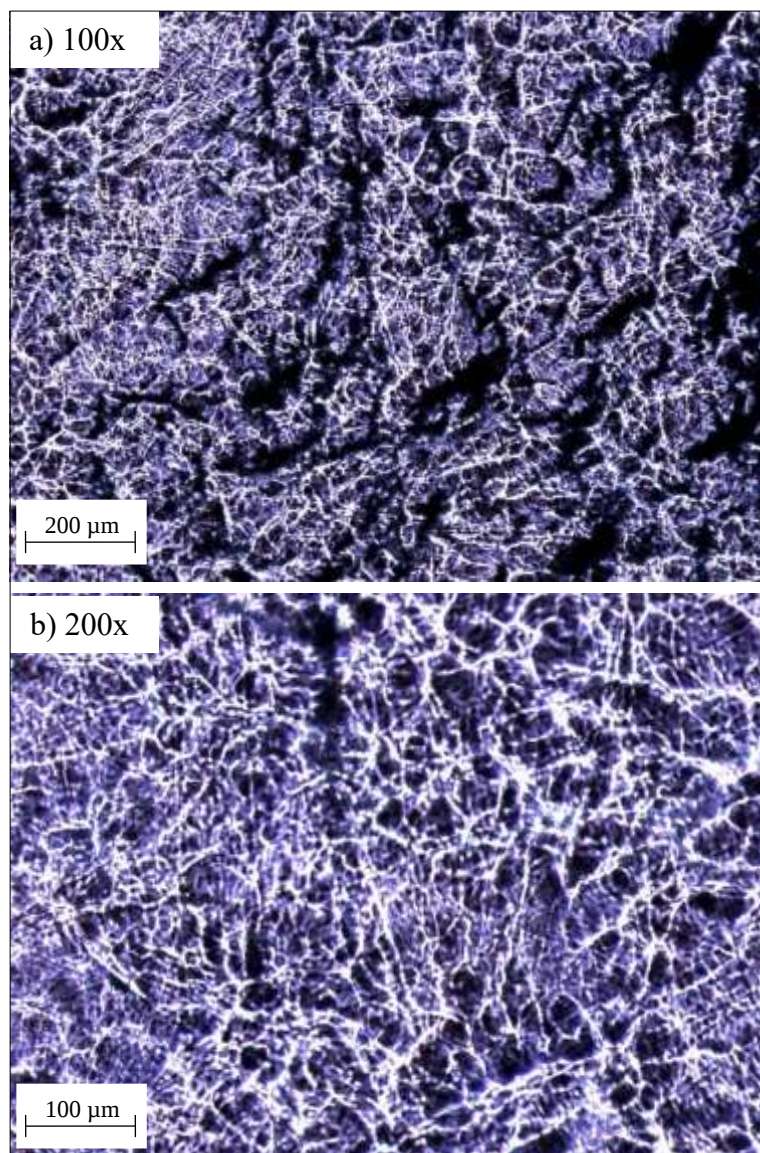


Figura 14. Microscopia óptica dos filmes de ágar puro em a) 100x e b) 200x (autora, 2024).

O filme de ágar puro apresentou uma superfície homogênea, confirmando a qualidade da matriz polimérica base, sem presença de impurezas ou falhas estruturais aparentes. A rugosidade observada nos nódulos mais escuros é inerente à topografia da superfície. Não foram observadas partículas e defeitos evidentes nas condições de análise.

A Figura 15 mostra as microscopias ópticas do filme de ágar com 0,5 % (m/m) de nanocelulose em ampliações de 100x (a) e 200x (b); a Figura 16 mostra as microscopias ópticas do filme de ágar com 2 % (m/m) de nanocelulose em ampliações de 100x (a), 200x (b) e 500x (c); e a Figura 17 mostra as microscopias ópticas do filme de ágar com 4 % (m/m) de nanocelulose em ampliações de 100x (a), 200x (b) e 500x (c).

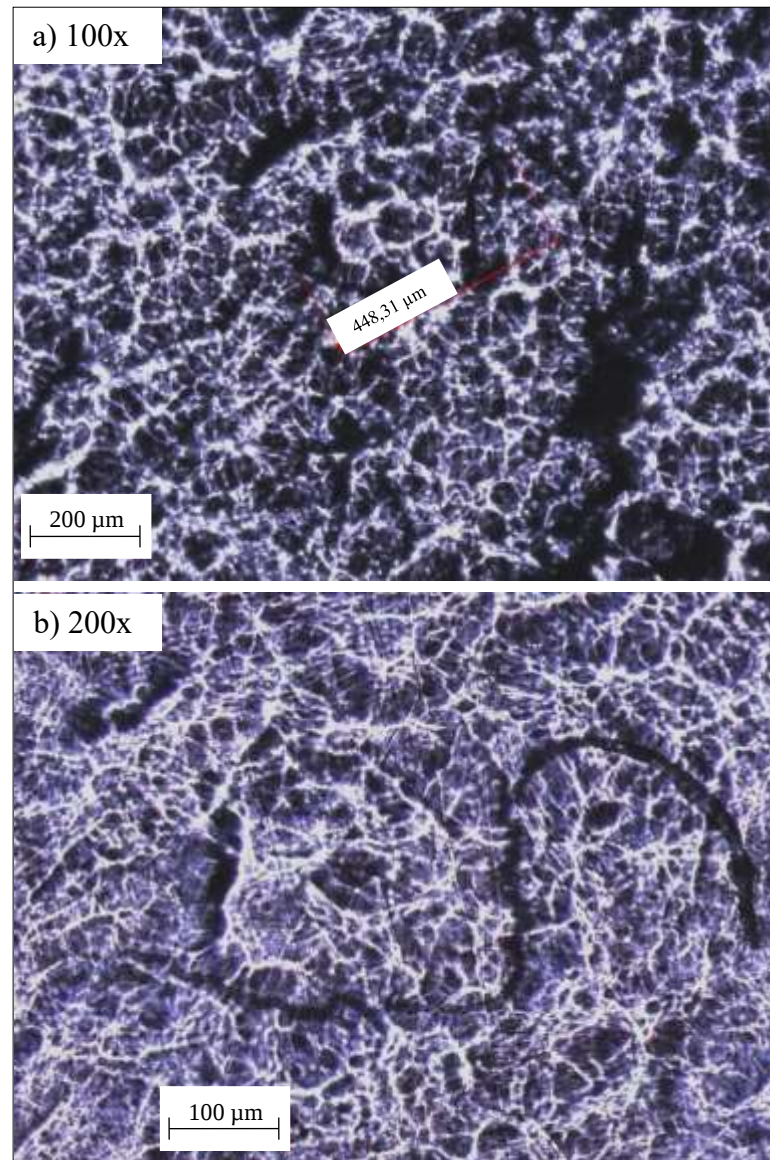


Figura 15. Microscopia óptica dos filmes de ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose em a) 100x e b) 200x (autora, 2024).

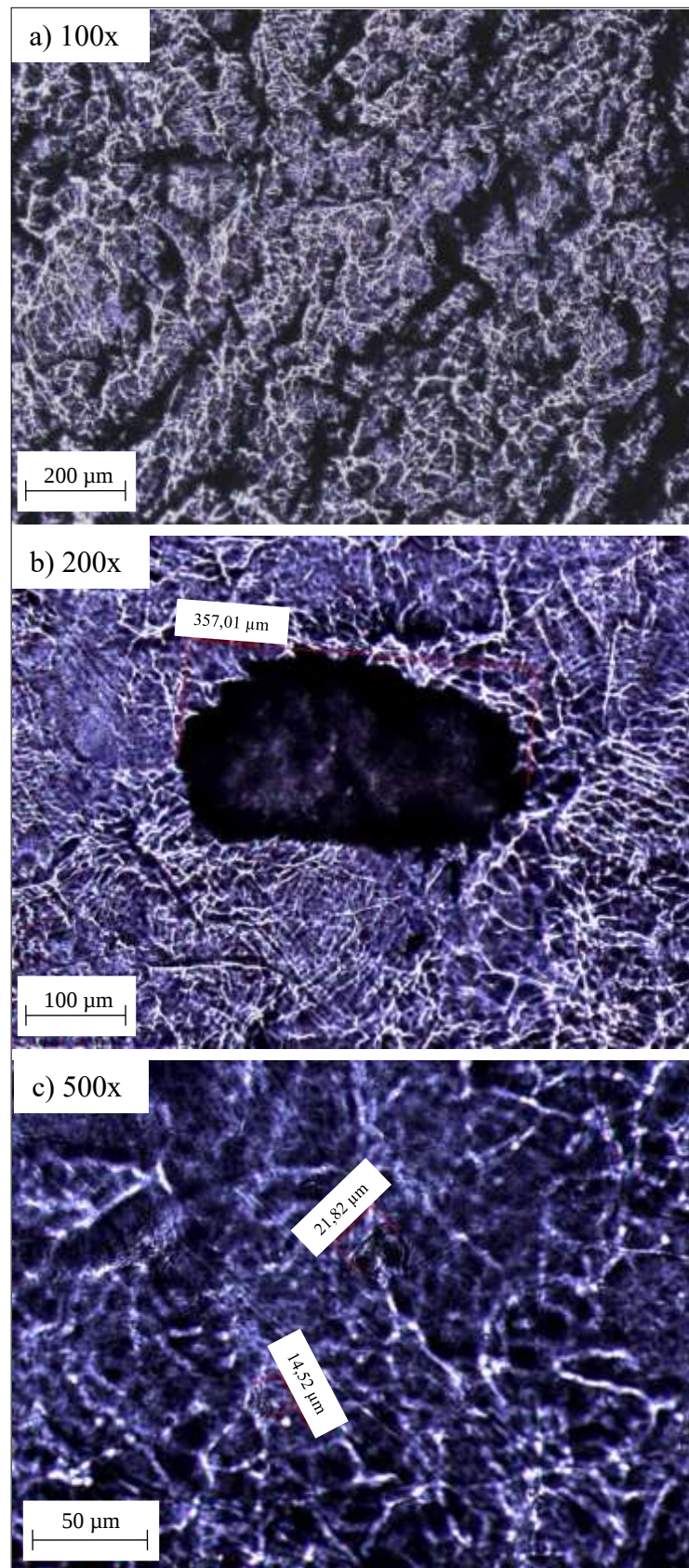


Figura 16. Microscopia óptica dos filmes de ágar + 2 % (m/m) nanocelulose em a) 100x, b) 200x e c) 500x (autora, 2024).

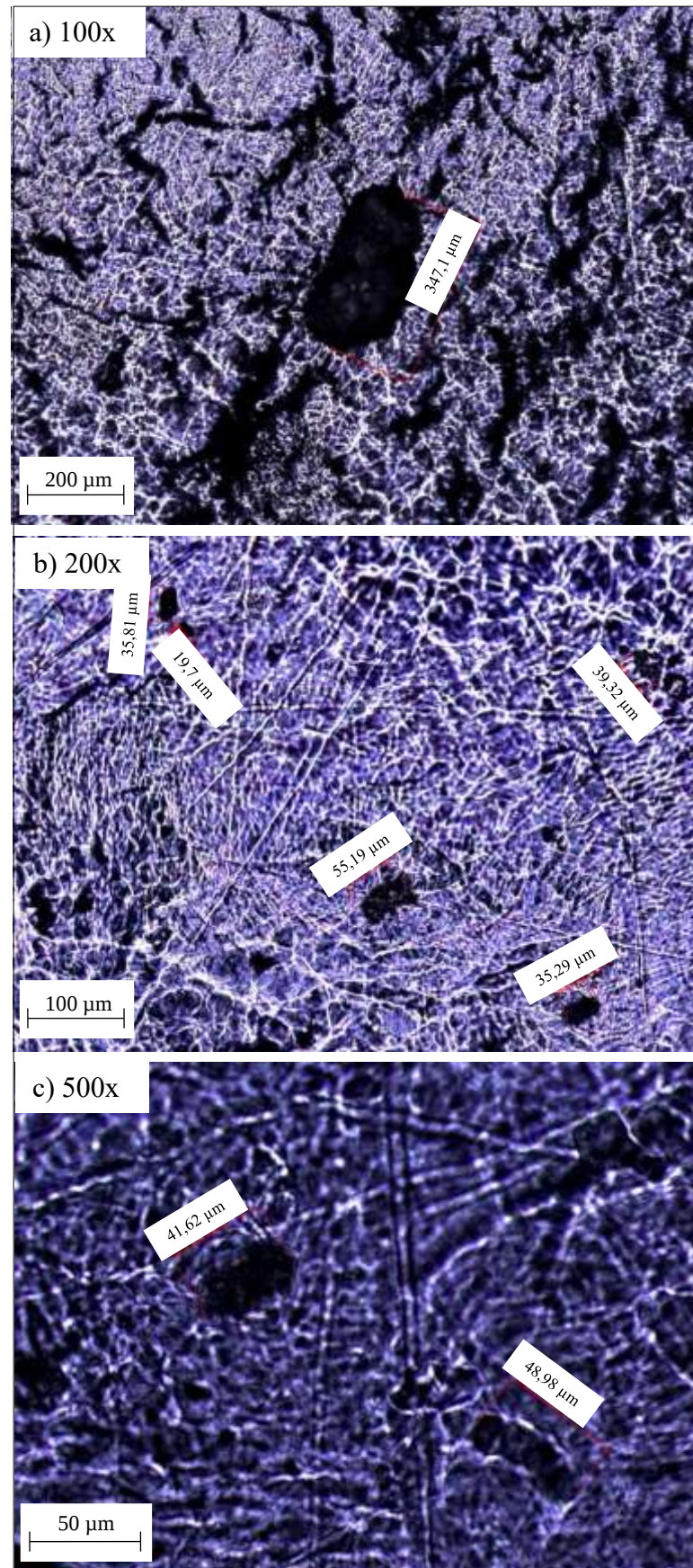


Figura 17. Microscopia óptica dos filmes de ágar + 4 % (m/m) nanocelulose em a) 100x, b) 200x e c) 500x (autora, 2024).

Com a adição de nanocelulose, observou-se um comportamento típico de materiais reforçados com nanopartículas de dispersão irregular. O filme de ágar com incorporação de 0,5 % (m/m) de nanocelulose se mostrou homogêneo no geral, com dispersão da nanocarga. No entanto, evidenciou-se a presença de uma fibra de celulose com dimensão de 448,31 μm , sugerindo a presença de uma partícula maior. Com o aumento da concentração de nanocelulose para 2 % e 4 % m/m, formaram-se diversos aglomerados de celulose com diferentes dimensões. O filme de ágar com 2 % (m/m) de nanocelulose apresentou aglomerados de celulose, sendo um com dimensão de 357,01 μm e outros menores, com 21,82 μm e 14,52 μm . O filme de ágar com 4 % (m/m) de nanocelulose também apresentou aglomerados de celulose, sendo um com dimensão de 347,1 μm e outros menores, com 55,19 μm , 39,32 μm , 35,81 μm , 35,29 μm e 19,7 μm , e 48,98 μm e 41,62 μm . Todas as medidas foram feitas pelo *software* do equipamento a partir da barra de escala.

É possível observar linhas de tensão ao redor dos aglomerados, que indicam que esses aglomerados são da carga de reforço e não da matriz polimérica. A superfície mais rugosa com a incorporação de nanocelulose não é perceptível a olho nu. Isso pode ser causado por uma dispersão incompleta da nanocarga na matriz de ágar, que aumenta com o aumento da concentração utilizada, gerando uma superfície não homogênea e, consequentemente, com a presença de aglomerados. A formação de aglomerados pode ser atribuída à natureza da nanocelulose, que apresenta fortes ligações de hidrogênio intermoleculares, tornando sua dispersão total na matriz problemática, especialmente quando aplicada em concentrações mais elevadas (Shankar & Rhim, 2016). A presença de aglomerados pode atuar como concentrador de tensões e afetar as propriedades mecânicas e de permeabilidade ao vapor de água, por exemplo, como observado posteriormente na Tabela 11 (propriedades mecânicas) e Tabela 14 (WVP). A dispersão/aglomeração pode influenciar também na espessura, cor e propriedades ópticas; por isso, posteriormente apresentam-se os resultados de espessura (Tabela 2) e de cor/transparência/opacidade (Tabelas 3 e 4).

Turossi *et al.* (2024) também observaram aglomeração das mesmas nanofibras de celulose utilizadas nesse estudo, mas com aplicação em membranas fabricadas com outro polímero (PVDF), indicando dispersão incompleta da celulose na matriz. Essa menor dispersão pode ser explicada pelas fortes ligações de hidrogênio intermoleculares presentes nas nanofibras, que dificultam sua dispersão à medida que a concentração destas aumenta na formulação.

Em concentrações mais baixas e em casos de uso de nanocristais de celulose (com menor tamanho e melhor dispersibilidade), os filmes tendem a apresentar superfícies mais lisas

e homogêneas. Shankar e Rhim (2016) desenvolveram filmes de ágar e de ágar com celulose nanocristalina. Os nanocristais de celulose apresentaram tamanho entre 100 – 500 nm. O filme de ágar puro exibiu uma superfície lisa e homogênea. As partículas de nanocelulose foram encontradas bem dispersas na matriz de ágar, formando também filmes com superfície lisa e homogênea. No entanto, a superfície tornou-se menos lisa e homogênea quando a concentração de nanocelulose aumentou para 10 % m/m.

Roy *et al.* (2021) desenvolveram filmes à base de ágar com microcelulose e testaram a incorporação de 5 % m/m de celulose nanocristalina. Os nanocristais de celulose apresentaram dimensões de 225,6 nm (comprimento) e 10,2 nm (largura). O filme com adição de nanocelulose apresentou-se uniforme, sem cavidades ou rachaduras, indicando que os nanocristais foram distribuídos de forma homogênea no filme base. A distribuição uniforme da nanocarga pela matriz é devido à compatibilidade entre os componentes e às ligações intermoleculares existentes entre eles.

Roy e Rhim (2021) prepararam filmes à base de ágar e gelatina com incorporação de óleo essencial de cravo e celulose nanocristalina. As nanofibras de celulose apresentaram dimensões de entre 3 – 350 nm (comprimento) e 10 – 20 nm (largura). As cargas de reforço incorporadas foram uniformemente dispersas na matriz polimérica. Os filmes apresentaram estrutura compacta, com superfície lisa, sem cavidades ou trincas, indicando a compatibilidade entre os componentes.

Reddy e Rhim (2014) desenvolveram filmes à base de ágar com incorporação de nanocristais de celulose. Os nanocristais apresentaram dimensões entre 50 – 60 nm. O filme de ágar puro apresentou uma superfície lisa, e as partículas de nanocelulose foram bem dispersas na matriz polimérica. Até a concentração de 5 % m/m, a superfície dos filmes era idêntica à do filme base, mas tornou-se menos homogênea quando a concentração aumentou para 10 % (m/m). Isso se deve a efeitos de aglomeração de nanocelulose na matriz em altas concentrações.

A Figura 18 mostra as imagens de microscopia óptica do filme de ágar com 0,5 % (m/m) de grafeno em ampliações de 100x (a), 200x (b) e 500x (c); e a Figura 19 mostra as imagens de microscopia óptica do filme de ágar com 2 % (m/m) de grafeno em ampliações de 100x (a) e 200x (b). Não foi possível realizar a análise para os filmes contendo 4,0 % (m/m) de grafeno por estes serem muito escuros e não permitirem a visualização pelo microscópio óptico.

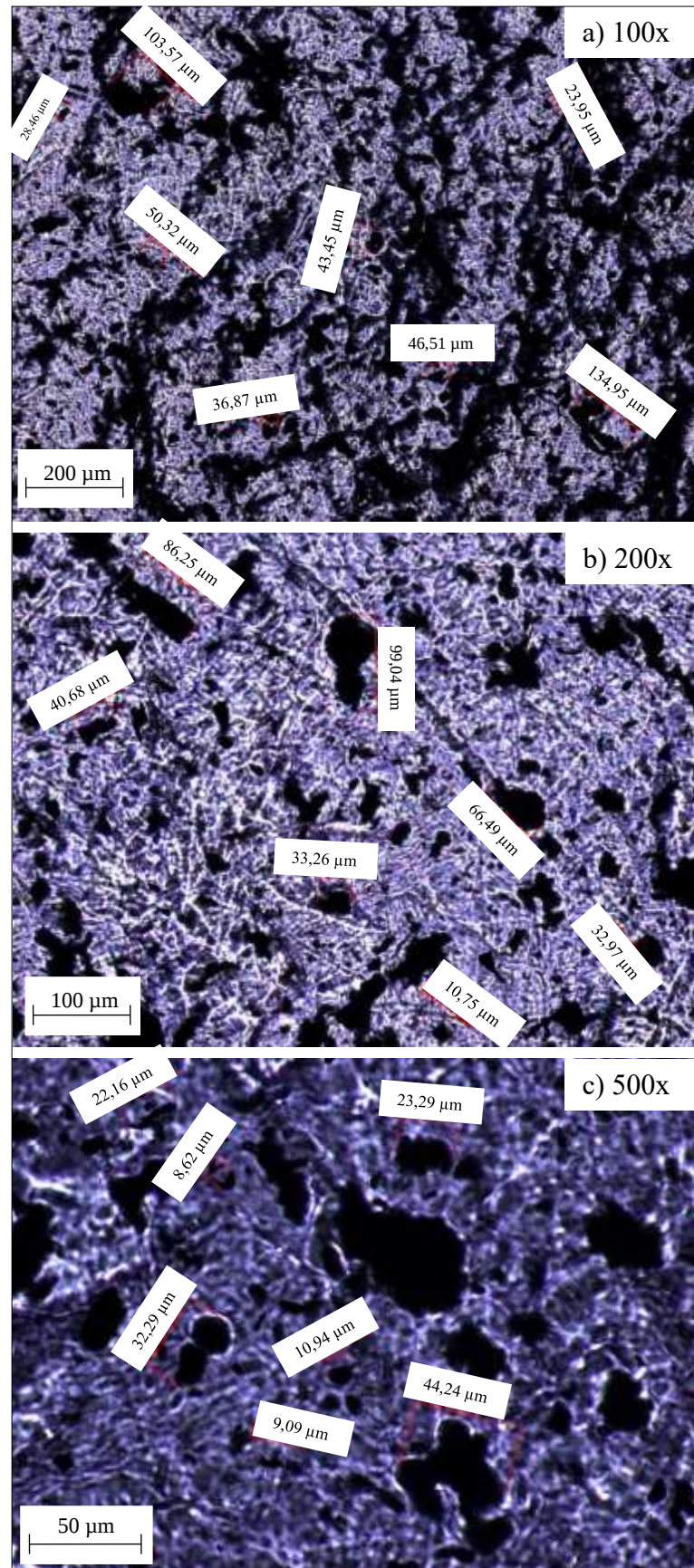


Figura 18. Microscopia óptica dos filmes de ágar + 0,5 % (m/m) grafeno em a) 100x, b) 200x e c) 500x (autora, 2024).

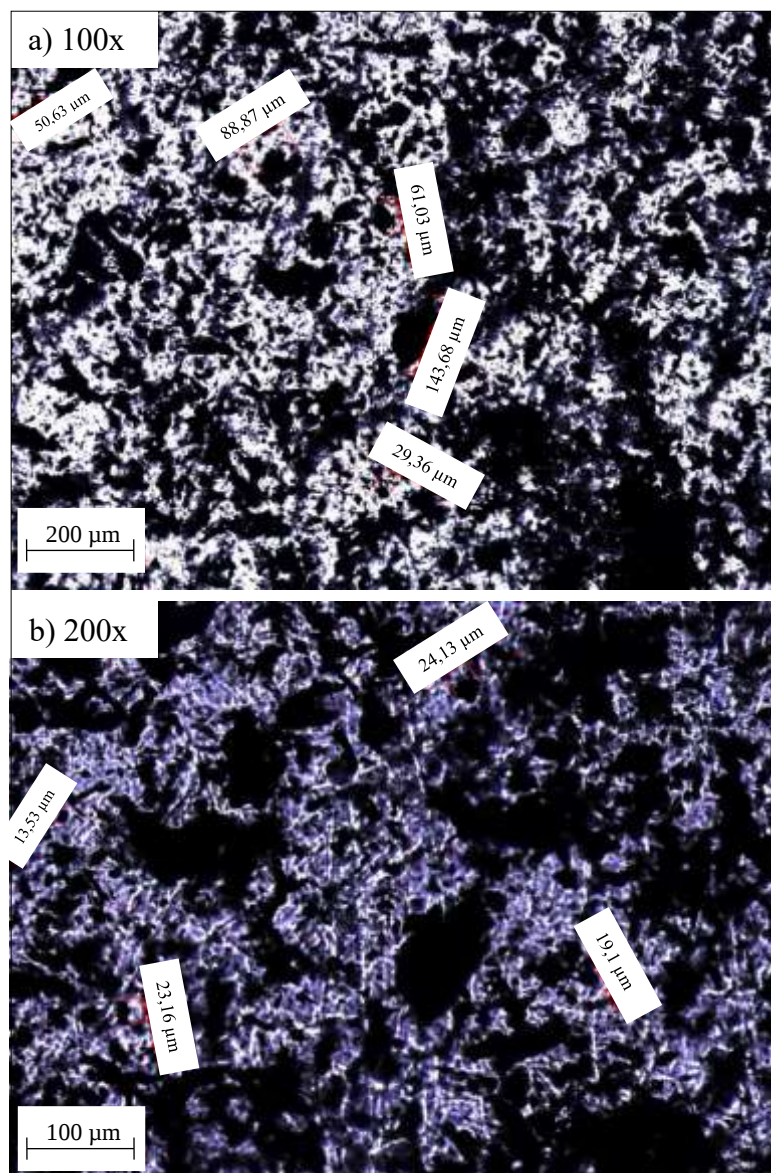


Figura 19. Microscopia óptica dos filmes de ágar + 2 % (m/m) grafeno em a) 100x e b) 200x (autora, 2024).

Quanto à incorporação de grafeno, observou-se uma tendência ainda mais clara de aglomeração, mesmo que de tamanho submicrométrico. Os aglomerados foram numerosos e variaram amplamente em tamanho, indicando uma menor afinidade entre o grafeno e a matriz de ágar. Além disso, a presença de linhas de tensão em torno dessas regiões confirma que essas estruturas não pertencem à matriz, mas sim à carga. A impossibilidade de observação dos filmes com 4 % m/m de grafeno devido à sua opacidade evidencia um limite prático para esse tipo de caracterização, além de indicar que o excesso de grafeno compromete as propriedades ópticas do material.

O filme de ágar com incorporação de 0,5 % (m/m) de grafeno evidenciou a presença de aglomerados com dimensões entre 8,62 µm e 134,95 µm. O filme de ágar com 2 % (m/m) de grafeno também apresentou aglomerados de grafeno, com dimensões entre 13,53 µm e

143,68 μm . Os resultados sugerem que o grafeno não apresentou dispersão na matriz polimérica de ágar.

Comparando os achados com outros estudos, nota-se que, mesmo quando se utiliza óxido de grafeno ou outras formas de grafeno funcionalizado, há desafios relacionados à dispersão, que podem ser agravados pela presença de contaminantes ou interações de baixo grau com a matriz polimérica. Lemus *et al.* (2021) desenvolveram filmes de ágar com incorporação de óxido de grafeno reduzido e mel. O óxido de grafeno reduzido possuía uma estrutura laminar, composta por folhas com espessura de 10 nm, e a análise da superfície do material identificou partículas aglomeradas no composto.

De modo geral, os resultados mostram que, tanto a nanocelulose quanto o grafeno, apresentaram limitações de dispersão na matriz de ágar, especialmente em concentrações maiores. Essa formação de aglomerados compromete a homogeneidade superficial dos filmes, podendo impactar suas propriedades. O filme de ágar com 0,5 % (m/m) de nanocelulose se evidenciou como o mais promissor em termos de dispersão da carga de reforço na matriz polimérica.

5.1.1.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Com a análise da morfologia superficial e da estrutura interna dos filmes de ágar, com e sem incorporação de nanocelulose e grafeno, foi possível evidenciar aspectos sobre a dispersão dos reforços, a compatibilidade com a matriz polimérica e os efeitos estruturais induzidos por esses aditivos. As imagens obtidas através da análise de microscopia eletrônica de varredura dos filmes poliméricos podem ser observadas nas Figuras 20 a 33.

A Figura 20 mostra as micrografias da superfície do filme de ágar puro em ampliações de 250x (a), 1000x (b), 2000x (c), 5000x (d) e 10000x (e), enquanto a Figura 21 mostra as micrografias da seção transversal do filme de ágar puro em ampliações de 250x (a), 1000x (b), 5000x (c) e 10000x (d).

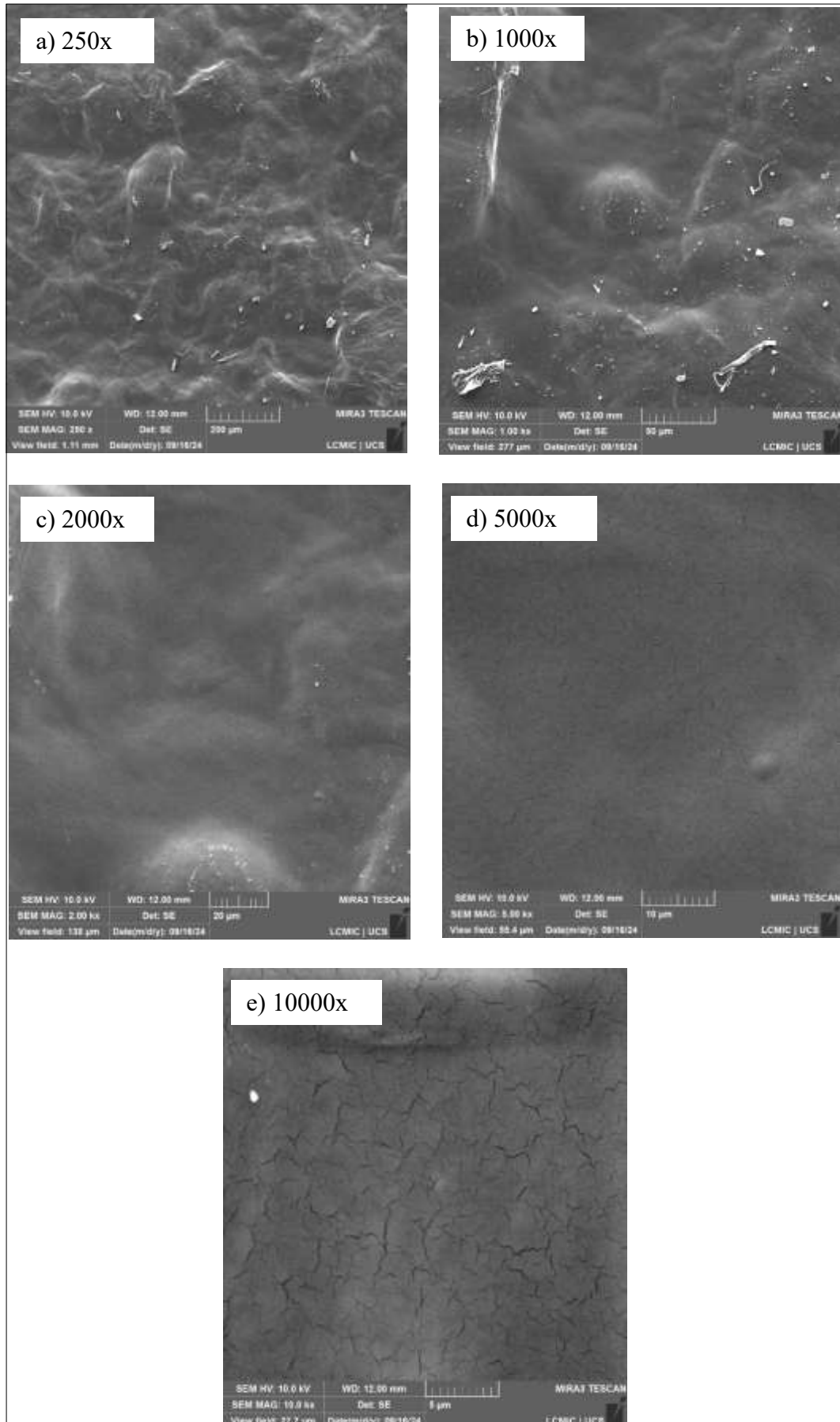


Figura 20. Micrografias da superfície do filme de ágar puro em a) 250x, b) 1000x, c) 2000x, d) 5000x e e) 10000x (autora, 2025).

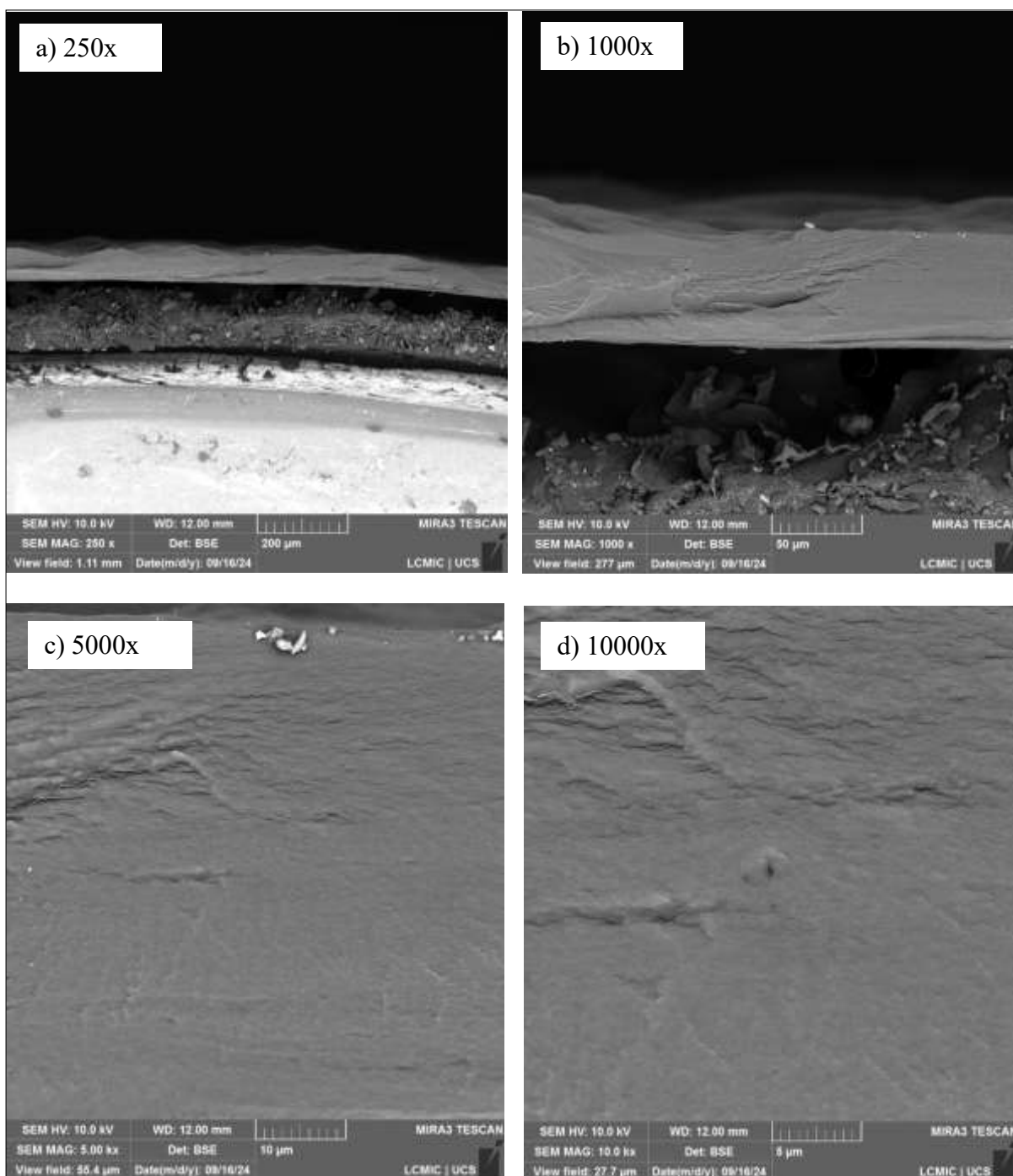


Figura 21. Micrografias da seção transversal do filme de ágar puro em a) 250x, b) 1000x, c) 5000x e d) 10000x (autora, 2025).

O filme de ágar puro apresentou uma superfície homogênea, contínua, sem irregularidades morfológicas ou poros visíveis, e uma seção transversal densa, sem separação entre regiões compactas e porosas. Essa morfologia é típica de polímeros naturais hidrofílicos, como o ágar, cuja estrutura rica em grupos hidroxila (-OH) favorece a formação de uma rede polimérica via ligações de hidrogênio (Shankar & Rhim, 2016). Estudos anteriores com filmes de ágar puro também reportam uma morfologia lisa, homogênea e estrutura compacta (Araujo

et al., 2022; Chen *et al.*, 2017; Lemus *et al.*, 2021; Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016).

A Figura 22 mostra as micrografias da superfície do filme de ágar com 0,5 % (m/m) de nanocelulose em ampliações de 250x (a), 2000x (b), 2000x (c), 5000x (d) e 10000x (e); a Figura 23 mostra as micrografias da seção transversal do filme de ágar com 0,5 % (m/m) de nanocelulose em ampliações de 250x (a), 1000x (b), 5000x (c) e 10000x (d); a Figura 24 mostra as micrografias da superfície do filme de ágar com 2,0 % (m/m) de nanocelulose em ampliações de 250x (a), 1000x (b), 2000x (c), 5000x (d) e 10000x (e); a Figura 25 mostra as micrografias da seção transversal do filme de ágar com 2,0 % (m/m) de nanocelulose em ampliações de 250x (a), 1000x (b), 5000x (c) e 10000x (d); a Figura 26 mostra as micrografias da superfície do filme de ágar com 4,0 % (m/m) de nanocelulose em ampliações de 250x (a), 1000x (b), 2000x (c), 5000x (d) e 10000x (e); e a Figura 27 mostra as micrografias da seção transversal do filme de ágar com 4,0 % (m/m) de nanocelulose em ampliações de 250x (a), 1000x (b), 5000x (c) e 10000x (d).

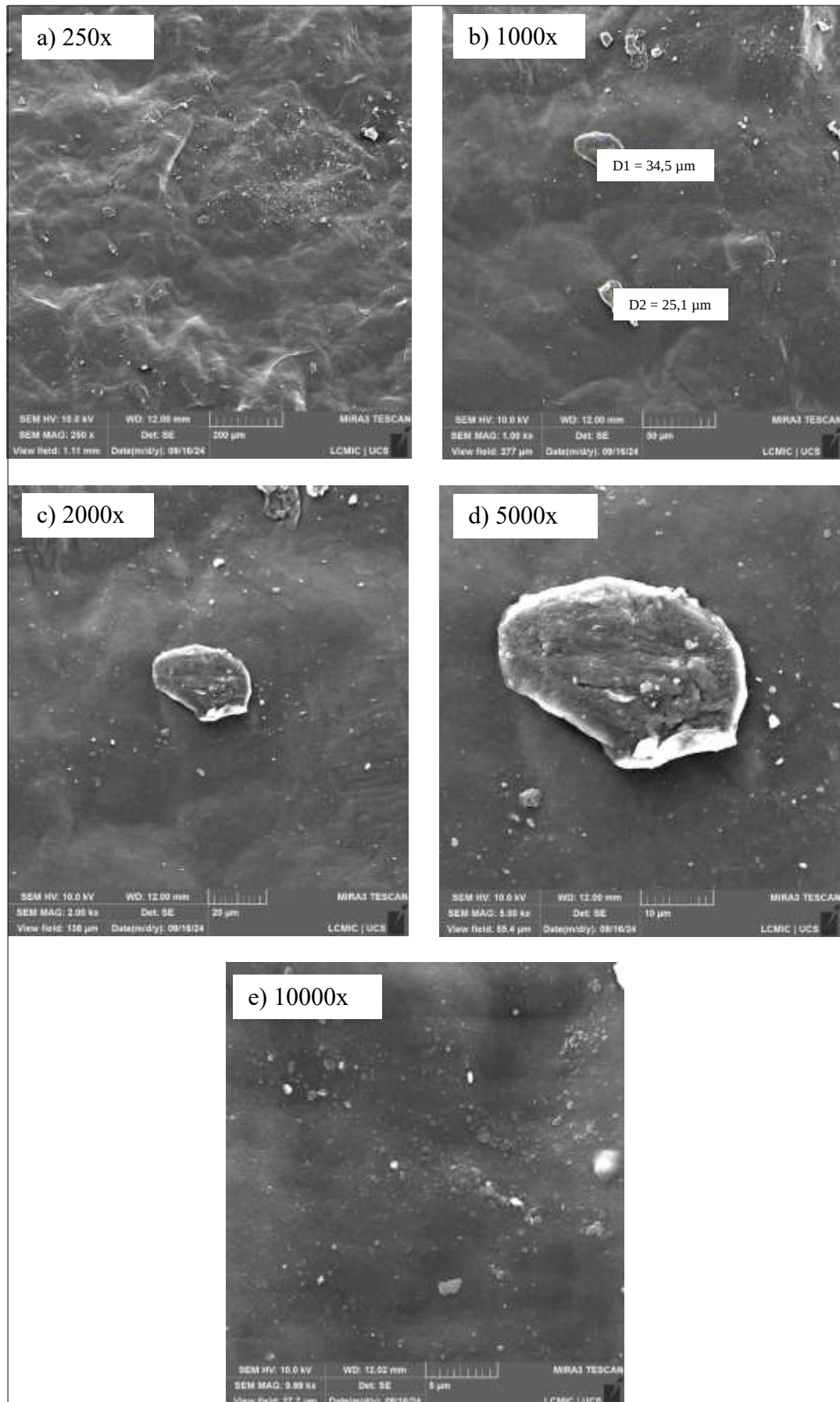


Figura 22. Micrografias da superfície do filme de ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose em a) 250x, b) 1000x, c) 2000x, d) 5000x e e) 10000x (autora, 2025).

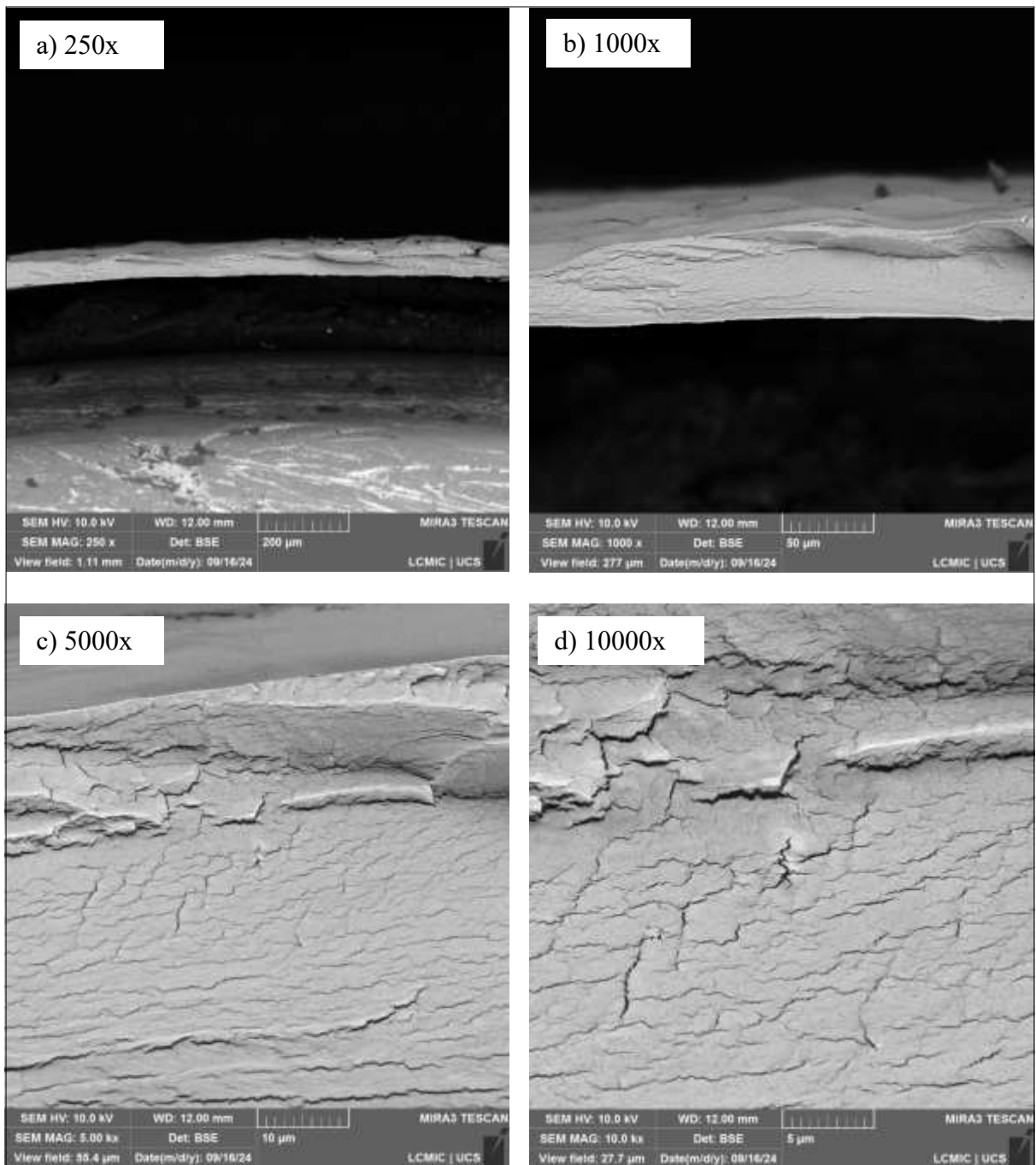


Figura 23. Micrografias da seção transversal do filme de ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose em a) 250x, b) 1000x, c) 5000x, e d) 10000x (autora, 2025).

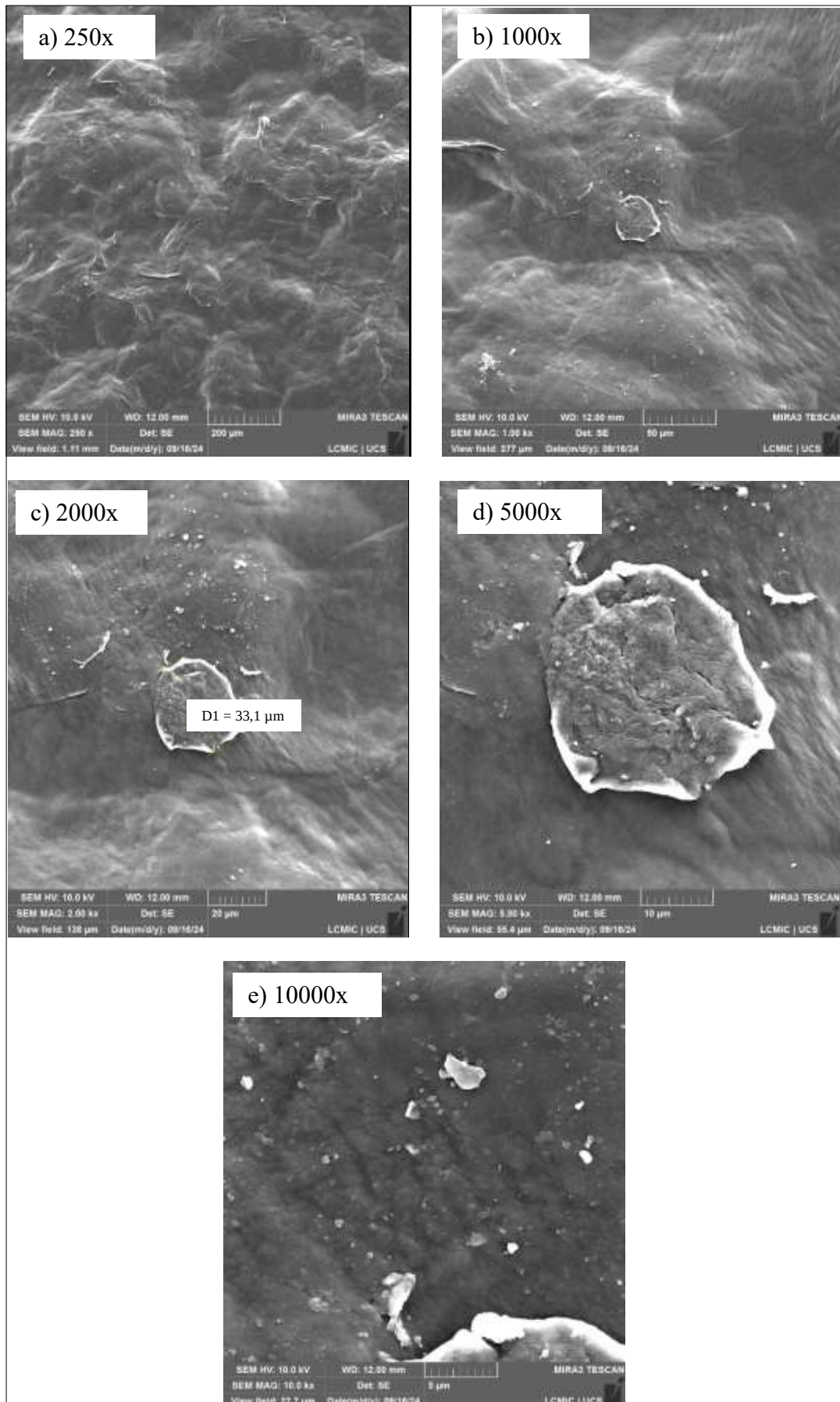


Figura 24. Micrografias da superfície do filme de ágar + 2,0 % (m/m) nanocelulose em a) 250x, b) 1000x, c) 2000x, d) 5000x e e) 10000x (autora, 2025).

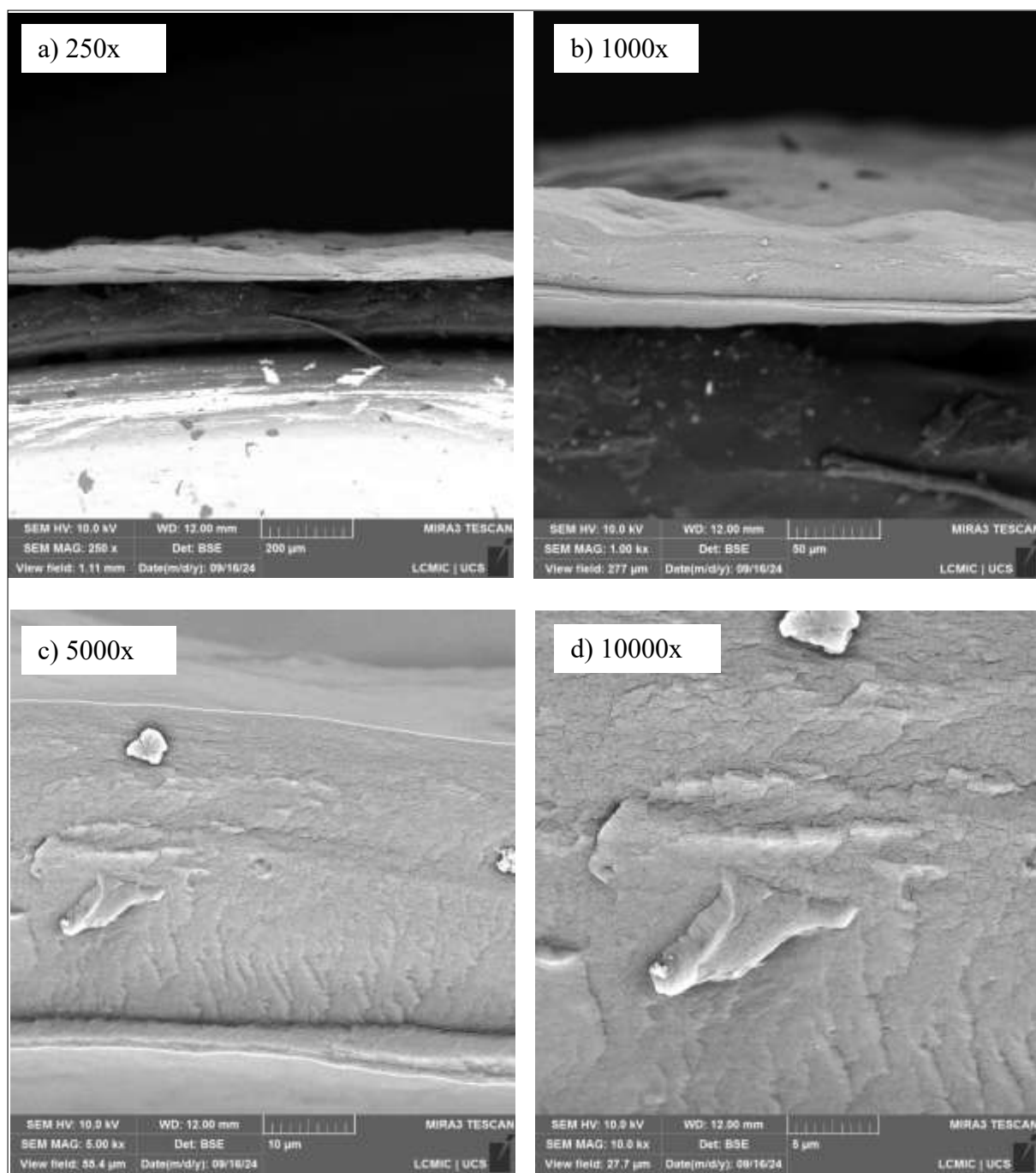


Figura 25. Micrografias da seção transversal do filme de ágar + 2,0 % (m/m) nanocelulose em a) 250x, b) 1000x, c) 5000x, e d) 10000x (autora, 2025).

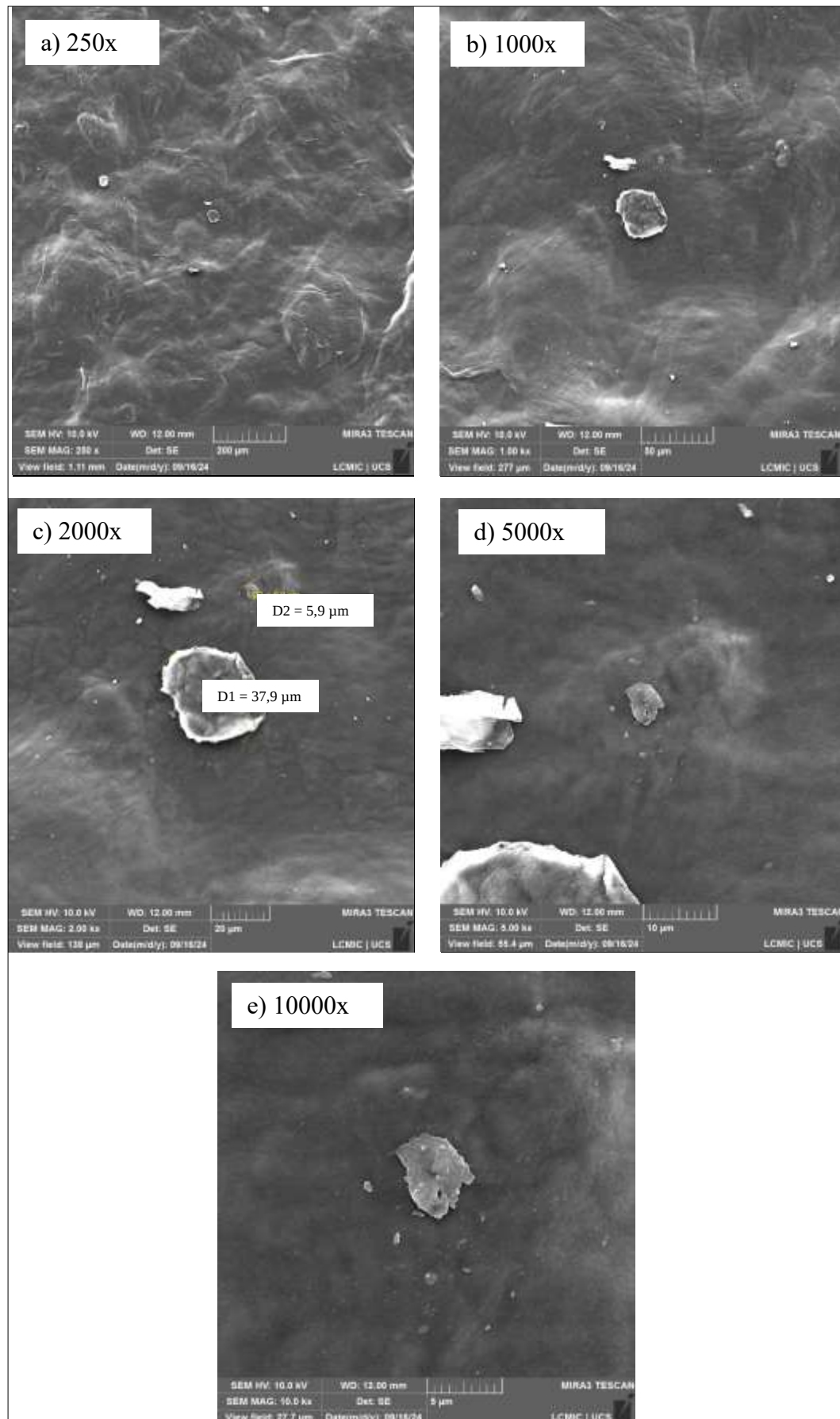


Figura 26. Micrografias da superfície do filme de ágar + 4,0 % (m/m) nanocelulose em a) 250x, b) 1000x, c) 2000x, d) 5000x e e) 10000x (autora, 2025).

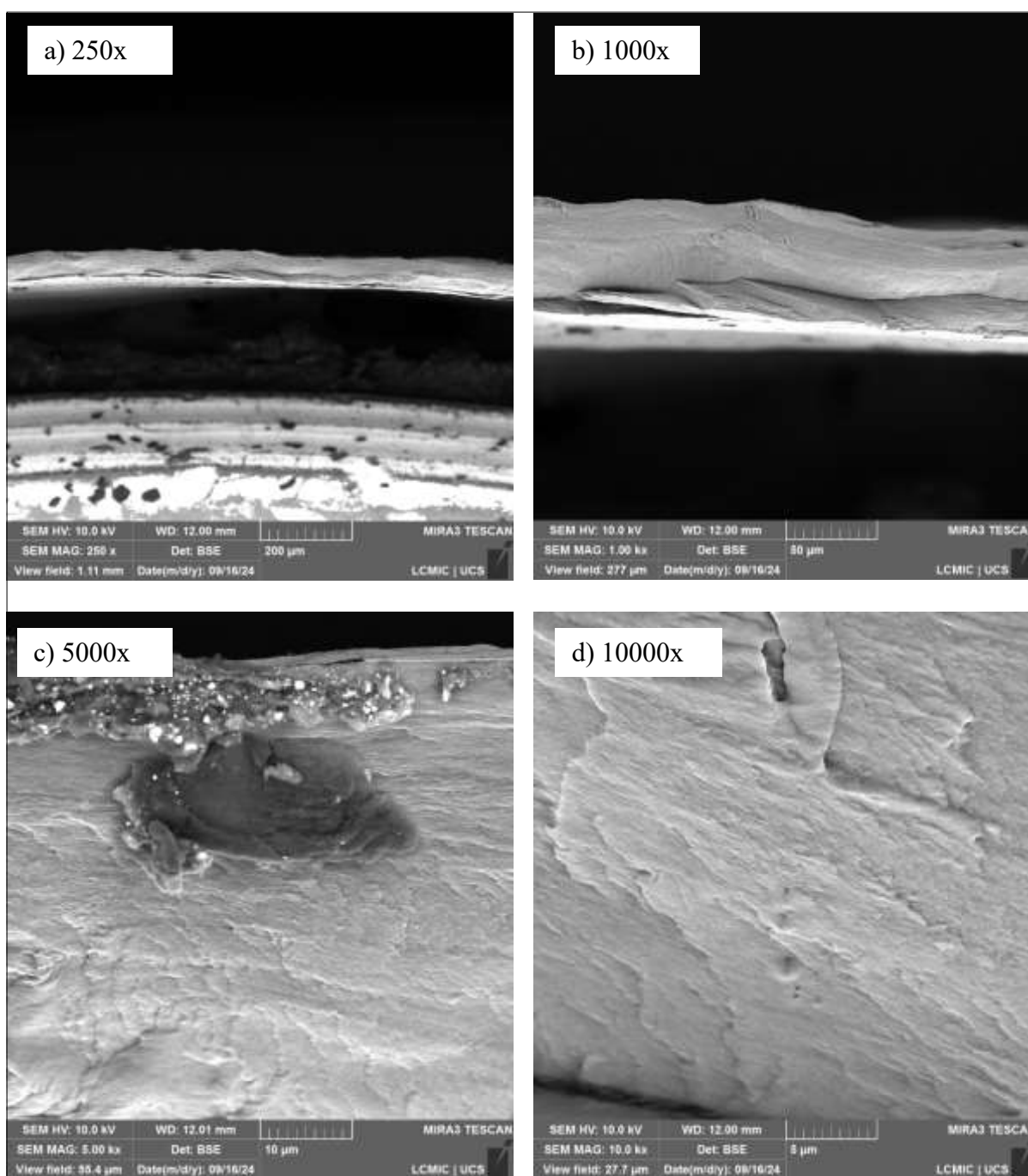


Figura 27. Micrografias da seção transversal do filme de ágar + 4,0 % (m/m) nanocelulose em a) 250x, b) 1000x, c) 5000x, e d) 10000x (autora, 2025).

Nos filmes de ágar contendo 0,5 %, 2,0 % e 4,0 % (m/m) de nanocelulose, a estrutura interna permaneceu densa e sem poros, semelhante ao filme de ágar puro. No entanto, foi possível observar aglomerados visíveis na superfície, cuja frequência e tamanho variaram com a concentração de nanocelulose.

O filme com incorporação de 0,5 % (m/m) de nanocelulose evidenciou a presença de dois aglomerados na área observada da superfície, com dimensões de 34,5 μm e 25,1 μm. O

filme com 2,0 % (m/m) de nanocelulose evidenciou a presença de um aglomerado na superfície, com dimensão de 33,1 μm . O filme com 4,0 % (m/m) de nanocelulose evidenciou a presença de dois aglomerados na superfície, com dimensões de 37,9 μm e 5,9 μm .

A formação desses aglomerados pode ser atribuída a uma dispersão incompleta da nanocelulose na matriz de ágar. Shankar e Rhim (2016) relataram que filmes de ágar apresentaram as partículas de nanocelulose bem dispersas na matriz polimérica, formando filmes homogêneos, com superfície lisa e uma microestrutura densa e contínua. No entanto, a nanocelulose apresentou tendência à aglomeração em concentrações mais elevadas, como 10 % (m/m), devido à sua alta energia superficial, além de interações intermoleculares fortes por ligações de hidrogênio entre as nanofibras, que superam as interações com a matriz polimérica. Essa limitação na dispersão reduz a efetividade do reforço, criando zonas de acúmulo de tensão mecânica e comprometendo a homogeneidade do compósito. Em concentrações ótimas, a NC possui tendência a uma boa dispersão em matrizes poliméricas de ágar, resultando em uma morfologia superficial homogênea e boa adesão na interface, o que contribuiu para outras propriedades do material (Dungani *et al.*, 2021).

A morfologia dos aglomerados sugere a presença de estruturas compactas e algumas partículas pouco integradas ao polímero, evidenciadas pela presença de aglomerados, o que está de acordo com o relatado por Reddy e Rhim (2014), que também observaram que a incorporação de nanocristais de celulose (CNC) em 10 % (m/m) resultava em uma superfície menos homogênea, com formação de aglomerados e descontinuidade na matriz. Tal comportamento acarretou a perda de transparência e diminuição das propriedades mecânicas. A seção transversal do filme com 4,0 % (m/m) de nanocelulose evidenciou esse comportamento, com uma estrutura densa, porém com um aglomerado interno perceptível, indicando a limitação na integração tridimensional da carga com a matriz. Já concentrações de até 5 % (m/m) de NC, para esses autores, resultaram em uma superfície homogênea, como a do filme de ágar puro.

Por outro lado, a ausência de poros indica que a nanocelulose não comprometeu a integridade estrutural da matriz polimérica, o que é importante para as propriedades de barreira a gases e líquidos. Além disso, os aglomerados observados são pontuais, gerando filmes, no geral, com aspecto homogêneo. Comportamento semelhante foi relatado por Roy *et al.* (2021) e Roy e Rhim (2021), que observaram que a nanocelulose se apresentou bem distribuída e bem dispersa na matriz polimérica de ágar, gerando filmes homogêneos, uniformes e sem cavidades, bolhas ou trincas.

A Figura 28 mostra as micrografias da superfície do filme de ágar com 0,5 % (m/m) de grafeno em ampliações de 250x (a), 1000x (b), 2000x (c), 5000x (d) e 10000x (e); a Figura 29 mostra as micrografias da seção transversal do filme de ágar com 0,5 % (m/m) de grafeno em ampliações de 250x (a), 1000x (b), 5000x (c) e 10000x (d); a Figura 30 mostra as micrografias da superfície do filme de ágar com 2,0 % (m/m) de grafeno em ampliações de 250x (a), 1000x (b), 2000x (c), 5000x (d) e 10000x (e); a Figura 31 mostra as micrografias da seção transversal do filme de ágar com 2,0 % (m/m) de grafeno em ampliações de 250x (a), 1000x (b), 5000x (c) e 10000x (d); a Figura 32 mostra as micrografias da superfície do filme de ágar com 4,0 % (m/m) de grafeno em ampliações de 250x (a), 1000x (b), 2000x (c), 5000x (d) e 10000x (e); e a Figura 33 mostra as micrografias da seção transversal do filme de ágar com 4,0 % (m/m) de grafeno em ampliações de 250x (a), 1000x (b), 5000x (c) e 10000x (d).

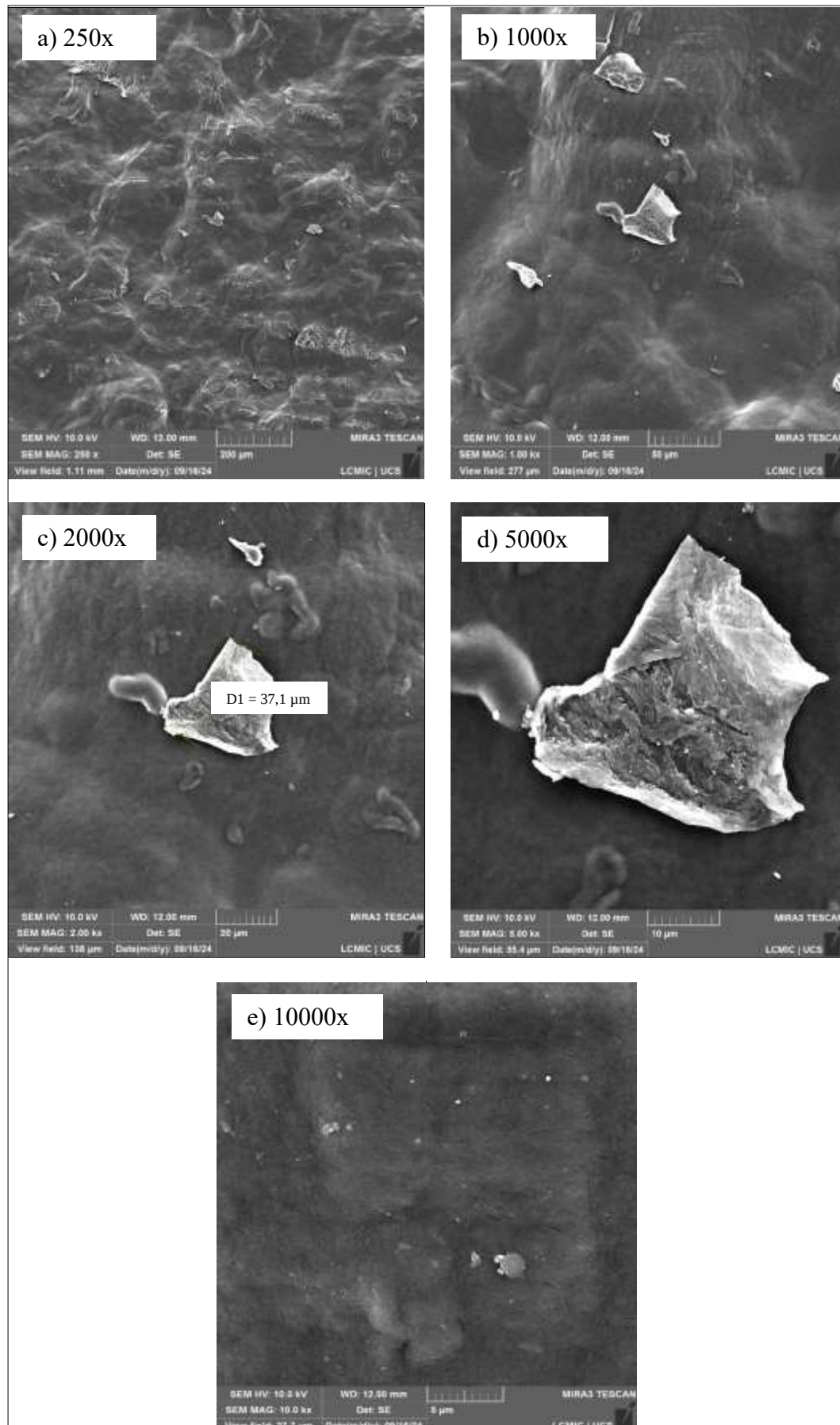


Figura 28. Micrografias da superfície do filme de ágar + 0,5 % (m/m) grafeno em a) 250x, b) 1000x, c) 2000x, d) 5000x e e) 10000x (autora, 2025).

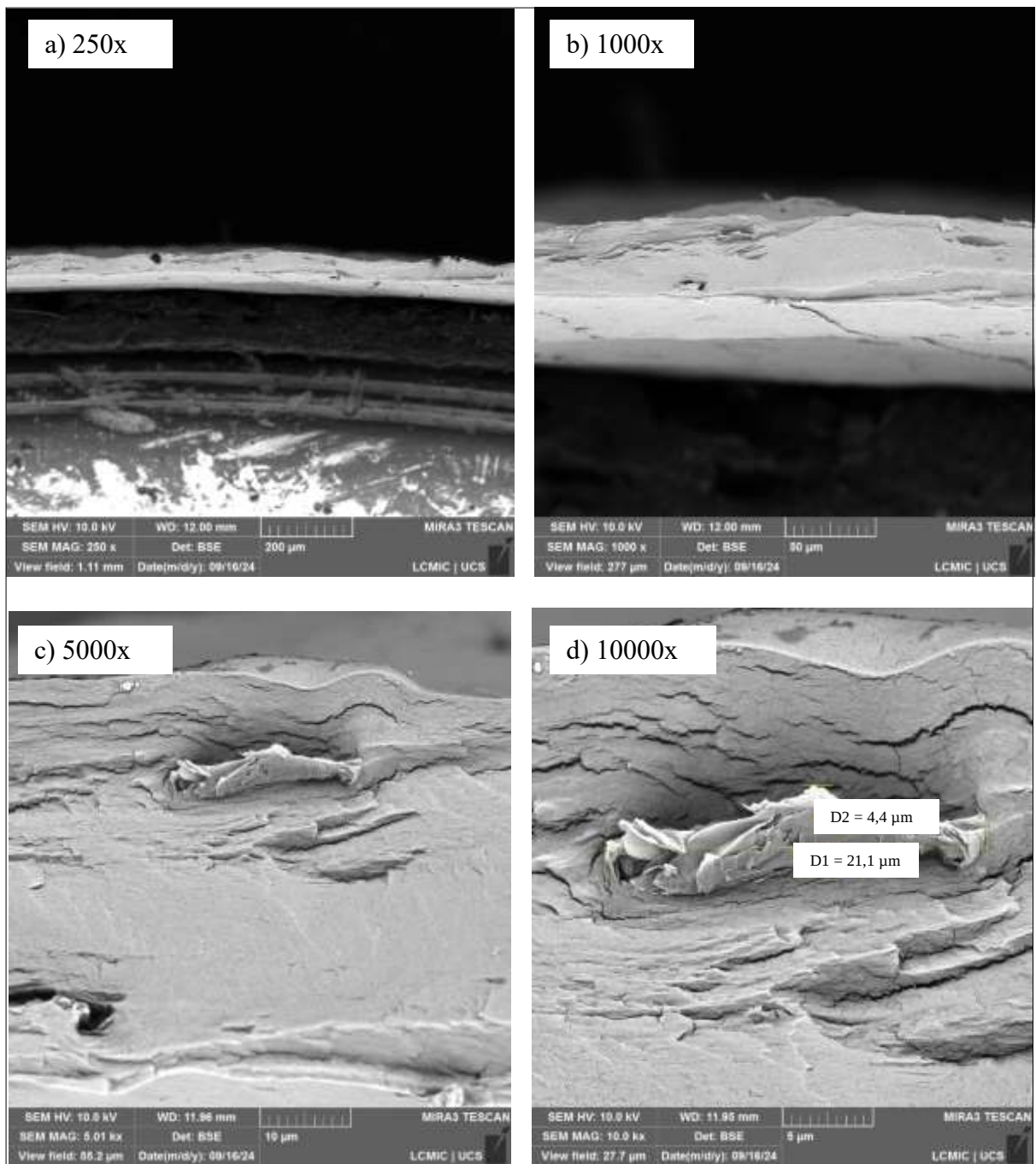


Figura 29. Micrografias da seção transversal do filme de ágar + 0,5 % (m/m) grafeno em a) 250x, b) 1000x, c) 5000x, e d) 10000x (autora, 2025).

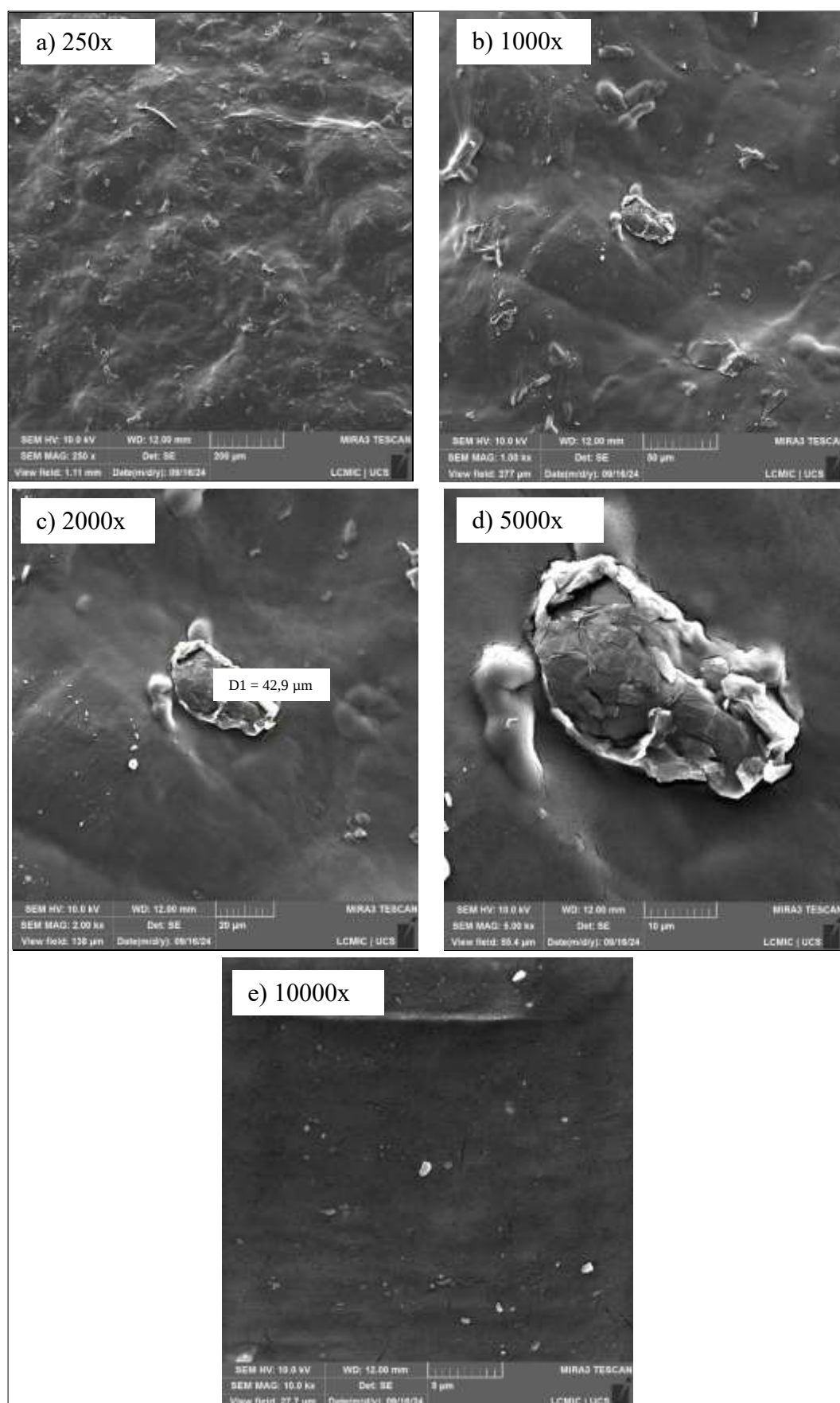


Figura 30. Micrografias da superfície do filme de ágar + 2 % (m/m) grafeno em a) 250x, b) 1000x, c) 2000x, d) 5000x e e) 10000x (autora, 2025).

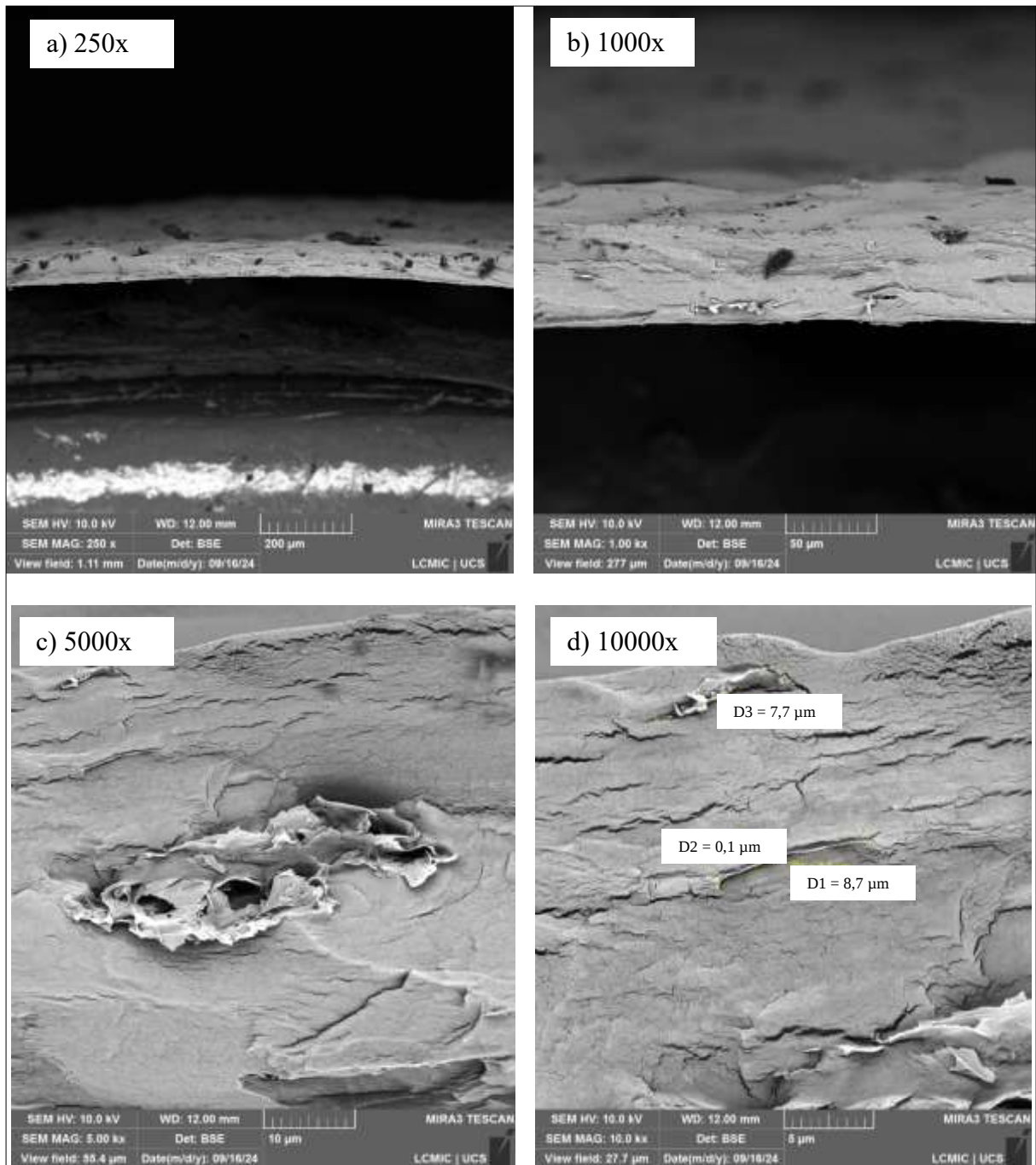


Figura 31. Micrografias da seção transversal do filme de ágar + 2,0 % (m/m) grafeno em a) 250x, b) 1000x, c) 5000x, e d) 10000x (autora, 2025).

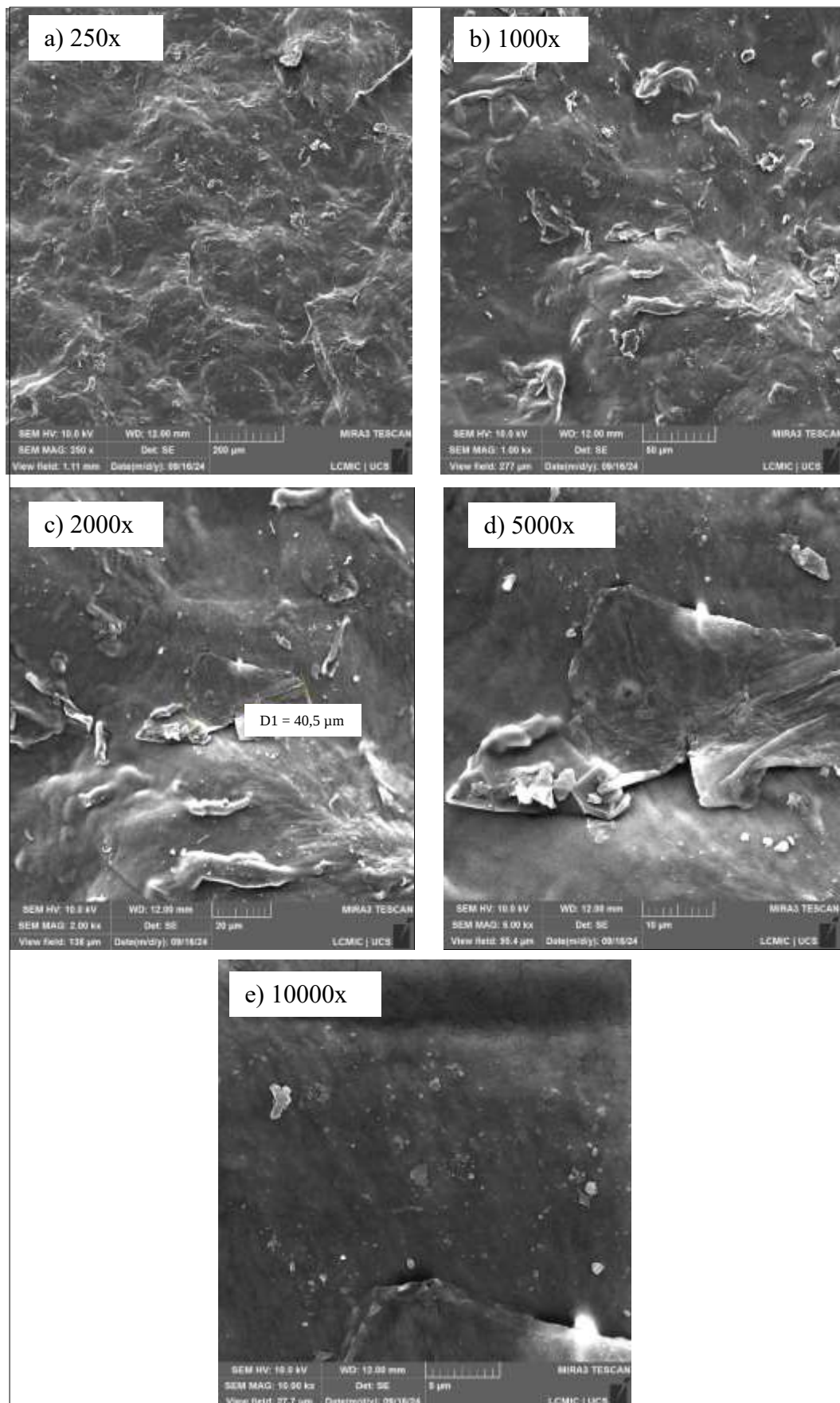


Figura 32. Micrografias da superfície do filme de ágar + 4 % (m/m) grafeno em a) 250x, b) 1000x, c) 2000x, d) 5000x e e) 10000x (autora, 2025).

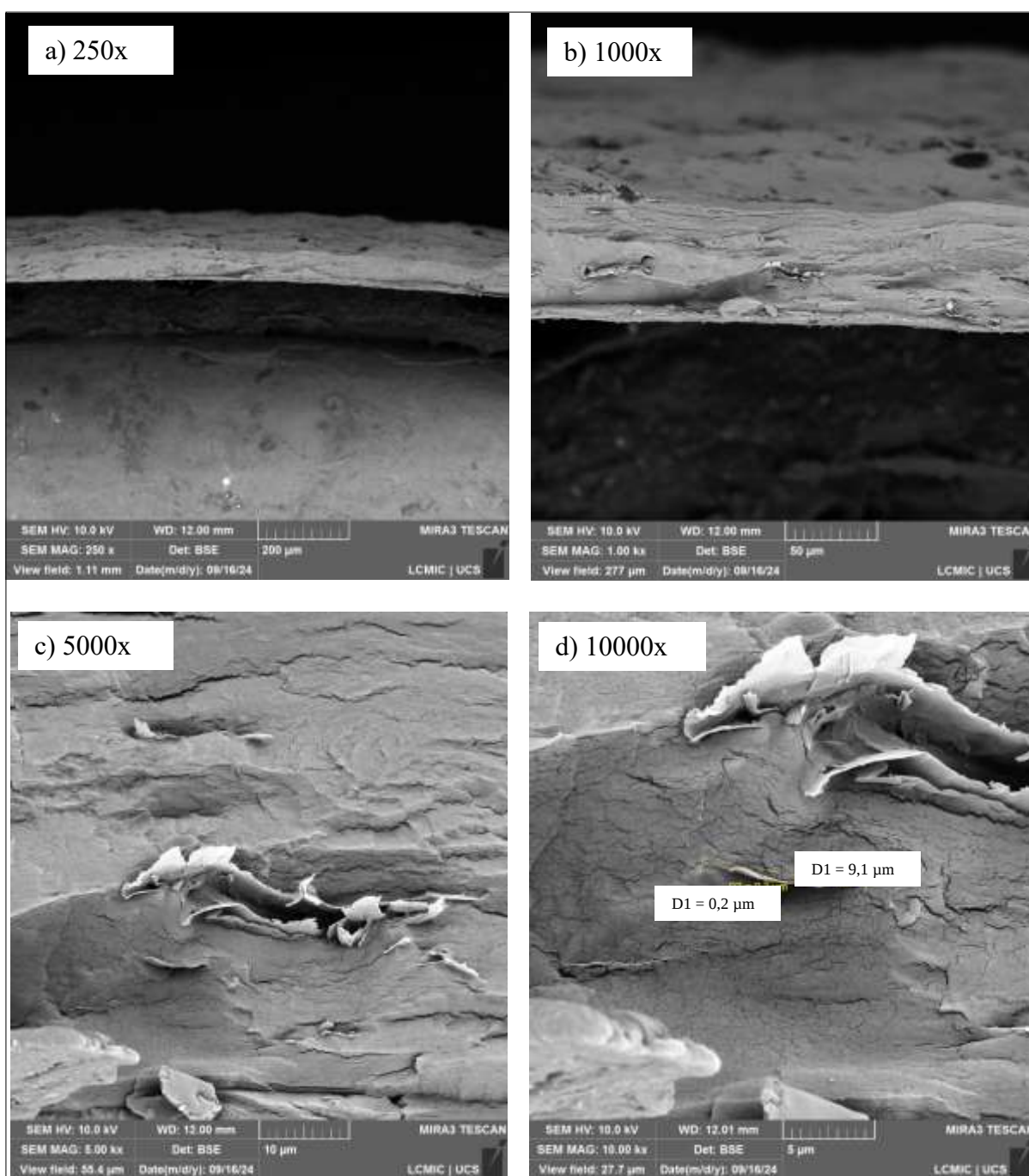


Figura 33. Micrografias da seção transversal do filme de ágar + 4,0 % (m/m) grafeno em a) 250x, b) 1000x, c) 5000x, e d) 10000x (autora, 2025).

A incorporação de grafeno nos filmes de ágar, em concentrações de zero, 2,0 % e 4,0 % (m/m), também resultou em estruturas densas e não porosas, com aglomerados visíveis tanto na superfície quanto na seção transversal. A presença de aglomerados indica dispersão incompleta da carga e compatibilidade limitada com a matriz de ágar.

O filme com incorporação de 0,5 % (m/m) de grafeno evidenciou a presença de um aglomerado na área analisada da superfície com dimensão de 37,1 µm e um aglomerado na

seção transversal com dimensões de 21,1 μm x 4,4 μm . O filme com 2,0 % (m/m) de grafeno evidenciou a presença de um aglomerado na superfície com dimensão de 42,9 μm e dois aglomerados na seção transversal, com dimensões de 7,7 μm e 8,7 μm x 0,1 μm . O filme com 4,0 % (m/m) de grafeno evidenciou a presença de um aglomerado na superfície com dimensão de 40,5 μm e um aglomerado na seção transversal com dimensões de 9,1 μm x 0,2 μm .

As nanoplaquetas de grafeno evidenciadas nos aglomerados sugerem que algumas partículas sejam de tamanho micrométrico e não nanométrico. Pode-se perceber que o grafeno não apresenta dispersão completa na matriz de ágar, ficando evidenciada sua presença na superfície, mas com pouca distribuição na seção transversal. Para que as nanoplaquetas apresentassem dispersão no ágar, seria necessário um tratamento ou modificação na superfície da carga.

A literatura cita achados semelhantes. Por exemplo, Belay *et al.* (2017) observaram que compósitos com mais de 2 % (m/m) de óxido de grafeno reduzido exibem aglomeração devido à interação intermolecular intensa entre folhas de grafeno, que tendem a empilhar-se devido às forças de Van der Waals. Esse empilhamento reduz a área de contato com a matriz e, portanto, a transferência de carga e energia, além de comprometer propriedades como transparência óptica e resistência mecânica.

Mesmo com apenas 0,5 % (m/m) de grafeno, já é perceptível a formação de aglomerados na seção transversal, possivelmente devido à diferença de polaridade entre os componentes da formulação impedir a compatibilidade completa. Samadi *et al.* (2018), observaram que apenas com técnicas específicas, como funcionalização superficial, foi possível alcançar uma dispersão homogênea do grafeno em hidrogéis de ágar/PVA, melhorando de forma importante a tenacidade e a resistência à tração do material obtido.

Outro ponto relevante é que, embora a morfologia geral seja densa, os aglomerados internos funcionam como pontos de falha e podem comprometer a distribuição uniforme de estresse, além de aumentar a fragilidade em aplicações mecânicas. Esses aglomerados também favorecem a formação de interfaces defeituosas e regiões com má adesão, o que pode reduzir propriedades de barreira, conforme relatado em filmes de ágar com 4 % (m/m) de óxido de grafeno reduzido (Lemus *et al.*, 2021).

Comparando os dois tipos de reforço, observa-se que a nanocelulose, mesmo em concentrações mais altas, tende a formar aglomerados menores do que o grafeno. Isso pode ser atribuído à sua morfologia fibrilar, que apresenta maior compatibilidade com polímeros hidrofílicos, como o ágar, além de maior capacidade de formação de ligações de hidrogênio. A nanocelulose possui grupos funcionais hidroxila (-OH) que interagem mais eficientemente com

os grupos sulfatados ($-\text{SO}_3\text{H}$) do ágar, formando redes tridimensionais compatíveis (Shankar & Rhim, 2016; Siqueira *et al.*, 2010).

O grafeno, por outro lado, sendo hidrofóbico e lamelar, possui menor compatibilidade com a matriz de ágar, o que dificulta a dispersão e favorece a formação de aglomerados compactos e bem delimitados. Além disso, a ausência de grupos oxigenados (como no óxido de grafeno reduzido) reduz a capacidade de formação de ligações de hidrogênio com a matriz, o que limita a adesão interfacial. Isso foi evidenciado por Kandhol *et al.* (2024), que observaram deslocamentos mínimos nas bandas de FTIR atribuídas à interação entre hidroxilas e outros grupos polares em compósitos de ágar com óxido de grafeno reduzido. Adicionalmente, os estudos de Lemus *et al.* (2021) indicam que há um limite crítico de carga de óxido de grafeno reduzido (entre 1 % e 2 % (m/m)), a partir do qual o reforço deixa de ser eficiente, e a formação de aglomerados começa a prejudicar as propriedades estruturais do compósito obtido.

A análise morfológica via MEV permitiu concluir que, tanto a nanocelulose quanto o grafeno, são capazes de ser incorporados à matriz de ágar sem induzir porosidade visível, preservando a coesão do material. No entanto, a eficácia desses reforços está fortemente condicionada à sua dispersão. A dispersão uniforme das nanocargas, a prevenção na formação de aglomerados e a formação de redes interconectadas são fatores importantes para a obtenção de materiais com propriedades físicas e funcionais otimizadas.

Não foi possível realizar a análise complementar de AFM (Microscopia de Força Atômica) devido à superfície das amostras serem irregulares e acidentadas. Além disso, a grande quantidade de material particulado disperso na superfície e o fato das nanoplaquetas de grafeno excederem o tamanho da área de varredura do equipamento também impediram a verificação por essa técnica.

5.1.2 Propriedades físicas

5.1.2.1 Espessura

Na Tabela 2 constam os resultados médios de espessura dos filmes poliméricos em função das nanocargas utilizadas e suas concentrações.

Tabela 2. Resultados de espessura dos filmes poliméricos em função da concentração de nanocarga (nanocelulose/grafeno) utilizada (autora, 2024).

Concentração (% m/m)	Espessura (μm)	
	NC	NG
Zero	77 $\pm$ 6 ^{Aa}	77 $\pm$ 6 ^{Abc}
0,5	82 $\pm$ 5 ^{Aa}	76 $\pm$ 4 ^{Bc}
2,0	82 $\pm$ 4 ^{Aa}	83 $\pm$ 3 ^{Aab}
4,0	81 $\pm$ 4 ^{Aa}	88 $\pm$ 6 ^{Ba}
Coeficiente de variação (%)		6,12

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (nanocarga) e minúscula em coluna (concentração), não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Conforme a análise estatística, o tipo de carga (nanofibras de celulose e/ou nanoplaquetas de grafeno) teve efeito significativo sobre a espessura dos filmes apenas nas concentrações de 0,5 e 4,0 % (m/m). Além disso, observou-se um efeito significativo da concentração de nanocarga sobre este parâmetro apenas para o grafeno.

Em concentrações baixas (0,5 % (m/m)), o grafeno resultou em espessura significativamente menor do que a nanocelulose, sugerindo que o grafeno pode se acomodar melhor na matriz ou afetar a densidade do filme de forma diferente. Em concentrações mais altas (2 % e 4 % (m/m)), o grafeno passou a gerar filmes mais espessos que a nanocelulose, evidenciando que seu efeito sobre a espessura é dependente da concentração.

A incorporação de nanocelulose em concentrações de 0,5 % a 4,0 % (m/m) não resultou em diferenças estatisticamente significativas na espessura dos filmes. Isso sugere que a adição de nanocelulose, dentro das concentrações testadas, não altera de forma significativa a espessura do filme, mantendo-a entre 77 – 82 μm . A homogeneidade nos valores pode estar relacionada à dispersão da nanocelulose na matriz do filme, sem promover aglomeração ou aumento de volume de vazios significativo.

Para o grafeno, observou-se um aumento mais evidente na espessura com o aumento da concentração. A espessura aumentou progressivamente de 76 μm (0,5 % (m/m)) para 88 μm (4,0 % (m/m)). Isso sugere que o grafeno, especialmente em concentrações mais altas, tende a aumentar a espessura dos filmes, possivelmente por promover uma maior aglomeração e aumentar o volume ocupado no interior da matriz devido à pouca dispersão. Os resultados estão de acordo com as micrografias observadas na análise de MEV, que apresentou os aglomerados de nanoplaquetas de grafeno presentes na formulação.

Foi possível observar um aumento progressivo da espessura média com o aumento da concentração de nanocarga utilizada, tanto para a nanocelulose quanto para o grafeno, embora para a nanocelulose esse aumento não tenha sido significativo. Esse comportamento pode ser atribuído ao acréscimo no conteúdo de sólidos totais na formulação dos filmes, elevando o

volume de material depositado durante a moldagem e, conseqüentemente, a espessura final obtida (Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016).

Esse fenômeno é bem documentado na literatura. Por exemplo, Shankar e Rhim (2016) observaram um aumento da espessura de filmes de ágar com a incorporação de celulose nanocristalina, proporcional ao aumento da concentração adicionada, passando de 42,3 μm (ágar puro) para um máximo de 50,7 μm com 10 % (m/m) de nanocelulose. Da mesma forma, Reddy e Rhim (2014) relataram um crescimento da espessura em filmes de ágar com nanocristais de celulose com aumento da concentração de carga, de 55,7 μm para um máximo de 80,1 μm , também como resultado do aumento da fração sólida.

No presente estudo, embora a concentração máxima de nanocarga utilizada tenha sido de 4 % (m/m), o mesmo comportamento foi confirmado, ou seja, a espessura aumentou de aproximadamente 77 μm (filme base) para 81 μm no tratamento com nanocelulose. Esse efeito mais limitado está em concordância com a hipótese de que partículas nanométricas formam estruturas mais compactas e densas dentro da matriz polimérica, resultando em um menor incremento de espessura quando comparado a partículas maiores ou menos dispersas. A microcelulose, por exemplo, tende a gerar um aumento maior na espessura do que a nanocelulose (Shankar & Rhim, 2016).

Roy e Rhim (2021) também observaram aumento de espessura de filmes de ágar e gelatina com a adição de celulose nanocristalina, proporcional ao aumento da concentração da carga de reforço, devido ao aumento do teor de sólidos. Entretanto, em um outro estudo, Roy *et al.* (2021) reportaram uma redução da espessura de 41 μm para 37 μm de um filme à base de ágar com microcelulose com a adição de 5 % (m/m) de nanocelulose. Isso se deve possivelmente ao rearranjo das estruturas poliméricas, pois partículas nanométricas bem dispersas podem preencher os espaços vazios da matriz de forma mais eficiente, promovendo um empacotamento mais denso e, conseqüentemente, uma espessura menor.

No caso do grafeno, o aumento de espessura mais pronunciado pode ser atribuído à morfologia das nanoplaquetas, que possuem área superficial elevada ($26 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$) e dimensão lateral relativamente grande (até 10 μm) (Samadi *et al.*, 2018). Quando bem dispersas, essas nanoplaquetas interagem com a matriz polimérica via interações hidrofóbicas, mas também podem introduzir microestruturas mais irregulares, o que pode contribuir para o aumento da espessura dos filmes (Lemus *et al.*, 2021). Além disso, ocorreu acentuada aglomeração de nanoplaquetas de grafeno na matriz de ágar, o que compromete a compactação da matriz e pode levar ao espessamento do filme (Belay *et al.*, 2017).

Em linha com esta hipótese, Belay *et al.* (2017) observaram que filmes com 10 % (m/m) de ágar com óxido de grafeno (OG) e óxido de grafeno reduzido (OGR) apresentaram comportamento frágil e poroso, com espessura elevada e má dispersão do grafeno, enquanto concentrações em torno de 2 % (m/m) mostraram uma melhor homogeneidade estrutural. Esse equilíbrio entre concentração e dispersão é crucial para o controle da morfologia final do filme e suas propriedades. A espessura aumentou com o aumento da concentração de nanocarga, sendo mais elevada para o óxido de grafeno. O aumento da espessura com o conteúdo de carga foi atribuído à rigidez estrutural das folhas de grafeno e à forma de empacotamento da matriz durante o processo de secagem.

De forma geral, a análise estatística dos dados mostra que não houve diferença significativa entre os tipos de nanocarga (grafeno e nanocelulose), sugerindo que o efeito do tipo de partícula é secundário, sendo a concentração a variável preponderante na definição da espessura. Tal resultado evidencia a predominância do efeito volumétrico da adição de sólidos sobre as propriedades dimensionais dos filmes.

Os resultados obtidos neste trabalho estão em consonância com a literatura científica, que indica que o aumento da concentração de nanocargas leva, de forma geral, ao aumento da espessura dos filmes por meio do aumento do teor de sólidos (Reddy & Rhim, 2014; Roy & Rhim, 2021; Shankar & Rhim, 2016). Além disso, a morfologia e a área superficial das nanocargas utilizadas influenciam a estrutura micro e macroscópica dos filmes, podendo intensificar ou atenuar esse efeito. A natureza compacta da nanocelulose tende a promover filmes mais densos e finos, enquanto o grafeno pode promover maior espessura por seu tamanho de partícula e potencial de aglomeração em concentrações acima de 2 % (m/m).

5.1.2.2 Cor

Conforme a análise estatística, o tipo de carga (nanofibras de celulose e/ou nanoplaquetas de grafeno) e a concentração incorporada tiveram efeito significativo sobre a cor dos filmes.

Na Tabela 3 constam os resultados da cor, um parâmetro determinado pela luz refletida, dos filmes poliméricos em função das concentrações e do tipo de nanocarga utilizadas, em unidades adimensionais comparativas com as cores dos filmes de ágar puro (padrão zero).

Tabela 3. Resultados de cor dos filmes poliméricos em função da nanocarga e da concentração utilizada (autora, 2025).

Concentração (% m/m)	Cor	
	NC	NG
Zero	0,00±0,00 ^{Ab}	0,00±0,00 ^{Ad}
0,5	0,31±0,07 ^{Bb}	13,11±0,68 ^{Ac}
2,0	0,60±0,11 ^{Bab}	36,63±0,47 ^{Ab}
4,0	0,93±0,05 ^{Ba}	50,21±0,55 ^{Aa}
Coeficiente de variação (%)		2,77

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (nanocarga) e minúscula em coluna (concentração) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Os filmes com nanocelulose apresentaram um aumento gradativo nos valores de cor com a elevação da concentração de NC, sendo a diferença significativa apenas a partir de 2,0 % (m/m). A nanocelulose é um material de coloração originalmente branca, e em concentrações mais elevadas pode, de fato, modificar a cor dos filmes. Esse resultado pode ser atribuído ao caráter intrinsecamente branco e opaco da nanocelulose, que tende a dispersar luz e, assim, interferir na transparência original dos filmes de ágar, mesmo que de forma mais sutil do que o grafeno (Shankar & Rhim, 2016). Além disso, o aumento do conteúdo sólido com a elevação da concentração de NC contribui para uma maior espessura e menor transmitância óptica dos filmes, o que pode ser interpretado como alteração perceptível na coloração (Reddy & Rhim, 2014).

Shankar e Rhim (2016) observaram que a adição de NC resultou em um aumento nos valores de diferença total de cor dos filmes de ágar, sendo este efeito mais evidente com a microcelulose (MC) do que com a nanocelulose, o que se deve, em parte, à maior influência das partículas de MC sobre a reflexão da luz e à maior dispersibilidade da NC. No presente estudo, embora o aumento da diferença de cor com a NC seja mais modesto, ele reforça essa tendência descrita na literatura.

A presença de grafeno nos filmes também provocou alterações nos parâmetros de cor, com aumento significativo dos valores já a partir de 0,5 % (m/m) e aumento conforme a concentração aumentava, em um máximo de 50,21. Esse comportamento está relacionado à coloração escura e opaca do grafeno, que apresenta alta absorção de luz visível, reduzindo a transparência e promovendo escurecimento perceptível nos filmes (Lemus *et al.*, 2021; Kandhol *et al.*, 2024). A coloração escura do grafeno prevalece diante da coloração do filme base, que é transparente.

Esse efeito é consistente com outros estudos, como o de Lemus *et al.* (2021), que reportaram aumento significativo nos valores de opacidade e diferença de cor com a adição de teores crescentes de óxido de grafeno reduzido (OGR) em filmes de ágar. O comportamento

observado também está de acordo com os achados de Kandhol *et al.* (2024), que relataram o aumento da cor dos filmes com OGR, sendo atribuída à presença de grupos aromáticos e estruturas conjugadas na superfície do óxido de grafeno reduzido, capazes de absorver luz e radiações com outros comprimentos de onda eficientemente.

A comparação entre os dois tipos de nanocargas reforça a diferença na intensidade de alteração cromática provocada. Enquanto a NC afeta discretamente a aparência dos filmes, o grafeno promove mudanças evidentes. Isso se justifica pelas características ópticas dos materiais, ou seja, a coloração escura do grafeno e a brancura da celulose, e pela forma como cada um interage com a luz e como esta se dispersa na matriz do polímero. Adicionalmente, a literatura sugere que o tipo de interação entre as cargas e a matriz de ágar também influencia a transparência. O grafeno tende a formar redes de interação física e ligações hidrofóbicas com o ágar, o que pode levar à formação de filmes mais densos e menos translúcidos, especialmente em concentrações superiores a 2 % (m/m) (Belay *et al.*, 2017; Jiang *et al.*, 2023).

O comportamento mais pronunciado do grafeno pode ainda ser explicado por sua elevada área superficial e forte contraste de cor, o que torna mesmo pequenas quantidades de material suficientes para alterar visivelmente a aparência dos filmes (Samadi *et al.*, 2018). A esfoliação e dispersão homogênea do grafeno, descrita por vários autores, maximiza esse impacto visual (Lemus *et al.*, 2021).

Os resultados obtidos estão alinhados com a literatura quanto ao impacto das nanocargas na cor dos filmes de ágar. A NC, de coloração clara e alta dispersibilidade, afeta moderadamente a transparência, enquanto o grafeno, por sua opacidade e coloração escura, altera significativamente os parâmetros de cor dos filmes, sendo perceptível já em baixas concentrações (0,5 % m/m, por exemplo).

Esse comportamento é crucial para aplicações em embalagens e sistemas de liberação controlada, nos quais a transparência ou opacidade do material pode ser um critério funcional ou estético relevante. A escolha entre nanocelulose e grafeno deve considerar não apenas os ganhos mecânicos ou funcionais, mas também os impactos visuais sobre a formulação obtida.

5.1.2.3 Transparência e opacidade

A Tabela 4 mostra os resultados de transparência e opacidade encontrados para os filmes poliméricos, em função da carga adicionada e suas concentrações.

Tabela 4. Resultados de transparência e opacidade dos filmes poliméricos (autora, 2025).

Concentração (% m/m)	Transparência (%·mm ⁻¹)		Opacidade (mm ⁻¹)	
	NC	NG	NC	NG
Zero	22,62±0,02 ^{Ad}	22,62±0,02 ^{Ad}	1,50±0,05 ^{Ac}	1,50±0,05 ^{Ad}
0,5	20,47±0,02 ^{Bc}	20,36±0,03 ^{Ac}	1,75±0,04 ^{Bb}	3,55±0,02 ^{Ac}
2,0	19,76±0,04 ^{Ba}	15,70±0,07 ^{Ab}	2,24±0,03 ^{Ba}	6,13±0,03 ^{Ab}
4,0	19,98±0,03 ^{Bb}	10,65±0,09 ^{Aa}	2,28±0,05 ^{Ba}	10,07±0,03 ^{Aa}
Coefficiente de variação (%)	0,24		1,06	

Para cada propriedade, médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (nanocarga) e minúscula em coluna (concentração) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Os resultados indicam que a incorporação de nanocelulose e grafeno na matriz polimérica afetou significativamente os valores de transparência dos filmes, tanto em relação ao tipo de carga quanto a concentração adicionada. Os filmes sem adição de cargas apresentaram valores de transparência de 22,62 %·mm⁻¹. A adição de nanocelulose resultou em uma diminuição da transparência, atingindo um mínimo de 19,76 %·mm⁻¹ na concentração de 2,0 % (m/m), enquanto o grafeno promoveu uma redução maior, chegando a 10,65 %·mm⁻¹ na concentração de 4,0 % (m/m).

Os filmes sem aditivos apresentaram uma opacidade de 1,50 mm⁻¹. Com a adição de nanocelulose, houve um aumento progressivo na opacidade, atingindo 2,28 mm⁻¹ na concentração de 4,0 % m/m. Já os filmes contendo grafeno exibiram um aumento muito mais pronunciado, chegando a 10,07 mm⁻¹ na mesma concentração. A opacidade se refere ao impedimento da passagem de luz por um corpo. Considerando-se que o grafeno é originalmente mais escuro que a nanocelulose, o esperado é que os filmes com grafeno sejam mais opacos.

Filmes contendo nanocelulose mostraram uma alteração mais modesta na transparência quando comparados aos filmes com grafeno. A transparência de um material é a propriedade que permite que a luz passe através dele. Considerando-se que o grafeno é originalmente mais escuro que a nanocelulose, o esperado é que os filmes com nanocelulose apresentem maior transparência. A nanocelulose possui uma estrutura de dimensão nanométrica, que pode dispersar luz de forma menos eficiente em comparação ao grafeno, além de interagir diferentemente com a matriz, o que também foi observado em estudos prévios com filmes de ágar e nanocelulose (Shankar & Rhim, 2016). A cor escura intrínseca do grafeno contribui para a diminuição mais acentuada da transparência, um efeito já bem documentado em filmes de biopolímeros com incorporação de nanopartículas de grafeno e seus derivados (Lemus *et al.*, 2021; Taji *et al.*, 2024).

O fenômeno de redução mais acentuada da transparência em concentrações mais elevadas também pode ser explicado pela tendência à aglomeração das nanocargas, resultando em um maior espalhamento da luz e, conseqüentemente, redução da transparência (Lemus *et al.*, 2021). A formação de aglomerados de grafeno em concentrações superiores a 2 % (m/m) foi também relatada por Belay *et al.* (2017), que associaram essa aglomeração à diminuição de propriedades desejáveis, como a resistência mecânica e propriedades ópticas.

Comportamento oposto já foi descrito na literatura, onde nanocompósitos contendo óxido de grafeno (OG) ou grafeno reduzido (OGR) promoveram melhorias nas propriedades ópticas quando bem dispersos, devido à interação eficiente entre as folhas de grafeno dispersas e a matriz de polímero (Belay *et al.*, 2017).

Shankar e Rhim (2016) obtiveram filmes de ágar com elevada transparência. Com a incorporação de NC ou MC, observou-se uma redução da transparência, mais acentuada com MC, devido ao maior tamanho das partículas e sua tendência à agregação. Essa redução se deve ao espalhamento de luz causado pelas partículas, que dificultam a passagem direta dos raios luminosos, promovendo sua difração e refração.

O aumento expressivo da opacidade com o grafeno pode ser explicado por diversos fatores. O grafeno possui alta absorção de luz em toda a faixa do espectro visível e UV, o que resulta em maior bloqueio da passagem de luz através do filme (Chen *et al.*, 2027; Kandhol *et al.*, 2024). A formação de estruturas heterogêneas ou aglomerados em concentrações elevadas também contribui para aumentar a dispersão da luz e, conseqüentemente, a opacidade (Belay *et al.*, 2017). Além disso, o grafeno possui propriedades intrínsecas de absorção óptica devido aos seus grupos funcionais remanescentes após redução e ao caráter conjugado das folhas de carbono com hibridização sp^2 (Lemus *et al.*, 2021; Neog *et al.*, 2020).

Esse comportamento é consistente com estudos anteriores em que filmes com cargas de grafeno ou óxido de grafeno apresentaram não apenas um aumento de resistência mecânica, mas também maior opacidade e menor transparência, características desejáveis para aplicações como embalagens que requerem proteção UV ou bloqueio de luz (Chen *et al.*, 2027; Jiang *et al.*, 2023).

Por outro lado, os filmes com nanocelulose apresentaram um aumento mais sutil da opacidade, o que pode ser atribuído ao tamanho reduzido e à dispersão das nanofibras de celulose na matriz, que dificulta a formação de interfaces de dispersão de luz importantes. Esses resultados estão alinhados com trabalhos que indicam que a nanocelulose pode manter uma alta transparência dos filmes, especialmente quando usada em concentrações não tão altas (Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016).

Shankar e Rhim (2016) demonstraram que filmes de ágar com nanocelulose apresentaram melhor transparência e menor opacidade em comparação com filmes reforçados com outras cargas minerais, comportamento este oposto do que foi observado nos filmes com nanocelulose deste trabalho. Reddy e Rhim (2014) desenvolveram filmes de ágar com celulose nanocristalina e observaram que a adição de nanocelulose diminuiu progressivamente a transparência dos filmes com ágar, propriedade atribuída à opacidade aumentada por aglomerações ou regiões de maior densidade óptica.

Belay *et al.* (2017) relataram que a incorporação de 2 % (m/m) de RGO em filmes de ágar resultou em melhoria significativa na resistência mecânica e estabilidade térmica, mas também levou à diminuição da transparência, o que foi observado nos resultados deste estudo. Lemus *et al.* (2021) descreveram o impacto da concentração de OGR na opacidade e cor dos filmes, indicando que concentrações superiores a 2 % (m/m) resultam em aglomeração, aumento da opacidade e perda de transparência, comportamento semelhante ao notado nas formulações produzidas. A presença de grafeno ou OG também tem sido associada a uma melhoria das propriedades de barreira e resistência mecânica, mas sempre com o efeito colateral de aumento da opacidade e diminuição da transparência (Jiang *et al.*, 2023; Taji *et al.*, 2024), o que também foi observado neste estudo.

Os resultados confirmam que a escolha da nanocarga e sua concentração impactam de forma decisiva as propriedades ópticas dos filmes poliméricos. Enquanto a nanocelulose permite a manutenção da transparência com um aumento sutil de opacidade, o grafeno confere ao material maior opacidade, sendo mais adequado para aplicações em que a proteção à luz seja desejável. Além disso, o aumento da opacidade pode estar associado à formação de interfaces de dispersão de luz e à própria natureza óptica das nanocargas, destacando a importância do controle da dispersão e concentração para otimização das propriedades visuais dos filmes.

5.1.2.4 Grau de inchamento

Conforme a análise estatística, o tipo de carga (nanofibras de celulose e/ou nanoplaquetas de grafeno) teve efeito significativo sobre o grau de inchamento dos filmes. Em relação a concentração utilizada, apenas o grafeno apresentou diferença significativa. Na Tabela 5 constam os resultados do grau de inchamento dos filmes poliméricos em função das concentrações e do tipo de nanocarga utilizada.

Tabela 5. Resultados de grau de inchamento dos filmes poliméricos em função da nanocarga e da concentração utilizada (autora, 2024).

Concentração (% m/m)	Grau de inchamento (%)	
	NC	NG
Zero	279,20±20,59 ^{Aa}	279,20±20,59 ^{Ab}
0,5	245,70±16,57 ^{Ba}	302,85±7,12 ^{Ab}
2,0	238,99±3,29 ^{Aa}	248,37±7,00 ^{Ab}
4,0	277,86±6,16 ^{Ba}	537,27±63,28 ^{Aa}
Coeficiente de variação (%)		8,53

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (nanocarga) e minúscula em coluna (concentração) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Os resultados obtidos para o grau de inchamento dos filmes de ágar com diferentes concentrações de nanocelulose e grafeno indicam comportamentos distintos entre os dois tipos de aditivos, refletindo a complexa interação entre as cargas e a matriz polimérica. O grau de inchamento do ágar puro foi de aproximadamente 279,20 %, valor condizente com a literatura, que relata a alta hidrofiliabilidade do ágar em função da abundância de grupos hidroxila presentes na estrutura do polímero. Essa característica permite a formação de extensas redes de ligações de hidrogênio com moléculas de água, resultando em uma significativa absorção de água (Belay *et al.*, 2017; Chen *et al.*, 2017).

O grau de inchamento determina o teor de água que o material é capaz de absorver, mostrando a interação entre a amostra e o solvente. É um parâmetro importante na compreensão das propriedades físicas e químicas, como grau de hidratação e interações entre componentes. O inchamento ocorre devido à afinidade entre o polímero e o solvente (água). A água penetra pelo material e se escalona entre as cadeias poliméricas, afastando seus segmentos e promovendo a expansão do material (Roy *et al.*, 2021).

A falta de influência valores de grau de inchamento nos filmes com nanocelulose sugere compatibilidade entre a nanocelulose e o ágar. Essa compatibilidade está associada às características químicas semelhantes, já que tanto o ágar quanto a nanocelulose são polissacarídeos hidrofílicos e polares com abundantes grupos hidroxila, promovendo forte interação via ligações de hidrogênio (Shankar & Rhim, 2016). A atuação da nanocelulose como um reforço físico tende a aumentar a densidade da rede polimérica e restringir a mobilidade das cadeias de ágar, o que dificulta a penetração e retenção de água (Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016). A nanocelulose apresenta alta afinidade com a matriz por meio de ligações de hidrogênio, formando uma rede compacta e resistente à difusão de água (Siqueira *et al.*, 2010).

A propriedade de inchamento depende das características do polímero, como grau de cristalinidade, comprimento e distribuição das cadeias poliméricas, natureza química, quantidade e natureza de aditivos como cargas de reforço ou plastificantes. Devido à grande

área superficial da nanocelulose, um grande número de grupos hidroxila livres ficam disponíveis para interagir com a matriz polimérica e formar ligações de hidrogênio, resultando na melhoria nas propriedades do compósito. As interações entre o ágar e a nanocelulose podem bloquear as interações entre os componentes e a água, reduzindo o grau de inchamento (Wang *et al.*, 2017). No entanto, grandes quantidades de nanocarga podem reduzir a interação entre a nanocarga e a matriz polimérica devido à distribuição não uniforme no filme e, consequentemente, podem reduzir a resistência do filme (Shankar & Rhim, 2016).

Roy *et al.* (2021) desenvolveram filmes base de ágar com microcelulose e testaram a incorporação de 5 % (m/m) de celulose nanocristalina. Os autores observaram que o grau de inchamento dos filmes não foi afetado pela adição de nanocelulose, assim como observado no presente estudo. Já Roy e Rhim (2021) prepararam filmes à base de ágar e gelatina com incorporação de óleo essencial de cravo e celulose nanocristalina. A adição da nanocelulose reduziu o grau de inchamento do filme com o aumento da concentração, provavelmente devido ao aumento das interações intermoleculares entre todos os componentes, ao contrário do observado no presente estudo.

O grafeno aumentou o grau de inchamento significativamente na concentração de 4,0 % (m/m), evidenciando uma absorção de água quase duas vezes maior que a do ágar puro. Este aumento está em consonância com relatos da literatura que apontam que o grafeno tende a formar aglomerados devido a interações do tipo Van der Waals entre as folhas, o que gera defeitos estruturais e microcavidades, que permitem maior absorção de água (Belay *et al.*, 2017; Lemus *et al.*, 2021). A formação de poros e falhas interfaciais em altas concentrações de grafeno também foi visualizada em imagens de MEV em trabalhos semelhantes, evidenciando a perda de integridade estrutural do compósito (Araujo *et al.*, 2022).

O aumento da absorção de água gerado pelo grafeno em 4,0 % (m/m) pode ser devido à aglomeração das nanopartículas e à consequente formação de espaços vazios na matriz. Estudos com hidrogéis reforçados com grafeno relataram que, apesar da hidrofobicidade intrínseca do grafeno, a má dispersão e a formação de aglomerados aumentam a capacidade de absorção de água ao criar trajetórias alternativas para a penetração do solvente (Samadi *et al.*, 2018). A literatura também destaca que, em concentrações mais elevadas, as interações interfaciais entre grafeno e a matriz são comprometidas, o que reduz a eficácia das barreiras físicas criadas pelas nanopartículas (Lemus *et al.*, 2021).

Outro fator importante a ser considerado é a morfologia superficial dos filmes. Trabalhos mostraram que superfícies mais rugosas e porosas, associadas a altas concentrações de grafeno na formulação, favorecem o inchamento (Mokkapati *et al.*, 2018). A capacidade do

grafeno de formar redes interconectadas, quando mal disperso, cria canais que permitem a entrada de água, estando alinhado com o aumento expressivo do grau de inchamento observado em 4 % (m/m) de grafeno.

Belay *et al.* (2017) prepararam filmes à base de ágar com a incorporação de óxido de grafeno (OG) e óxido de grafeno reduzido (OGR). Os filmes de ágar puro apresentaram um alto grau de inchamento, retendo grande quantidade de água, enquanto os filmes com OG e OGR apresentaram menor inchamento, retendo menor quantidade de água. Em concentrações de 10 % (m/m) de OG, observou-se uma redução de 785 % para 196 % no grau de inchamento. Essa alteração significativa pode ser devido à formação de ligações de hidrogênio entre o óxido de grafeno e o ágar, que reduz a quantidade de grupos hidroxila (OH) livres na matriz polimérica para ligação com moléculas de água. Em concentrações de 2 % (m/m) de OGR, o grau de inchamento reduziu de 785 % para 476 %, e, em 10 %, não apresentou alterações significativas. O maior efeito observado com GO foi relacionado à sua maior quantidade de grupos oxigenados, que possibilitam mais interações com a matriz e promovem maior rigidez da estrutura superficial.

Belay (2023) desenvolveu filmes de ágar com incorporação de óxido de grafeno reduzido. O filme de ágar puro apresentou um grau de inchamento de 635 %. A adição de óxido de grafeno reduzido reduziu a absorção de água, atingindo menor valor (335 %) com 2 % (m/m) de carga. A redução do inchamento pode ser devido à formação de ligações de hidrogênio entre as hidroxilas (-OH) residuais do óxido de grafeno reduzido e da matriz de ágar. Com 10 % (m/m) de carga, o grau de inchamento aumentou devido à aglomeração de partículas, causando problemas nas ligações interfaciais e criando espaços vazios que podem acomodar mais água.

Comparando os aditivos, verificou-se que os filmes com adição de nanoplaquetas de grafeno apresentaram grau de inchamento significativamente maior que os filmes com adição de nanocelulose nas concentrações de 0,5 % e 4,0 % (m/m). A nanocelulose tem um efeito mais previsível e controlado sobre a propriedade de inchamento, enquanto o grafeno exibe um comportamento dependente da dispersão e da concentração. Este resultado reforça a importância de uma adequada dispersão e compatibilidade interfacial para a obtenção de propriedades físico-químicas desejáveis nos filmes bionanocompósitos (Lemus *et al.*, 2021; Samadi *et al.*, 2018).

Em termos práticos, os resultados indicam que baixas concentrações de grafeno ou nanocelulose podem ser benéficas, sem prejudicar o grau de inchamento dos filmes, o que é desejável em aplicações como embalagens biodegradáveis, revestimentos ou membranas, onde a estabilidade em meio úmido é crucial (Belay *et al.*, 2017; Shankar & Rhim, 2016).

Por outro lado, o aumento do grau de inchamento em concentrações mais altas de grafeno pode ser explorado em aplicações específicas como hidrogéis biomédicos, fraldas descartáveis, produtos absorventes e lentes de contato, onde a capacidade de absorver e reter grandes volumes de água é uma propriedade importante. No entanto, o excesso de inchamento pode enfraquecer o material, tornando-o menos resistente mecanicamente e podendo causar deformação ou perda de funcionalidade (Madera-Santana *et al.*, 2014).

5.1.2.5 Ângulo de contato

A Tabela 6 apresenta os resultados médios do ângulo de contato com água (líquido polar) dos filmes poliméricos com nanocelulose e com grafeno no tempo inicial e após 30 s. Conforme a análise estatística, o tipo de carga (nanofibras de celulose e/ou nanoplaquetas de grafeno) e a concentração utilizada apresentaram diferenças significativas.

Tabela 6. Resultados do ângulo de contato com a água dos filmes poliméricos em função da nanocarga e da concentração utilizada, imediatamente e após 30 s de exposição (autora, 2025).

Concentração (m/m)	Ângulo de contato (°)			
	NC (inicial)	NC (30 s)	NG (inicial)	NG (30 s)
Zero	54,08±8,13 ^{Aa}	51,77±5,02 ^{Aa}	54,08±8,13 ^{Aab}	51,77±5,02 ^{Aab}
0,5	51,17±6,30 ^{Aa}	46,31±4,97 ^{Aa}	45,68±5,57 ^{Ab}	43,04±6,19 ^{Ab}
2,0	48,61±6,33 ^{Aab}	41,95±8,44 ^{Aab}	51,61±4,26 ^{Ab}	46,48±1,44 ^{Ab}
4,0	41,84±1,47 ^{Bb}	36,53±1,51 ^{Bb}	64,34±4,35 ^{Aa}	55,95±11,15 ^{Aa}
Coeficiente de variação (%)	12,43			

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (nanocarga) e minúscula em coluna (concentração) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

O Quadro 3 mostra as imagens das gotas de água ao serem depositadas sobre a superfície dos filmes durante a análise do ângulo de contato com água.

Quadro 3. Imagens das gotas de água depositadas sobre os filmes na análise do ângulo de contato. AG: ágar puro; AG-NC05: ágar + 0,5 % nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % grafeno (autora, 2025).

Filme	Gota de água no tempo inicial		Gota de água após 30 s	
AG				
AG-NC05				
AG-NC2				
AG-NC4				
AG-NG05				
AG-NG2				
AG-NG4				

O ângulo de contato determina a hidrofiliicidade ou hidrofobicidade de uma superfície. Uma superfície hidrofílica apresenta ângulo de contato menor que 90° , enquanto uma superfície hidrofóbica apresenta ângulo de contato maior que 90° . Foi verificado que todos os filmes apresentaram característica hidrofílica. Esse resultado é devido à natureza hidrofílica da matriz polimérica de ágar (Shankar & Rhim, 2016).

Os filmes com grafeno apresentaram, no geral, valores de ângulo de contato superiores aos dos filmes de ágar puro e dos filmes com nanocelulose, com exceção da concentração de 0,5 % (m/m). Isso comprova que esses filmes são mais hidrofóbicos do que os contendo nanocelulose, indicando que o grafeno aumenta a hidrofobicidade da matriz de ágar, o que

garante maior resistência à molhabilidade. O grafeno é de natureza hidrofóbica e apolar e possui uma estrutura bidimensional que reduz a energia superficial e limita a penetração de água, repelindo o composto polar. Já o ágar e a nanocelulose são hidrofílicos, possuindo afinidade com a água (Belay *et al.*, 2017)

Para a nanocelulose, observou-se um decréscimo progressivo do ângulo de contato com o aumento da concentração. Esse resultado é coerente com a natureza hidrofílica da nanocelulose, rica em grupos OH capazes de formar ligações de hidrogênio com moléculas de água, aumentando a molhabilidade da superfície. O caráter altamente polar da nanocelulose, resultante da abundância de grupos hidroxila, favorece a adsorção de moléculas de água na superfície do filme (Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016).

Resultados semelhantes foram encontrados por Reddy e Rhim (2014), que também verificou que o aumento da concentração de nanocelulose em filmes de ágar reduziu a hidrofobicidade, relacionando o efeito à alta dispersão das nanopartículas e ao aumento da energia superficial livre, além do fato da nanocelulose ser mais hidrofílica que o polímero base. Eles confirmam que a celulose nanoestruturada aumenta a hidrofilicidade da matriz devido à formação de uma rede interconectada de fibrilas que retém água por capilaridade.

No entanto, resultados opostos foram relatados por Shankar e Rhim (2016), que observaram que filmes de ágar com nanocelulose cristalina em até 5 % (m/m) apresentaram ângulos de contato superiores aos de ágar puro, embora mantiveram o caráter hidrofílico. O aumento do ângulo de contato com o aumento da concentração de nanocarga adicionada foi explicado pela dispersão e forte interação com a matriz, que reduziu a presença de grupos hidroxilas livres. Roy *et al.* (2021) e Roy e Rhim (2021) também observaram um aumento no ângulo de contato de filmes de ágar com adição de celulose nanocristalina, mas os filmes se mantiveram hidrofílicos.

Nos filmes contendo grafeno, a tendência observada foi que o ângulo de contato aumentou apenas na concentração de 4 % (m/m). Esse resultado reforça o papel do grafeno na redução da molhabilidade, promovendo maior hidrofobicidade à superfície do filme em elevadas concentrações. Esse comportamento evidencia o caráter hidrofóbico do grafeno, cuja estrutura constituída por folhas conjugadas de carbono sp^2 atua como uma barreira física à difusão de água e reduz a densidade de grupos polares disponíveis para interação (Jiang *et al.*, 2023; Kandhol *et al.*, 2024).

Estudos anteriores relataram comportamento semelhante. Belay *et al.* (2017) observaram que a incorporação de 2 % de OG e OGR em filmes de ágar elevou o ângulo de contato, atribuindo o aumento à interação entre as nanocargas e o ágar, que limitaram a

disponibilidade de grupos funcionais livres, reduzindo a molhabilidade. Já com adição de 10 % m/m das cargas, os valores do ângulo de contato diminuíram. A diminuição do ângulo de contato em concentrações maiores pode ser associada à aglomeração das partículas de reforço, criando espaços vazios que podem absorver água. Comparando as duas cargas, os autores observaram que os filmes com OG apresentaram maior ângulo de contato do que os filmes com OGR, devido à presença de mais grupos hidroxila (OH), que poderiam formar ligações de hidrogênio em maiores quantidades. Lemus *et al.* (2021) também relataram que o grafeno reduz a afinidade do ágar pela água, em razão da formação de uma superfície menos polar e mais rugosa, o que resulta em ângulos de contato mais elevados e em menor absorção de água.

Além disso, o aumento da hidrofobicidade observado nos compósitos contendo grafeno está de acordo com as reduções na absorção de água e na razão de inchaço reportadas por Belay *et al.* (2017) e Lemus *et al.* (2021), reforçando a correlação direta entre ângulo de contato elevado e menor permeabilidade à água. A interação entre o grafeno e as cadeias do ágar limita a disponibilidade de grupos polares livres na superfície, promovendo uma interface menos molhável e mais estável em meio aquoso.

A morfologia da superfície também exerce papel determinante na molhabilidade. Para superfícies hidrofílicas, quanto maior a rugosidade, menor é o ângulo de contato, pois o líquido encontra resistência ao espalhamento (Shankar & Rhim, 2016). A presença de folhas de grafeno esfoliadas e bem dispersas cria uma topografia rugosa, com microdomínios que aprisionam bolhas de ar, fenômeno que contribui para o aumento do ângulo de contato. Por outro lado, a aglomeração do grafeno em concentrações muito elevadas pode produzir defeitos superficiais e cavidades que favorecem a penetração da gota, reduzindo a hidrofobicidade. Esse comportamento explica a tendência de aumento com 4 % (m/m) de grafeno observada neste estudo, mas sugere que concentrações superiores poderiam gerar o efeito inverso devido à perda de uniformidade da dispersão (Belay *et al.*, 2017).

Foi observado que o ângulo de contato diminuiu com o tempo para todos os materiais, devido ao espalhamento da água na superfície dos filmes. O resultado observado evidencia que o comportamento de molhabilidade, além de ser intrínseco à natureza química dos componentes, também é influenciado pela cinética inicial de absorção da gota de água. Isso ocorre devido à natureza polar das moléculas de água, que combina com a polaridade da matriz polimérica de ágar. Esse decréscimo do ângulo de contato sugere a absorção progressiva da gota de água pela superfície hidrofílica do polímero. Esse comportamento é característico de superfícies contendo grupos polares e hidroxila, comuns em biopolímeros como o ágar, cuja matriz é altamente hidrofílica. O fenômeno pode ser explicado pela penetração capilar da água

nos domínios hidrofílicos da rede polimérica, que ocorre de forma mais acentuada em amostras com menor teor de cargas apolares (Shankar & Rhim, 2016).

Quanto ao ângulo de contato com líquido apolar, di-iodometano, a concentração de nanocarga adicionada não apresentou efeito significativo nos resultados, mas o tipo de carga (nanofibras de celulose e/ou nanoplaquetas de grafeno) apresentou. O resultado médio para os filmes com grafeno foi de $43,15 \pm 1,90^\circ$ e o resultado médio para os filmes com nanocelulose foi de $39,53 \pm 2,45^\circ$ (com coeficiente de variação de 8,37 %). A influência ocorre, pois, o di-iodometano, sendo uma substância apolar, possui maior afinidade com a superfície apolar do grafeno do que com a superfície polar da nanocelulose.

Os dados demonstram que a incorporação de grafeno e nanocelulose pode modular a interação dos filmes de ágar com a água, desde que mantida uma concentração ideal e a dispersão das nanocargas. A presença de grupos funcionais, o grau de organização e a interface matriz-reforço são fatores determinantes para o controle da hidrofiliidade e das propriedades de barreira à umidade. De modo geral, os resultados corroboram com os achados da literatura, demonstrando que a incorporação de nanocargas com características apolares como o grafeno é uma estratégia eficaz para a modificação superficial e aumento da resistência à água de filmes à base de biopolímeros, enquanto cargas hidrofílicas, como a nanocelulose, são mais adequadas quando se busca maior compatibilidade com meios aquosos ou maior capacidade de absorção.

5.1.2.6 Energia superficial

Os resultados de energia superficial podem ser observados na Tabela 7. Conforme a análise estatística, o tipo de carga (nanofibras de celulose e/ou nanoplaquetas de grafeno) e a concentração utilizada não tiveram efeito sobre a energia superficial dos filmes. Isto indica que a adição das nanocargas e suas concentrações não alteraram de forma significativa a energia superficial dos filmes de ágar, o que está associado ao grau de hidrofiliidade observado.

Tabela 7. Resultados de energia superficial dos filmes poliméricos em função da nanocarga e da concentração utilizada (autora, 2024).

Concentração (% m/m)	Energia superficial ($\text{mN} \cdot \text{m}^{-1}$)	
	NC	NG
Zero	$44,03 \pm 4,10^{Aa}$	$44,03 \pm 4,10^{Aa}$
0,5	$41,80 \pm 4,67^{Aa}$	$43,52 \pm 7,32^{Aa}$
2,0	$47,29 \pm 2,41^{Aa}$	$41,82 \pm 2,83^{Aa}$
4,0	$45,18 \pm 6,32^{Aa}$	$39,39 \pm 3,16^{Aa}$
Coeficiente de variação (%)	10,71	

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (nanocarga) e minúscula em coluna (concentração) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

A energia superficial dos filmes poliméricos desempenha um importante papel na determinação de suas propriedades de molhabilidade, adesão e interação com diferentes substâncias, especialmente em aplicações de embalagens e biomateriais. No presente estudo, os resultados demonstraram que a incorporação das nanocargas nas concentrações avaliadas não promoveu alterações estatisticamente significativas na energia superficial dos filmes de ágar, cujos valores permaneceram na faixa de 39,39 – 47,29 mN·m⁻¹.

A manutenção da energia superficial, mesmo com a adição das nanocargas, sugere que a presença de nanocelulose ou grafeno não alterou significativamente as características hidrofílicas predominantes da matriz de ágar. Este comportamento pode ser atribuído, em parte, à forte predominância dos grupos hidroxila presentes nas cadeias poliméricas do ágar, os quais conferem ao material sua natureza intrinsecamente hidrofílica. As interações de hidrogênio entre esses grupos e as moléculas de água continuam predominando, mesmo com a incorporação de nanomateriais (Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016).

Este resultado é consistente com os achados de Shankar e Rhim (2016), que observaram que a adição de nanocelulose à matriz de ágar, apesar de impactar propriedades mecânicas e de barreira, não promoveu uma mudança substancial no comportamento de molhabilidade e, consequentemente, na energia superficial do filme. A nanocelulose, sendo igualmente rica em grupos hidroxila, mantém ou até reforça a natureza polar do sistema, não induzindo, portanto, uma modificação significativa na energia interfacial.

De forma semelhante, a incorporação de grafeno nas concentrações estudadas não reduziu de forma significativa a energia superficial dos filmes. Embora o grafeno e seus derivados, como o grafeno reduzido (OGR) e o óxido de grafeno (OG), sejam materiais conhecidos por suas propriedades hidrofóbicas intrínsecas quando no estado reduzido (Neog *et al.*, 2017), diversos estudos apontam que a dispersão heterogênea e a presença de grupos funcionais oxigenados remanescentes podem manter ou até aumentar a hidrofiliabilidade da matriz (Belay *et al.*, 2017; Kandhol *et al.*, 2024).

Belay *et al.* (2017) demonstraram que, em concentrações baixas de grafeno (2 % m/m), o ângulo de contato com a água em filmes de ágar aumentou levemente, indicando uma modesta elevação da hidrofobicidade. No entanto, em concentrações mais altas (10 % m/m), o efeito foi revertido devido à aglomeração do grafeno, que criou microespaços e aumentou a absorção de água. Este comportamento reforça a complexidade da interação entre o grafeno e a matriz de biopolímero, sendo altamente dependente da concentração, do tipo de funcionalização e da homogeneidade da dispersão do nanomaterial. No presente estudo, a ausência de variação estatística na energia superficial, mesmo na concentração de 4,0 % (m/m) de grafeno, pode

indicar que a quantidade de carga não foi suficiente para alterar o caráter superficial dominante conferido pelo ágar, ou que o grafeno não se dispersou de maneira suficientemente homogênea para impactar a energia superficial da formulação.

Adicionalmente, Lemus *et al.* (2021) relataram que, em filmes de ágar com OGR, a adição de até 2,0 % (m/m) de nanocarga promoveu uma melhora em propriedades mecânicas e de barreira, mas os efeitos sobre as propriedades de superfície, incluindo energia superficial e ângulo de contato, foram mínimos ou inconsistentes. Este fato foi atribuído à tendência das nanoplaquetas de grafeno de se manterem parcialmente aglomeradas ou não totalmente reduzidas, preservando características hidrofílicas que neutralizam possíveis ganhos em hidrofobicidade.

Outro aspecto importante a ser considerado é que a energia superficial dos filmes de biopolímeros é altamente sensível à topografia superficial e à presença de defeitos. Trabalhos como o de Jiang *et al.* (2023) mostraram que a incorporação de grafeno pode criar superfícies rugosas ou onduladas, o que influencia o ângulo de contato de forma mais pronunciada do que os valores de energia superficial calculados a partir de tensões interfaciais. O presente estudo reforça a ideia de que as nanocargas não promoveram modificações substanciais na morfologia de superfície que pudessem impactar a energia superficial global.

Em relação à nanocelulose, Shankar e Rhim (2016) e Siqueira *et al.* (2010) observaram que a adição de nanocelulose a matrizes poliméricas de ágar ou PVA resultou em pequenas variações nos ângulos de contato e na molhabilidade, sendo estas variações geralmente relacionadas à formação de redes mais densas e compactas, que restringem a difusão de água, mas sem alterar significativamente a energia superficial. Esse comportamento se assemelha aos resultados obtidos neste estudo, nos quais a presença da nanocelulose não modificou de forma consistente os valores de energia superficial.

De forma geral, pode-se concluir que, apesar de as nanocargas serem eficazes na modulação das propriedades mecânicas, térmicas e de barreira, sua atuação sobre a energia superficial dos filmes de ágar foi insignificante nas concentrações avaliadas. Esse resultado reforça a predominância das características hidrofílicas do ágar e sugere que modificações mais significativas na energia superficial exigiriam o uso de concentrações mais elevadas de nanocargas, modificação química das superfícies das nanocargas (funcionalização hidrofóbica) ou a combinação com outros aditivos compatibilizantes. Assim, os dados obtidos são coerentes com estudos prévios que relatam a dificuldade de se alterar substancialmente a energia superficial de matrizes hidrofílicas baseadas em polissacarídeos por meio da simples adição

física de cargas, sem modificação química controlada e com dispersão limitada (Belay *et al.*, 2017; Lemus *et al.*, 2021; Shankar & Rhim, 2016).

5.1.2.7 Solubilidade em água

O tipo de carga teve efeito sobre a solubilidade em água dos filmes apenas na concentração de 0,5 % (m/m). Em relação à concentração utilizada, apenas o grafeno apresentou diferenças significativas. Na Tabela 8 constam os resultados da solubilidade em água dos filmes poliméricos em função das concentrações e do tipo de nanocarga utilizadas.

Tabela 8. Resultados de solubilidade em água dos filmes poliméricos em função da nanocarga e da concentração utilizada (autora, 2024).

Concentração (% m/m)	Solubilidade em água (%)	
	NC	NG
Zero	23,93±0,57 ^{Aa}	23,93±0,57 ^{Aa}
0,5	23,48±0,20 ^{Aa}	20,99±0,56 ^{Bc}
2,0	23,11±0,12 ^{Aa}	22,53±0,74 ^{Ab}
4,0	22,78±1,03 ^{Aa}	23,67±0,27 ^{Aab}
Coeficiente de variação (%)	2,52	

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (nanocarga) e minúscula em coluna (concentração) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

A incorporação de nanofibras de celulose não alterou de forma significativa a solubilidade em água dos filmes poliméricos de ágar. Os resultados obtidos mostram que a nanocelulose tem potencial de ser incorporada em filmes biopoliméricos de ágar sem prejudicar uma propriedade física importante. A nanocelulose, quando dispersa adequadamente na matriz polimérica do filme, pode melhorar as propriedades mecânicas, térmicas e de barreira (Reddy & Rhim, 2014). Considerando que a nanocelulose aprimora várias propriedades de um filme, o fato de essa nanocarga não afetar a solubilidade em água é uma vantagem, pois mantém uma característica positiva do material.

A solubilidade de um polímero está diretamente relacionada a suas características e estrutura química e molecular. Tanto o ágar quanto a nanocelulose são materiais hidrofílicos e polares, interagindo com a água através de ligações de hidrogênio, o que lhes confere alta afinidade com o solvente e elevada solubilidade no mesmo. A interação entre o ágar e a nanocelulose também ocorre principalmente por ligações de hidrogênio, sendo que a dispersão da carga de reforço na matriz polimérica é favorecida pela semelhança de suas propriedades. Essas interações podem reduzir as ligações entre os componentes do filme e a água, contribuindo para a diminuição da interação e, conseqüentemente, da solubilidade. Outro fator

que pode explicar o comportamento da NC é a sua capacidade de formar uma estrutura mais compacta e integrada com a matriz de ágar, porém sem gerar efeitos significativos sobre a molhabilidade superficial. No entanto, a incorporação de nanocelulose também pode ocasionar um aumento da permeabilidade ao vapor d'água e na solubilidade em água devido à natureza hidrofílica das moléculas (Wang *et al.*, 2017). No presente estudo, os filmes mantiveram as suas propriedades de solubilidade inalteradas, independentemente da concentração adicionada dessa nanocarga.

A ausência de impacto significativo na solubilidade em todas as concentrações de nanocelulose pode estar relacionada ao seu caráter hidrofílico, que é mantido mesmo após modificação estrutural, como observado por Shankar e Rhim (2016). Embora a adição de NC possa aumentar a resistência mecânica dos filmes, ela também tende a manter ou até aumentar a afinidade com a água, dado seu alto conteúdo de grupos hidroxila expostos (Siqueira *et al.*, 2010). Reddy e Rhim (2014) também relataram que filmes compósitos com NC podem apresentar apenas reduções modestas na solubilidade em água, sendo mais eficazes como barreiras à difusão de vapor de água do que à solubilidade à água.

A presença de NC em concentrações moderadas (até 15 %) em filmes de ágar e carboximetilcelulose resultou em baixa absorção de umidade e baixa solubilidade em água, permanecendo abaixo de 40 %, o que é crucial para a longevidade de uma embalagem, por exemplo. A hidrofiliabilidade inerente da NC, no entanto, pode levar a um aumento nas propriedades de barreira e na solubilidade se incorporado em altas concentrações, devido à formação de caminhos preferenciais para a água ou saturação da matriz (Pourghasemi-Soufiani & Amidi-Fazli, 2025; Trang *et al.*, 2025). Reddy e Rhim (2014) desenvolveram filmes à base de ágar com incorporação de nanocristais de celulose. A solubilidade em água do filme base foi de 28,6 %, e a redução do parâmetro não foi significativo, assim como no presente estudo. Com concentrações de nanocelulose até 3 % (m/m), a solubilidade reduziu com o aumento da concentração, chegando a 25,7 %, e, com 5 % (m/m), apresentou uma redução, atingindo 27,7 %. Roy *et al.* (2021) desenvolveram filmes à base de ágar com microcelulose e testaram a incorporação de 5 % m/m de celulose nanocristalina. A solubilidade em água do filme sem aditivo foi de 78,4 %, devido à alta hidrofiliabilidade dos componentes. Com a adição de nanocelulose, a solubilidade em água reduziu significativamente, ao contrário do observado no presente estudo.

Roy e Rhim (2021) prepararam filmes à base de ágar e gelatina com incorporação de óleo essencial de cravo e celulose nanocristalina. A solubilidade em água do filme base gelatina/ágar foi de 51,2 %, indicando que o filme é altamente solúvel em água, devido à

hidrofilicidade dos componentes. A adição das cargas de reforço melhorou significativamente as propriedades de resistência à água, reduzindo a solubilidade dos filmes com o aumento da concentração adicionada, chegando a 41,3 %. Shankar e Rhim (2016) relataram que o valor de solubilidade em água reduziu de 28,6 % de um filme de ágar puro para 25,7 % com 3 % de nanocelulose, enquanto em concentrações superiores sofreu um aumento. Isso foi relacionado ao equilíbrio entre barreira interfacial e porosidade gerada por agregados de NC.

A redução significativa da solubilidade com 0,5 % e 2,0 % (m/m) de grafeno pode ser atribuída à interação intermolecular entre as folhas de grafeno e os grupos hidroxila do ágar, que promove a formação de ligações hidrofóbicas e uma estrutura de rede mais compacta e menos permeável à água (Kandhol *et al.*, 2024; Samadi *et al.*, 2018). Além disso, a adição de grafeno em baixas concentrações é capaz de aumentar a hidrofobicidade superficial dos filmes (Belay *et al.*, 2017). Portanto, é plausível que tenha havido um efeito similar de aumento da hidrofobicidade suficiente para diminuir a solubilidade em água do material.

Contudo, nota-se que em concentrações maiores (4 % m/m), a solubilidade dos filmes com grafeno volta a se aproximar do valor do ágar puro, sugerindo um efeito de saturação ou aglomeração das nanoplaquetas na matriz polimérica. De fato, diversos estudos (Belay *et al.*, 2017; Lemus *et al.*, 2021) apontam que, em concentrações mais elevadas, o grafeno tende a se aglomerar, criando microestruturas porosas, que promovem a retenção ou a penetração de água, o que pode neutralizar os efeitos de hidrofobicidade observados em baixas concentrações. O aumento da solubilidade nessa concentração mais elevada pode também ser atribuído à redução na dispersão do grafeno, em que a má distribuição da nanocarga pode levar à criação de espaços vazios interfaciais e baixa compatibilidade com a matriz. Esses espaços facilitam a difusão de água e o aumento da solubilidade do filme (Lemus *et al.*, 2021).

A solubilidade em água de um material polimérico refere-se à capacidade desse polímero de se dissolver completamente na água, e ocorre devido à interação entre os componentes. É um fenômeno físico, onde o soluto é dissolvido pelo solvente. Uma elevada solubilidade de um material pode indicar que este se deteriora facilmente quando em contato com um determinado fluido. Por isso, uma solubilidade excessiva compromete a integridade do biomaterial, tornando-o mais frágil. Uma solubilidade mais baixa indica uma melhor resistência ao solvente, no caso, água. Para diversas aplicações, é desejável que o biopolímero apresente uma baixa solubilidade para minimizar a interação entre o material e fontes externas (Roy *et al.*, 2021).

5.1.3 Análise química por Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

A espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) foi empregada para identificar os grupos funcionais presentes e avaliar as interações intermoleculares entre os componentes dos filmes biopoliméricos à base de ágar com nanocelulose e grafeno. A Figura 34 mostra os espectros de FTIR obtidos a partir da análise dos filmes poliméricos, com e sem incorporação das nanocargas. A Tabela 9 relaciona as bandas encontradas em cada espectro e a Tabela 10 mostra os grupos funcionais correspondentes às bandas mais acentuadas.

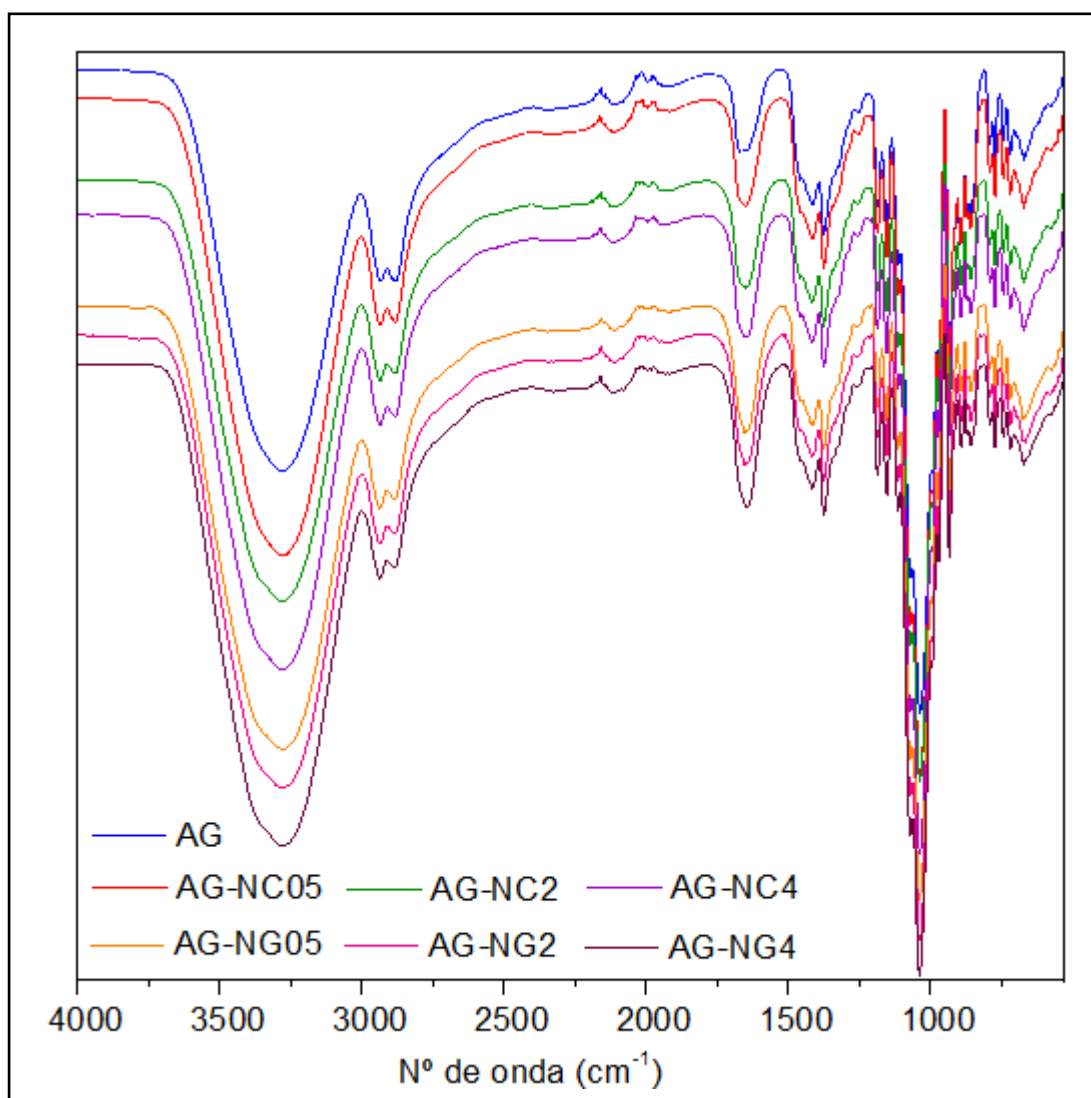


Figura 34. Comparação dos espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes. AG: ágar puro; AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2025).

Tabela 9. Bandas (cm^{-1}) encontradas nos espectros dos filmes poliméricos (autora, 2025).

Filme	AG	AG-NC05	AG-NC2	AG-NC4	AG-NG05	AG-NG2	AG-NG4
Banda (cm^{-1})	3272	3272	3273	3274	3272	3275	3272
	2934	2935	2935	2935	2936	2935	2935
	1668	1646	1646	1646	1651	1651	1642
	-	-	1415	1416	1412	1412	1415
	1372	1373	1373	1373	1373	1373	1373
	1183	1184	1184	1183	1183	1183	1183
	1150	1151	1151	1151	1151	1151	1151
	1034	1034	1035	1055	1035	1035	1036
	-	-	968	968	968	968	968
	930	930	931	931	931	931	931
	891	891	890	890	890	889	889
	856	855	856	856	855	855	855
	771	771	771	771	771	771	770
	-	740	740	740	740	740	740
	-	-	-	716	-	-	-
	667	667	667	667	671	663	666

Tabela 5. Grupos funcionais correspondentes às bandas mais acentuadas dos espectros de FITR (Chen *et al.*, 2017; Jiang *et al.*, 2023; Kandhol *et al.*, 2024; Lemus *et al.*, 2021; Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016).

Banda (cm^{-1})	Grupo funcional
3600–3000	Estiramento O–H
2940–2850	Estiramento C–H
1670–1630	Vibrações C=C ou H–O–H
1200–1000	Vibrações C=O ou C–O–C

O espectro de FTIR da amostra de ágar puro apresentou as bandas características dos polissacarídeos, com destaque para a banda larga entre $3600 - 3000 \text{ cm}^{-1}$, atribuída à vibração de estiramento dos grupos hidroxila (O–H), indicando a presença de redes de ligações de hidrogênio inerente ao ágar (Jiang *et al.*, 2023; Shankar & Rhim, 2016). Essa banda de O–H, observada em todas as amostras, é também referente ao ágar, e apresentou alterações em sua intensidade com a incorporação de nanocelulose e grafeno. A adição de nanocelulose resultou em um aumento gradual da intensidade dessa banda, sugerindo maior densidade de grupos hidroxila livres ou formação de novas ligações de hidrogênio entre o ágar e a nanocelulose (Shankar & Rhim, 2016). Isso é consistente com a literatura, que aponta que a nanocelulose apresenta alta densidade de grupos hidroxila, promovendo interações com a matriz polimérica (Siqueira *et al.*, 2010).

As bandas na região entre $2940 - 2850 \text{ cm}^{-1}$ são atribuídos às vibrações de estiramento dos grupos C–H referentes aos grupos metil (CH_3) e metileno (CH_2). Nos filmes com as

nanocargas, observa-se uma discreta intensificação desses picos em comparação ao ágar puro, o que sugere uma reorganização da estrutura da matriz polimérica e possível interação física entre os aditivos e as cadeias de ágar (Chen *et al.*, 2017).

A banda presente na região entre $1670 - 1630\text{ cm}^{-1}$ é normalmente atribuído à vibração de estiramento de ligações C=C, no caso de grafeno, e ao estiramento da água adsorvida (H–O–H). A adição de grafeno promove um leve deslocamento e intensificação dessa banda, sugerindo interações π - π entre as folhas de grafeno e os grupos da matriz polimérica, como também relatado por Lemus *et al.* (2021) e Kandhol *et al.* (2024).

Na região entre $1200 - 1000\text{ cm}^{-1}$ ocorrem vibrações de estiramento de ligações éter (C–O–C), típicas da estrutura do ágar (grupo 3,6-anhidrogactose), além de estiramentos C–O de grupos alcoólicos. Os espectros das amostras com nanocelulose apresentaram aumento na intensidade dessas bandas, sugerindo que a introdução de NC promoveu maior organização da matriz polimérica e reforço das interações entre hidroxilas (Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016). No caso das amostras com grafeno, houve uma leve redução na intensidade dessas bandas, o que pode indicar um certo grau de mascaramento das ligações C–O do ágar devido à cobertura superficial das folhas de grafeno ou competição com interações π - π (Kandhol *et al.*, 2024).

A presença das bandas típicas do ágar, em especial em torno de 3350 cm^{-1} (O–H), 2930 cm^{-1} (C–H), 1640 cm^{-1} (C=C) e $1200 - 1000\text{ cm}^{-1}$ (C–O–C), foi confirmada em todos os filmes, com variações na intensidade e posição das bandas em função do tipo e concentração dos nanomateriais incorporados. Estudos anteriores, como os de Chen *et al.* (2017), Kandhol *et al.* (2024) e Lemus *et al.* (2021), também observaram esse comportamento, atribuindo-o à interação física (e não química) dos aditivos com a matriz polimérica por meio de ligações de hidrogênio e adsorção superficial.

A nanocelulose, ao interagir com o ágar, reforça as bandas de hidroxila e contribui para a estabilidade estrutural e aumento de cristalinidade, como evidenciado pelo aumento das bandas entre $890 - 1040\text{ cm}^{-1}$, característicos dos domínios amorfos e ligações glicosídicas (Shankar & Rhim, 2016). Reddy e Rhim (2014) também identificaram interações entre CNC e ágar por FTIR, com intensificação de bandas de O–H e C–O e pequenas mudanças de frequência, sugerindo compatibilidade estrutural. Em concentrações elevadas, contudo, tais interações diminuíram, refletindo o efeito negativo da aglomeração sobre a interação matriz-carga. Shankar e Rhim (2016) observaram que a adição de celulose nanocristalina ao ágar levou ao aumento da intensidade das bandas associadas à celulose (C–O–C e O–H), reforçando a interação física entre os componentes. No entanto, a adição de celulose microcristalina (CMC)

mostrou interações mais fracas, com menor afinidade com a matriz. Essa diferença está ligada à cristalinidade da CMC e à sua menor área superficial em relação à NC.

Já o grafeno estabelece interações com o ágar por meio de empacotamento superficial, promovendo alterações nas bandas de C=C e O–H, conforme descrito por Jiang *et al.* (2023) e Kandhol *et al.* (2024).

A análise de FTIR dos filmes desenvolvidos confirma a presença dos constituintes principais e revela interações significativas entre o ágar e os nanomateriais adicionados. As leves alterações nos espectros de FTIR, especialmente nas bandas de O–H, C=C e C–O–C, indicam a formação de redes estruturais mais estáveis por meio de ligações de hidrogênio e interações físico-químicas entre a matriz e os aditivos. Essas interações são suficientes para melhorar e/ou manter as propriedades e a funcionalidade dos filmes, desde que a dispersão das cargas e a compatibilidade interfacial sejam bem controladas.

5.1.4 Propriedades mecânicas

Em relação às propriedades mecânicas, o tipo de carga (nanofibras de celulose e/ou nanoplaquetas de grafeno) teve efeito sobre a resistência à tração, o alongamento na ruptura e o módulo de elasticidade dos filmes. Já a concentração de nanocarga apresentou influência apenas na resistência à tração e no módulo de elasticidade. A Tabela 11 apresenta os resultados da resistência à tração, alongamento na ruptura e módulo de elasticidade dos filmes poliméricos.

Tabela 6. Resultados das propriedades mecânicas dos filmes poliméricos (autora, 2024).

Concentração (% m/m)	Resistência à tração (MPa)		Alongamento na ruptura (%)		Módulo de elasticidade (MPa)	
	NC	NG	NC	NG	NC	NG
Zero	13,95 ±1,16 ^{Aa}	13,95 ±1,16 ^{Aa}	37,29 ±7,45 ^{Aa}	37,29 ±7,45 ^{Aa}	125,39 ±20,76 ^{Aa}	125,39 ±20,76 ^{Aa}
0,5	11,77 ±1,39 ^{Ab}	9,97 ±0,58 ^{Bb}	39,99 ±9,74 ^{Aa}	34,07 ±3,65 ^{Aa}	101,31 ±11,23 ^{Aab}	94,66 ±5,82 ^{Ab}
2,0	9,99 ±0,53 ^{Ac}	10,59 ±1,12 ^{Ab}	37,05 ±3,11 ^{Aa}	31,48 ±2,32 ^{Ba}	85,64 ±8,38 ^{Bb}	111,97 ±18,11 ^{Aab}
4,0	11,4 2±1,09 ^{Abc}	10,12 ±0,75 ^{Ab}	36,55 ±3,08 ^{Aa}	27,50 ±4,37 ^{Ba}	105,04 ±14,26 ^{Aab}	112,01 ±17,71 ^{Aab}
Coeficiente de variação (%)	8,86		16,31		14,45	

Para cada propriedade, médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (nanocarga) e minúscula em coluna (concentração) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Os dados da Tabela 11 mostram que o filme sem adição de nanocargas apresentou a maior resistência à tração entre todas as formulações. Com a adição de nanocelulose, houve uma redução significativa da resistência, atingindo o menor valor com 2 % (m/m) de NC. O grafeno também reduziu significativamente, apresentando o menor valor na concentração de 0,5 % (m/m). O filme AG-NC2 reduziu de 13,95 para 9,99 MPa (28%), enquanto o filme AG-NG05 reduziu para 9,97 MPa (29%). Comparando as nanocargas, os filmes com nanocelulose e grafeno diferiram estatisticamente apenas na concentração de 0,5 % (m/m), sendo a resistência à tração do filme com NC maior que a do filme com grafeno.

O comportamento observado contrasta com a maioria dos estudos relatados na literatura, que destacam um aumento da resistência à tração com a adição moderada de nanocargas. No entanto, estudos mostraram que o glicerol, frequentemente usado como plastificante, pode reduzir a resistência à tração (Fransisca *et al.*, 2024). Em um estudo, a resistência à tração dos filmes de ágar contendo NC (mas sem glicerol) foi significativamente superior à do filme contendo plastificante (em até 40 % m/m) (Pourghasemi-Soufiani & Amidi-Fazli, 2025).

No caso da nanocelulose, Shankar e Rhim (2016) relataram que a resistência à tração aumentou com a adição de até 3 % (m/m) de NC, mas diminuía com concentrações mais altas, devido à formação de agregados que comprometem a uniformidade do filme e a distribuição de tensões. Já Belay *et al.* (2017), por exemplo, observaram que a incorporação de 2 % (m/m) de óxido de grafeno reduzido aumentou em 55 % a resistência à tração do ágar puro, atribuindo tal melhora à alta razão de aspecto das nanoplaquetas de grafeno, dispersão homogênea e fortes interações interfaciais com a matriz polimérica. Em contrapartida, em concentrações mais altas, como 5 % ou 10 % (m/m), houve diminuição da resistência, explicada pela aglomeração das nanopartículas, o que compromete a integridade estrutural do compósito. Estudos com compósitos de ágar com nanocelulose observaram que resistência à tração máxima foi alcançada com 6 % (m/m) de nanopartículas (19,25 MPa), embora o alongamento tenha diminuído, indicando maior fragilidade do material (Dungani *et al.*, 2021).

A ausência de aumento significativo da resistência com grafeno pode indicar que a dispersão das nanoplaquetas não foi suficientemente eficiente ou que as interações de hidrogênio entre o ágar e o grafeno foram fracas ou insuficientemente distribuídas, o que está de acordo com os achados de Kandhol *et al.* (2024), que sugerem que a eficácia das interações depende fortemente do grau de esfoliação e da funcionalização superficial do grafeno e seus derivados.

Para a nanocelulose, o esperado seria um aumento na resistência à tração devido à forte interação interfacial entre o ágar e a nanocelulose via ligações de hidrogênio. No entanto, o efeito contrário pode ter relação com a forma de agregação e aglomeração das nanocargas na matriz de ágar, como observado nas imagens de microscopia óptica. Certas quantidades de nanocarga podem reduzir a interação entre a nanocarga e a matriz polimérica devido à distribuição não uniforme no filme e, conseqüentemente, podem reduzir a resistência mecânica do filme (Shankar & Rhim, 2016).

Em compósitos de ágar e carboximetilcelulose, o uso de NC como agente de reforço resultou em uma melhora na resistência à tração (TS), alcançando um máximo de 31,09 MPa (Pourghasemi-Soufiani & Amidi-Fazli, 2025). Este reforço é atribuído à nanoescala da celulose, que, após hidrólise, tem seu tamanho de partícula reduzido, aumentando sua solubilidade e reforçando a matriz (He *et al.*, 2023). Shankar e Rhim (2016) desenvolveram filmes de ágar e de ágar com celulose nanocristalina. A resistência à tração do filme de ágar era de 46,7 MPa. O resultado aumentou com o aumento da concentração de até 3 % (m/m) de nanocelulose, atingindo 52,8 MPa. Para concentrações maiores, a resistência à tração diminuiu com o aumento da concentração, devido à tendência à má distribuição e aglomeração. Roy *et al.* (2021) desenvolveram filmes à base de ágar com microcelulose e testaram a incorporação de 5 % (m/m) de celulose nanocristalina. A resistência à tração do filme base foi de 44,9 MPa, aumentando para 57,5 MPa com a adição de nanocelulose. A melhora nas propriedades mecânicas do filme foi atribuída à forte interação entre a nanocarga e a matriz. Os nanocristais de celulose apresentam muitos grupos hidroxila (OH) e carboxila (COOH), ajudando a formar ligações de hidrogênio.

Roy e Rhim (2021) prepararam filmes à base de ágar e gelatina com a incorporação de óleo essencial de cravo e celulose nanocristalina. A adição das cargas de reforço melhorou as propriedades mecânicas. O filme base gelatina/ágar mostrou uma resistência à tração de 69,1 MPa. A resistência à tração aumentou para 77,6 MPa quando uma baixa concentração (1 % m/m) de carga de reforço foi adicionada. No entanto, para concentrações superiores, diminuiu com o aumento da concentração.

Reddy e Rhim (2014) desenvolveram filmes à base de ágar com incorporação de nanocristais de celulose. As propriedades mecânicas foram melhoradas significativamente com a adição da nanocarga, especialmente em concentrações menores que 5 % (m/m), devido à forte interação entre os nanocristais homogeneamente dispersos e a matriz polimérica. A resistência à tração do filme de ágar era de 33,3 MPa, aumentando com o aumento da concentração de nanocarga até 3 % (m/m) e atingindo 41,3 MPa, devido à interação interfacial entre os

nanocristais e a matriz polimérica através de ligações de hidrogênio. Com concentrações maiores, apesar de apresentar valores maiores que o filme base, houve uma redução em comparação com 3 % (m/m) de nanocarga, possivelmente devido à formação de aglomerados de nanocelulose. Grandes quantidades de celulose nanocristalina podem reduzir a interação entre os nanocristais e a matriz polimérica devido à distribuição não uniforme no filme, consequentemente, reduzindo a resistência do filme. Os resultados sugerem que existe uma concentração ideal de carga de reforço para induzir a resistência máxima de filmes compósitos.

Belay *et al.* (2017) prepararam filmes à base de ágar com incorporação de óxido de grafeno (OG) e óxido de grafeno reduzido (OGR). Os filmes de ágar puro eram quebradiços, e a adição de derivados do grafeno melhorou as propriedades mecânicas dos filmes. Isso foi devido à dispersão homogênea das folhas de grafeno dentro da matriz polimérica e suas interações interfaciais favoráveis. Foi observado um aumento na resistência à tração em concentrações até 2 % (m/m) de ambas as cargas, seguido por uma diminuição contínua com cargas mais elevadas. O valor inicial era de 38,31 MPa, e chegou a atingir 64,93 MPa com OGR e 83,60 MPa com OG. A redução com maiores concentrações de carga pode ser devido à má distribuição e aglomeração das partículas. Comparando as duas cargas, foi observado que o OG forneceu uma melhora mais elevada do que o OGR na resistência à tração, devido à presença de mais grupos funcionais, que podem proporcionar melhor interação entre o reforço e a matriz.

Belay (2023) desenvolveu filmes de ágar com incorporação de óxido de grafeno reduzido. A resistência à tração inicial era de 35 MPa, e aumentou com o aumento da concentração de carga adicionada até 2 % (m/m), seguido por uma redução em relação à carga anterior. Com 2 % (m/m) de carga de reforço, a resistência à tração atingiu 54,6 MPa, devido a uma dispersão homogênea de grafeno na matriz de ágar e forte interação entre a carga e a matriz. A posterior redução da resistência à tração pode ser atribuída à redução da dispersão do grafeno.

Lemus *et al.* (2021) desenvolveram filmes de ágar com incorporação de óxido de grafeno reduzido e mel. Em relação às propriedades mecânicas, foi possível perceber melhoras devido à forte interação entre os componentes. O filme de ágar puro apresentou uma resistência à tração de 14,35 MPa. A adição de óxido de grafeno reduzido na matriz de ágar mostrou um aumento nos valores para concentração de 1 % (m/m), atingindo 80,48 MPa, seguido de uma diminuição para concentrações de 2 % e 4 % (m/m). Essa redução em concentrações maiores em comparação com a concentração de 1 % (m/m) pode ser atribuída à aglomeração e baixa dispersão do óxido de grafeno reduzido no ágar.

A discrepância entre os dados deste trabalho e os estudos anteriores pode ser justificada por diferenças no método de dispersão das nanocargas, morfologia das

nanopartículas ou a presença de interações fracas entre a matriz de ágar e as nanocargas utilizadas.

A partir da análise dos dados da Tabela 11, observa-se que a adição de nanocargas não promoveu alterações estatisticamente significativas no alongamento na ruptura dos filmes contendo nanocelulose e grafeno. Comparando as nanocargas, apenas as concentrações de 2 % e 4 % (m/m) apresentaram diferença, sendo que os filmes com nanocelulose apresentaram alongamento na ruptura maior do que os filmes com grafeno.

Na literatura, resultados similares foram observados por Lemus *et al.* (2021), que relataram diminuição na flexibilidade dos filmes de ágar com a incorporação crescente de óxido de grafeno reduzido, especialmente acima de 2 % (m/m), atribuindo essa tendência ao efeito antiplastificante e à mobilidade restrita das cadeias poliméricas promovida pela presença de nanopartículas rígidas. Por outro lado, Samadi *et al.* (2018) demonstraram que, em hidrogéis de ágar/PVA/grafeno, a adição de 1 % (m/m) de grafeno aumentou significativamente a deformação até cerca de 500 %, devido à rede tripla fisicamente reticulada, com dissipação eficiente de energia durante a deformação.

Portanto, os dados indicam que a estrutura do compósito e a compatibilidade entre as fases são fundamentais para melhorar não apenas a resistência, mas também a ductilidade do sistema. A simples adição de nanocarga, sem um bom controle da dispersão e interação interfacial, pode, inclusive, comprometer as propriedades desejadas.

O alongamento na ruptura médio dos filmes com incorporação de nanoplaquetas de grafeno foi significativamente menor que o mesmo parâmetro dos filmes com incorporação de nanofibras de celulose. Isso ocorre, pois, a interação entre o grafeno e o ágar ocorre de maneira em que exista vácuo no material, favorecendo a ruptura. Em contrapartida, a nanocelulose, por interagir por meio de ligações de hidrogênio, apresenta melhor resistência à ruptura.

Shankar e Rhim (2016) desenvolveram filmes de ágar e de ágar com celulose nanocristalina. O alongamento na ruptura também não sofreu alterações significativas com a adição de nanocelulose, independente da concentração. Roy *et al.* (2021) desenvolveram filmes à base de ágar com microcelulose e testaram a incorporação de 5 % (m/m) de celulose nanocristalina. O alongamento na ruptura foi reduzido de 16 % para 10 % (m/m) com a adição de nanocelulose. Roy e Rhim (2021) prepararam filmes à base de ágar e gelatina com incorporação de óleo essencial de cravo e celulose nanocristalina. O alongamento na ruptura do filme base gelatina/ágar foi de 8,6 %, aumentando com o aumento da concentração de carga adicionada e chegando até 11,6 %. Reddy e Rhim (2014) desenvolveram filmes à base de ágar com incorporação de nanocristais de celulose. O alongamento na ruptura variou dependendo da

concentração de nanocelulose. O filme base apresentou um resultado de 32,9 %, aumentando com o aumento da concentração de até 3 % (m/m) e atingindo 36,2 %. Já com concentrações mais elevadas, diminuiu com o aumento da concentração.

Belay *et al.* (2017) prepararam filmes à base de ágar com incorporação de óxido de grafeno (OG) e óxido de grafeno reduzido (OGR). O módulo de elasticidade do filme de ágar foi de 14,37 %. Com a adição de óxido de grafeno, aumentou para 16,37 % com 1 % (m/m) e diminuiu com concentrações acima de 2 % (m/m). Com a adição de óxido de grafeno reduzido, aumentou para 15,95 % com 2 % (m/m) e diminuiu com concentração de 1 % (m/m) e acima de 5 % (m/m). Belay (2023) desenvolveu filmes de ágar com incorporação de óxido de grafeno reduzido. O alongamento na ruptura inicial era de 12,3 %. Com 1 % e 5 % (m/m), os valores diminuíram. Já com adição de 2 % (m/m), houve um aumento para 13 %.

A rigidez dos filmes, expressa pelo módulo de elasticidade (Tabela 14), foi maior no filme controle e reduziu com o aumento da concentração de nanocelulose, atingindo o valor mínimo com 2 % (m/m) de NC. Para o grafeno, também foi observado uma redução com a adição da nanocarga, atingindo o valor mínimo com 0,5 % (m/m) de grafeno. Comparando as nanocargas, a diferença estatística entre o módulo de elasticidade dos filmes foi observada apenas com adição de 2 % (m/m) de nanocarga, em que a nanocelulose apresentou um valor maior.

Esse comportamento se alinha com achados da literatura que relatam que, em concentrações ideais, o grafeno atua como um agente de reforço eficiente, aumentando a rigidez dos filmes devido à alta área superficial específica e ao módulo de elasticidade intrínseco elevado. No entanto, quando a concentração ultrapassa o limiar de dispersão eficiente, como apontado por Belay *et al.* (2017), ocorre empilhamento de folhas, o que reduz o efeito de reforço e pode tornar o filme mais frágil.

Para a nanocelulose, a redução no módulo de elasticidade com concentrações crescentes está em consonância com os achados de Shankar e Rhim (2016) e Reddy e Rhim (2014), que observaram que em altos teores, a formação de aglomerados de nanocelulose resulta em má distribuição e acarreta uma menor rigidez do filme.

Shankar e Rhim (2016) desenvolveram filmes de ágar e de ágar com celulose nanocristalina. O módulo de elasticidade aumentou com o aumento da concentração de até 3 % (m/m) de NC. Para concentrações maiores, os valores diminuíram com o aumento da concentração. Roy *et al.* (2021) desenvolveram filmes à base de ágar com microcelulose e testaram a incorporação de 5 % (m/m) de celulose nanocristalina. O módulo de elasticidade do filme base foi de 1600 MPa e aumentou para 2600 MPa com a adição de nanocelulose. Roy e

Rhim (2021) prepararam filmes à base de ágar e gelatina com incorporação de óleo essencial de cravo e celulose nanocristalina. O módulo de elasticidade aumentou com a carga de reforço, sendo de 2400 MPa para o filme base e atingindo 6200 MPa com 1 % (m/m) de carga adicionada, e, para concentrações superiores, diminuiu com o aumento da concentração. Reddy e Rhim (2014) desenvolveram filmes à base de ágar com incorporação de nanocristais de celulose. O módulo de elasticidade dos filmes aumentou com o aumento da concentração de nanocelulose, indo de 770 MPa até 1110 MPa.

Os resultados sugerem que o tipo de carga afeta de forma significativa as propriedades mecânicas. A nanocelulose tende a comprometer a rigidez e resistência com o aumento da concentração, enquanto o grafeno apresenta potencial de reforço mais evidente no módulo de elasticidade, mas prejudica a flexibilidade. A concentração de nanocargas influencia de forma não linear as propriedades. A literatura indica a existência de uma concentração ótima (geralmente entre 1 – 3 % m/m), que maximiza resistência e rigidez sem comprometer a ductilidade, o que não foi plenamente observado neste estudo. Isso ocorreu, possivelmente, devido à dispersão inadequada ou aglomeração das cargas. O sucesso do reforço depende da formação de ligações de hidrogênio eficazes, da morfologia do material disperso e da compatibilidade entre as fases, como evidenciado pelos dados de FTIR e MEV.

5.1.5 Propriedades térmicas

5.1.5.1 Análise termogravimétrica (TGA)

A Figura 35 mostra o gráfico da massa (%) em função da temperatura (°C) com os dados obtidos por meio da análise termogravimétrica.

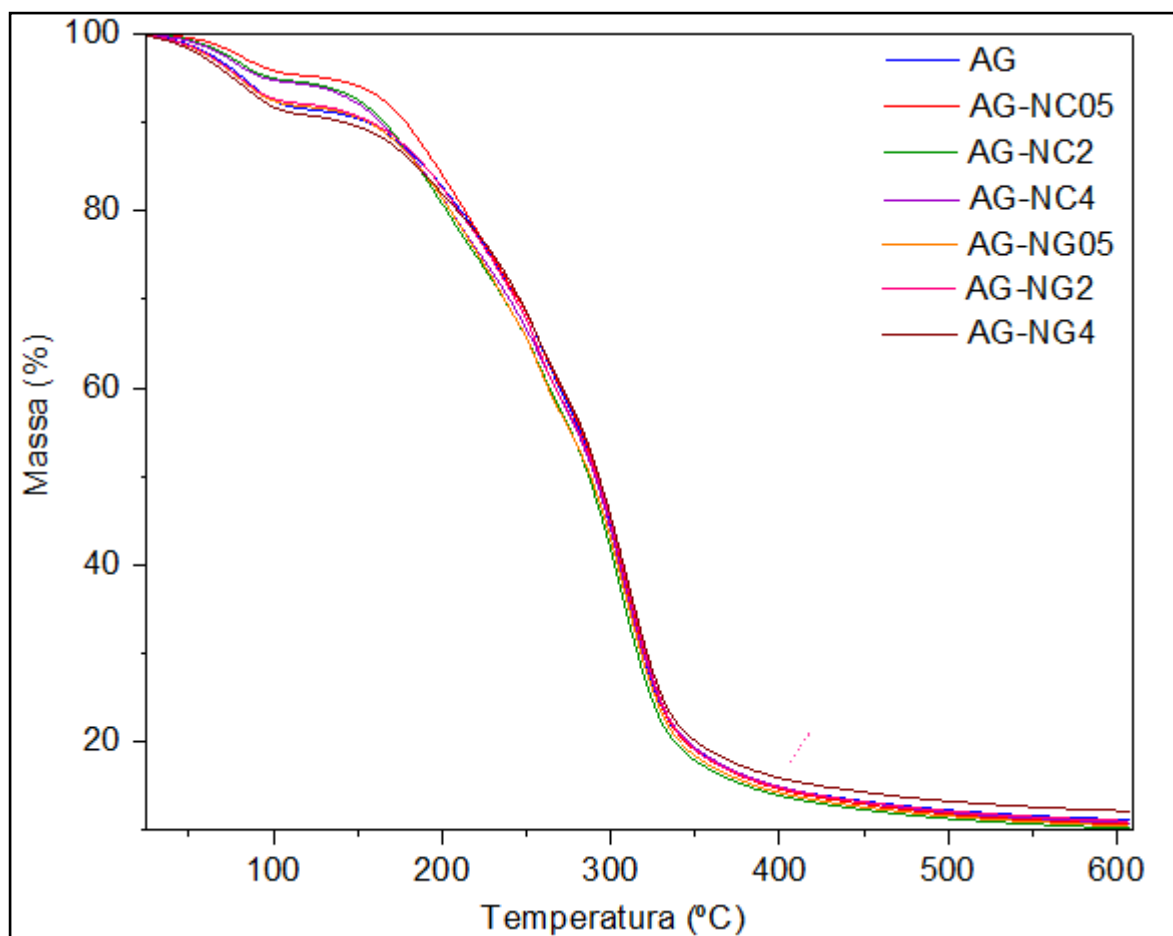


Figura 35. Curva TGA dos filmes poliméricos. AG: ágar puro; AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2025).

Na curva do TGA é possível observar o perfil de degradação térmica dos materiais analisados. Todos os filmes apresentaram três regiões principais de perda de massa. A primeira etapa, aproximadamente entre 30 – 150 °C, corresponde à perda de massa associada à evaporação da água livre e adsorvida, característica comum de materiais poliméricos hidrofílicos como o ágar. Os filmes com nanocargas incorporadas apresentaram uma perda de massa menor do que o filme de ágar puro, com exceção do filme com 4 % (m/m) de grafeno, possivelmente relacionado à natureza higroscópica das nanofibras (Shankar & Rhim, 2016).

O segundo estágio, entre aproximadamente 200 – 350 °C, representa a principal etapa de degradação térmica, relacionada à decomposição dos polissacarídeos presentes na matriz de ágar. Observou-se que a presença de nanocelulose e nanoplaquetas de grafeno promoveu um ligeiro deslocamento desta faixa para temperaturas superiores, sugerindo um aumento da estabilidade térmica dos compósitos em comparação ao filme de ágar puro. Este comportamento pode ser atribuído à interação entre os grupos funcionais dos aditivos e as

cadeias poliméricas do ágar, restringindo a mobilidade molecular e retardando o processo de degradação (Shankar & Rhim, 2016). O efeito é mais evidente nas amostras com maiores concentrações, especialmente em 4 % (m/m).

O terceiro estágio, acima de 400 °C, está relacionado à carbonização dos resíduos e à degradação de frações mais estáveis termicamente. A massa residual ao final do processo (acima de 500 °C) foi maior no filme com 4 % (m/m) de grafeno, sugerindo a presença de frações mais resistentes à degradação, como o próprio grafeno, atuando como barreira térmica. (Siqueira *et al.*, 2010). As temperaturas dos picos de cada filme em quantidades de massa (%) determinadas são apresentados na Tabela 12, bem como os valores do resíduo final das amostras em 600 °C.

Tabela 7. Temperaturas correspondentes às massas de cada filme e resíduo final (autora, 2025).

Filme	T (°C) 80 % massa	T (°C) 60 % massa	T (°C) 40 % massa	T (°C) 20 % massa	Resíduo (%) 600 °C
AG	210,97	268,61	304,72	343,32	11,11
AG-NC05	212,52	270,13	306,26	343,45	10,63
AG-NC2	201,95	262,50	301,65	337,44	10,16
AG-NC4	204,97	266,98	304,69	343,46	10,79
AG-NG05	204,95	262,48	303,26	340,48	10,43
AG-NG2	209,52	266,99	306,12	343,53	10,99
AG-NG4	208,05	270,03	307,64	349,52	12,11

Araujo (2022) apresentou dados térmicos de compósitos de ágar e óxido de grafeno. As curvas de TGA mostraram perda de massa significativa até 300 °C e perda contínua até 800 °C. O resíduo final correspondeu ao conteúdo de óxido de grafeno, que permaneceu estável acima de 800 °C. Lemus *et al.* (2021) realizaram TGA de óxido de grafeno e óxido de grafeno reduzido. A amostra de óxido de grafeno apresentou múltiplas perdas de massa: remoção de umidade (51 – 153 °C), degradação de grupos oxigenados (205 °C) e carbonilados (558 °C). A amostra de óxido de grafeno reduzido mostrou três etapas principais: liberação de umidade (51 – 163 °C), degradação de grupos carbonila (242 °C) e decomposição da rede de carbono (598 °C). O comportamento térmico dos filmes compósitos variou conforme a formulação, sendo que a formulação com 1 % (m/m) de reforço manteve estabilidade térmica superior, possivelmente devido à boa dispersão do óxido de grafeno reduzido e suas interações com a matriz polimérica.

A contribuição da nanocelulose foi destacada por Shankar e Rhim (2016), que mostraram que filmes com 3 % m/m de NC apresentaram duas etapas distintas de degradação térmica: uma inicial (220 – 240 °C), relacionada a regiões amorfas, e outra principal (300 –

370 °C), devido à decomposição da celulose. A presença de NC aumentou a estabilidade térmica em comparação à celulose microcristalina, cuja degradação ocorreu em etapa única e menos estável. Isso foi atribuído ao melhor grau de interação da NC com a matriz, favorecendo uma estrutura mais coesa. Resultados semelhantes foram obtidos por Reddy e Rhim (2014), onde a presença de celulose nanocristalina em até 5 % (m/m) proporcionou ganho de estabilidade térmica, mas concentrações maiores levaram à redução dessa propriedade, possivelmente por causa de aglomeração e à presença de grupos sulfato, que reduzem a resistência térmica.

A Figura 36 mostra a primeira derivada da curva termogravimétrica (DTG), que permite a identificação de forma mais precisa dos picos de degradação.

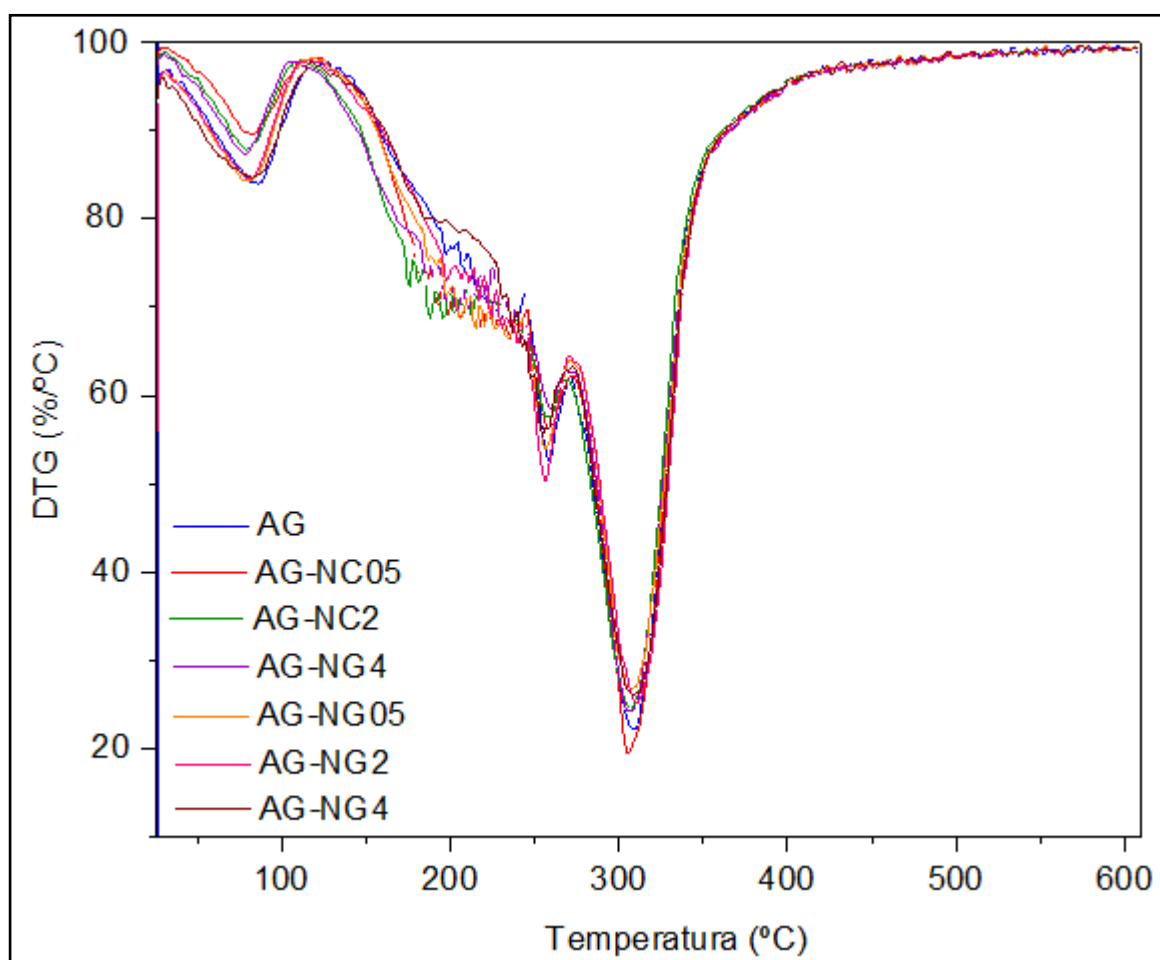


Figura 36. Curva DTG dos filmes poliméricos. AG: ágar puro; AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2025).

É possível observar que todos os filmes exibiram um pico principal de degradação em torno de 300 °C, associado à degradação térmica do ágar. Os filmes com nanocelulose e

grafeno, em sua maioria, apresentaram deslocamentos sutis nos valores de temperaturas dos picos para temperaturas levemente mais altas, evidenciando sua característica de reforço térmico. Isso pode ser atribuído à interação entre a matriz polimérica e os nanomateriais, que reduzem a mobilidade térmica das cadeias (Shankar & Rhim, 2016).

A incorporação de nanocelulose e nanoplaquetas de grafeno promoveu, de maneira geral, maior resistência térmica à matriz de ágar. Este comportamento pode ser atribuído ao mecanismo de barreira física, visto que os nanomateriais funcionam como escudos térmicos, dificultando a difusão de calor e de produtos voláteis gerados pela decomposição (Siqueira *et al.*, 2010). Além disso, as interações intermoleculares que ocorrem entre os componentes dos filmes poliméricos, como as ligações de hidrogênio ou interações π - π entre os aditivos e as cadeias de ágar, podem restringir o movimento molecular, elevando o ponto de degradação (Lemus *et al.*, 2021).

No estudo de Belay *et al.* (2017), observou-se que a adição de 2 % e 5 % (m/m) de óxido de grafeno reduzido em filmes de ágar reduziu a perda de massa, sugerindo melhora na estabilidade térmica devido à ligação de hidrogênio entre o aditivo e a matriz. Entretanto, essa melhora foi limitada, já que a ausência de ligações covalentes entre os componentes e a baixa concentração de carga não restringiram adequadamente a mobilidade da cadeia polimérica.

Os resultados térmicos confirmam que tanto a nanocelulose quanto o grafeno podem atuar aumentando a estabilidade térmica do filme, sendo o efeito mais pronunciado nas amostras com maiores concentrações de nanoplaquetas de grafeno. Esses aditivos aumentaram a temperatura de degradação máxima, o que é vantajoso para aplicações que demandam resistência térmica ampliada. As vantagens da adição de nanocargas dependem de interações eficazes entre matriz e reforço, da natureza da carga e da uniformidade da dispersão.

5.1.5.2 Calorimetria diferencial de varredura (DSC)

A Figura 37 apresenta o termograma obtido a partir dos resultados da análise de DSC.

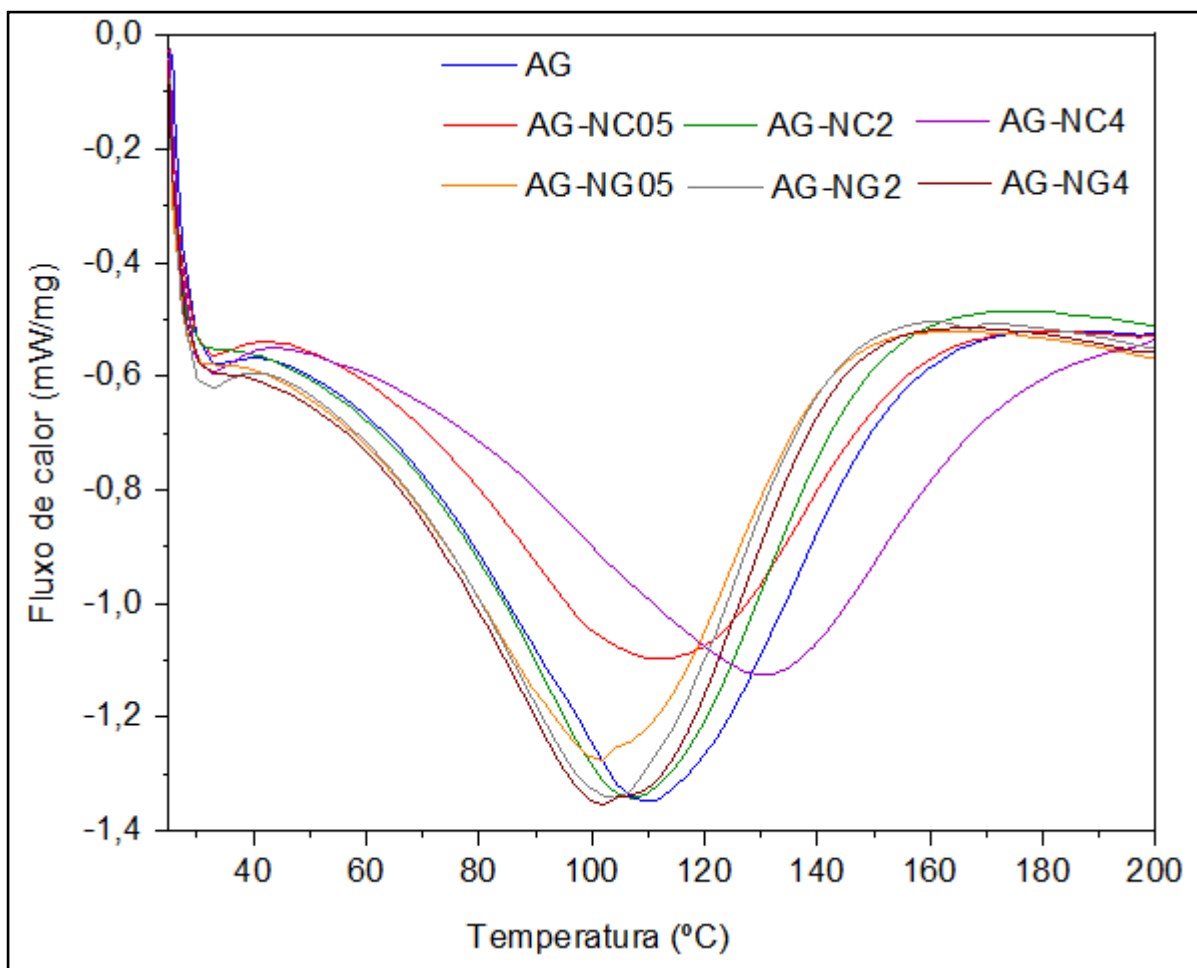


Figura 37. Termograma dos filmes poliméricos. AG: ágar puro; AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2025).

A curva mostra que a região de interesse está entre 60 – 170 °C, onde ocorrem os principais eventos térmicos. A intensidade dos picos encontrados está relacionada com a quantidade de calor envolvido no processo. Todos os materiais mostraram um pico endotérmico entre 100 – 140 °C, faixa compatível com processos de fusão do ágar e/ou liberação de água fortemente ligada à matriz polimérica. Essa observação é coerente com diversos estudos prévios com filmes de ágar que identificaram o evento térmico nessa faixa atribuído à liberação de água por evaporação (Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016).

A adição de nanocelulose promoveu deslocamento dos picos endotérmicos para temperaturas mais elevadas, especialmente nas concentrações de 4 % (m/m). Esse fenômeno é resultado da restrição da mobilidade das cadeias poliméricas imposta pelos reforços estruturais (Belay *et al.*, 2017; Shankar & Rhim, 2016). Portanto, a nanocelulose aumenta a estabilidade térmica da matriz polimérica de ágar.

Nos filmes com nanocelulose, além do aumento da temperatura de transição, foi observada uma ampliação da área dos picos endotérmicos. Essa característica indica maior entalpia associada à transição, sugerindo que há um maior número de interações intermoleculares a serem rompidas, o que gera maior rigidez e organização estrutural do sistema polimérico. Isso está de acordo com a literatura, que relata que a nanocelulose pode formar ligações de hidrogênio intensas com a matriz de ágar, promovendo maior rigidez e organização estrutural. A maior temperatura e maior área dos picos nos filmes com reforço indicam maior grau de estruturação da matriz e maior quantidade de energia necessária para romper interações intermoleculares. Os resultados seguem o efeito de reforço térmico promovido pelos aditivos (Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016).

Já nos filmes com grafeno houve deslocamento dos picos endotérmicos para temperaturas mais baixas. Esse caso é atribuído a dois fatores principais: sua alta condutividade térmica e seu efeito de barreira física, que dificulta a difusão de calor e a mobilidade das cadeias poliméricas (Jiang *et al.*, 2023; Samadi *et al.*, 2018). Estudos anteriores já observaram que o óxido de grafeno reduzido melhora a estabilidade térmica de filmes de ágar, tendo um desempenho melhor que o óxido de grafeno (Belay, 2023; Belay *et al.*, 2017; Lemus *et al.*, 2021).

Na Tabela 13 estão relacionadas as temperaturas do principal evento térmico observado nos filmes, a fusão (T_m). Nela constam as temperaturas de início (T_{onset}) e fim (T_{endset}) do evento endotérmico. Não foi possível identificar a temperatura de transição vítrea (T_g) no termograma, o que pode ser atribuído a alguns fatores. Essa temperatura pode estar abaixo da temperatura medida de 20 °C, não tendo sido observada na análise. Interações internas também podem mascarar a T_g , pois em biopolímeros como o ágar a presença de água ligada ou a presença de aditivos que limitam a mobilidade molecular pode suprimir esse evento térmico. A presença de plastificantes também pode contribuir para a redução da temperatura ou até a eliminação do efeito de transição vítrea (Menczel & Prime, 2009).

Tabela 8. Temperaturas obtidas a partir dos gráficos de DSC (autora, 2025).

Filme	T_m (°C)	T_{onset} (°C)	T_{endset} (°C)
AG	109	61	141
AG-NC05	112	75	146
AG-NC2	107	72	140
AG-NC4	132	74	165
AG-NG05	102	60	136
AG-NG2	104	63	135
AG-NG4	102	61	141

Os dados das temperaturas confirmam as interpretações. O filme com 4 % (m/m) de nanocelulose apresentou a maior temperatura de fusão (132 °C) e uma grande amplitude térmica (74 – 165 °C), sinalizando o maior grau de estabilidade térmica entre todos os sistemas analisados. A alta amplitude da transição térmica também pode ser reflexo da heterogeneidade introduzida pela alta concentração de reforço, o que é compatível com relatos de que o excesso de nanocelulose pode gerar aglomerações que afetam a distribuição térmica (Shankar & Rhim, 2016). Por outro lado, os filmes com 0,5 % e 4 % (m/m) de grafeno apresentaram a temperatura de fusão mais baixa (102 °C), mas com uma temperatura final do evento elevada, o que pode estar relacionado à ação de barreira térmica proporcionada pelas camadas de grafeno, como relatado por Belay *et al.* (2017).

Estudos como o de Kandhol *et al.* (2024) apontam que o reforço com óxido de grafeno reduzido eleva a T_g e T_m dos compósitos devido ao aumento das interações interfaciais e à redução da mobilidade das cadeias de ágar, o oposto do que foi observado no presente estudo com nanoplaquetas de grafeno. Embora a T_g não tenha sido identificada nos resultados de DSC, isso é comum em sistemas altamente hidratados ou quando o evento de transição vítrea está mascarado por processos simultâneos de desidratação, conforme observado por vários autores (Chen *et al.*, 2017; Kandhol *et al.*, 2024).

Além disso, a adição de grafeno ou nanocelulose altera o comportamento térmico não apenas pela natureza química dos aditivos, mas também pela sua morfologia. A alta razão de aspecto da nanocelulose e a estrutura lamelar do grafeno favorecem a formação de redes físicas tridimensionais ou interações com a matriz de ágar, promovendo maior compactação e coesão do sistema (Reddy & Rhim, 2014; Samadi *et al.*, 2018). O aumento na estabilidade térmica observado é, portanto, multifatorial, envolvendo a combinação de interações físicas (como ligações de hidrogênio), restrição de mobilidade e alterações na morfologia da matriz polimérica devido à interação com as cargas adicionadas.

Os dados de DSC demonstram os efeitos benéficos da adição de nanocelulose e grafeno na estabilidade térmica de filmes de ágar. A nanocelulose mostrou-se particularmente eficiente na elevação da temperatura e amplitude do pico de fusão, sugerindo maior rigidez estrutural e coesão, enquanto o grafeno demonstrou ação como barreira térmica e reforço estrutural com efeitos mais sutis sobre as temperaturas, mas ainda evidentes em área de pico. Esses resultados estão em conformidade com diversos estudos que destacam o potencial desses aditivos para a engenharia de materiais com propriedades térmicas superiores (Belay, 2017; Kandhol, 2024; Shankar & Rhim, 2016).

5.1.6 Permeabilidade ao vapor de água

A Tabela 14 mostra o comportamento da permeabilidade ao vapor de água dos filmes poliméricos com e sem adição de cargas de reforço.

Tabela 9. Resultados de permeabilidade ao vapor de água dos filmes (autora, 2025).

Concentração (% m/m)	Permeabilidade ao vapor de água ($\text{mg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\mu\text{m}^{-1}$)	
	NC	NG
Zero	$0,16\pm0,01$ ^{Aa}	$0,16\pm0,01$ ^{Aa}
0,5	$0,36\pm0,29$ ^{Aa}	$0,15\pm0,01$ ^{Aa}
2,0	$0,71\pm0,72$ ^{Aa}	$0,11\pm0,01$ ^{Aa}
4,0	$0,24\pm0,18$ ^{Aa}	$0,29\pm0,27$ ^{Aa}
Coeficiente de variação (%)		108,48

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (nanocarga) e minúscula em coluna (concentração) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Os resultados obtidos indicam que, estatisticamente, nem o tipo de nanocarga utilizada (nanocelulose ou grafeno) nem a concentração testada exerceram efeito significativo sobre a permeabilidade ao vapor de água (WVP) dos filmes. Embora diferenças numéricas sejam observadas, como o aumento da WVP para a formulação com 2 % (m/m) de nanocelulose e a redução para o filme com 2 % (m/m) de grafeno, a elevada variabilidade indica que essas variações não foram consistentes. Os elevados valores de desvio padrão obtidos no experimento podem ser explicados pelo fato de que a técnica analítica é sucessível a variação por ser um método básico e adaptado.

Esse comportamento pode estar relacionado à dispersão não homogênea das cargas e à predominância da natureza hidrofílica do ágar na difusão do vapor de água, o que dificulta a manifestação clara do efeito de barreira em baixas concentrações das cargas. Tal comportamento confirma as observações de Araujo *et al.* (2022), em que filmes com CNC mantiveram baixa permeabilidade ao vapor d'água, mesmo em concentrações elevadas, embora com redução de resistência mecânica.

Roy *et al.* (2021) testaram a WVP de filmes de ágar e observaram que a adição de nanocelulose também promoveu pouca alteração no parâmetro, assim como no presente estudo. Em outros estudos prévios, a adição de nanopartículas como nanocelulose (Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016) e óxido de grafeno ou óxido de grafeno reduzido (Belay *et al.*, 2017; Lemus *et al.*, 2021), tem sido associada à diminuição da WVP do ágar devido ao aumento do caminho tortuoso para a difusão das moléculas de vapor, dificultando sua passagem pela matriz polimérica. No caso da nanocelulose, a barreira é atribuída à forte interação por ligações

de hidrogênio com a matriz, formando uma rede densa e impermeável, que dificulta a passagem do vapor de água, especialmente quando bem dispersa em concentrações moderadas (Reddy & Rhim, 2014). Reddy e Rhim (2014) obtiveram uma redução de 25 % na WVP com 3 % (m/m) de nanocelulose, por exemplo, e obtiveram um aumento em concentrações superiores. Para cargas de grafeno, o mecanismo é semelhante: as nanoplaquetas atuam como barreiras físicas à difusão, além de induzirem certa hidrofobicidade superficial, como evidenciado pelo aumento do ângulo de contato em concentrações otimizadas (Belay *et al.*, 2017).

Estudos mostraram que o glicerol, usado como plastificante, pode aumentar a sensibilidade à água (Fransisca *et al.*, 2024). Contudo, a combinação de ágar e celulose microcristalina, juntamente com a otimização da concentração de glicerol e NC, possibilitou o desenvolvimento de filmes com permeabilidade ao vapor de água reduzida em comparação com o filme base. A incorporação de NC pode atuar inibindo o efeito plastificante do glicerol, levando a uma maior estabilidade superficial e menor absorção de umidade (Pourghasemi-Soufiani & Amidi-Fazli, 2025).

Entretanto, há também relatos de que concentrações elevadas ou dispersão inadequada de nanocargas podem gerar um efeito inverso, aumentando a permeabilidade por formação de microdefeitos ou aglomeração de partículas, criando caminhos preferenciais para a passagem do vapor (Belay *et al.*, 2017; Shankar & Rhim, 2016). Shankar e Rhim (2016) relataram que a adição de até 3 % (m/m) de nanocristais de celulose reduziu a WVP de filmes de ágar em 23 %, mas concentrações mais elevadas levaram ao aumento da permeabilidade devido à formação de agregados e microdefeitos, criando rotas preferenciais para a passagem do vapor.

Com relação ao grafeno, estudos indicam que a incorporação de nanoplaquetas bem dispersas e em concentrações otimizadas pode aumentar a hidrofobicidade superficial por meio da elevação do ângulo de contato e, conseqüentemente, reduzir a absorção de água, contribuindo para a diminuição da WVP (Belay *et al.*, 2017). Lemus *et al.* (2021) observaram que filmes de ágar com óxido de grafeno reduzido em concentrações acima de 2 % (m/m) podem causar aglomeração das folhas de grafeno, levando a valores mais altos de WVP ou ausência de melhoria significativa. Estudos mostram que o grafeno e seus derivados são úteis para aumentar as propriedades de barreira à difusão de gases através da criação de um caminho de penetração tortuoso (Cardoso *et al.*, 2025).

Ao contrário do observado no presente estudo, alguns estudos demonstraram que a incorporação de grafeno e seus derivados em matrizes poliméricas resulta na redução da permeabilidade ao vapor de água. Em filmes de celulose, que apresentam baixo desempenho de barreira à água, 2 % (m/m) de óxido de grafeno foi adicionado para melhorar o desempenho,

reduzindo em mais de 20 % a permeabilidade ao vapor de água (Xu *et al.*, 2015). Filmes poliméricos de gelatina e quitosana foram testados com a incorporação de 3 % (m/m) de óxido de grafeno, e foi observado que a carga de reforço diminuiu a permeabilidade ao vapor de água (Vafaei *et al.*, 2025).

A introdução do grafeno ou óxido de grafeno (OG) em matrizes poliméricas é valorizada pelo seu potencial em aprimorar as propriedades de barreira (Cardoso *et al.*, 2025). O OG, devido à presença de grupos funcionais oxigenados em sua superfície (Li *et al.*, 2025), é capaz de interagir com o polímero e formar um caminho tortuoso, inibindo a difusão de gases como o oxigênio. Em filmes de poli(butileno adipato co-tereftalato) (PBAT), o OG a 0,25 % (m/m) reduziu o coeficiente de permeabilidade ao oxigênio em 13,6 % em comparação com o filme de PBAT puro. Este desempenho indica o alto potencial do OG para uso em embalagens (Cardoso *et al.*, 2025).

A ausência de redução consistente na WVP no presente estudo sugere que, apesar do potencial teórico das nanocargas, a configuração experimental utilizada e as condições de incorporação como o tipo de dispersão, concentração e possível interação carga-matriz, não foi suficiente para gerar uma rede polimérica densa e homogênea, capaz de prolongar efetivamente o caminho de difusão do vapor. Além disso, a natureza hidrofílica do ágar, mesmo com a adição das cargas, pode ter mantido a matriz suficientemente permeável para que o efeito de barreira fosse mascarado. Essa interpretação é consistente com resultados de Shankar e Rhim (2016) e Belay *et al.* (2017), que relataram que a redução da permeabilidade com nanocelulose e grafeno, respectivamente, só se manifesta de forma significativa quando a dispersão é homogênea e há uma forte interação interfacial entre a carga e a matriz, o que reduz o volume livre disponível para a difusão de moléculas de água.

As interpretações estruturais apoiam essa explicação. Os resultados morfológicos indicam que uma dispersão mais homogênea, possivelmente obtida por meio de tratamentos de superfície ou funcionalização do grafeno, poderia otimizar a propriedade de permeabilidade ao vapor de água (Belay *et al.*, 2017). Micrografias de MEV de filmes à base de ágar reforçados com óxido de grafeno reduzido, descritas por Belay *et al.* (2017), mostraram que concentrações moderadas (2 % m/m) resultam em distribuição homogênea das nanoplaquetas, formando uma rede contínua e compacta. Em contrapartida, concentrações elevadas levam à aglomeração e à formação de poros e microfissuras, aumentando a difusão de água. Fenômeno semelhante foi observado para nanocelulose por Shankar e Rhim (2016), em que a estrutura mais compacta obtida em baixas concentrações promovia a redução da WVP, mas agregados em teores mais altos criavam canais preferenciais de permeação. Assim, é provável que, no presente estudo, a

morfologia obtida, possivelmente com aglomerados ou dispersão parcial das cargas, não tenha promovido o bloqueio efetivo da passagem de vapor de água, resultando nos valores observados e na ausência de significância estatística. A eficácia do grafeno como agente de reforço na melhoria das propriedades de barreira de materiais biopoliméricos pode ser atribuída à natureza hidrofóbica do grafeno.

Do ponto de vista tecnológico, o fato da adição de nanocargas não ter prejudicado a propriedade de permeabilidade ao vapor de água representa uma vantagem importante para aplicações em embalagens alimentícias nas quais a baixa permeabilidade ao vapor de água é essencial para preservar as características físico-químicas e sensoriais dos alimentos e prolongar a vida útil, evitando a perda de umidade de produtos úmidos e a absorção de umidade por parte de alimentos secos. Também é promissor para embalagens em que a permeação de vapor de água é necessária para manutenção de propriedades do produto embalado.

5.1.7 Atividade antibacteriana

A Tabela 15 mostra os resultados da contagem microbiana nos filmes em unidades formadoras de colônia (UFC) para os três microrganismos analisados.

Tabela 10. Contagem microbiana dos filmes poliméricos. AG: ágar puro; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2025).

Filme	<i>Escherichia coli</i> (logUFC)	<i>Candida auris</i> (logUFC)	<i>Staphylococcus aureus</i> (logUFC)
AG	4,70±0,07 ^A	5,16±0,05 ^A	3,39±0,14 ^A
AG-NC4	4,60±0,11 ^{AB}	4,01±0,15 ^A	3,35±0,04 ^A
AG-NG4	4,51±0,15 ^B	4,05±0,19 ^A	1,00±0,69 ^B
Coeficiente de variação (%)	1,48	1,60	2,08

Médias seguidas pela mesma letra maiúscula em coluna não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Os resultados de contagem microbiana demonstram que todos os filmes analisados apresentaram crescimento de *Escherichia coli*, *Candida auris* e *Staphylococcus aureus*, entretanto com diferentes níveis conforme a composição do polímero. O filme de ágar puro (AG) exibiu as maiores contagens, atingindo 49600 UFC para *E. coli*, 14500 UFC para *C. auris* e 2470 UFC para *S. aureus*. Esse comportamento era esperado, já que o ágar, por possuir estrutura polissacarídica altamente hidrofílica, proporciona condições de umidade e disponibilidade de nutrientes adequadas para colonização microbiana. Esse resultado está de

acordo com a literatura, que aponta que filmes de ágar, por si só, não possuem atividade inibitória contra microrganismos (Giménez *et al.*, 2013).

A falta de influência da adição de NC indicou que a nanocelulose, por si só, não apresenta efeito antimicrobiano significativo. Esse fato já foi mencionado por Nascimento *et al.* (2021), que relataram que filmes poliméricos com nanocelulose não possuem capacidade inibitória pronunciada sobre micro-organismos.

O comportamento mais relevante foi observado para o filme contendo 4 % (m/m) de grafeno. Para *S. aureus* e *E. coli*, os valores reduziram significativamente, indicando um efeito antimicrobiano pronunciado. Essa eficácia antimicrobiana expressiva evidencia o potencial do grafeno como agente inibidor de bactérias gram-positivas, como *Staphylococcus aureus*, e gram-negativas, como *Escherichia coli*. Já contra fungos, como *Candida auris*, o grafeno não tem poder antimicrobiano.

A ação antimicrobiana do grafeno pode ser atribuída à sua capacidade de gerar estresse oxidativo, dependendo das espécies reativas de oxigênio na interface filme-microrganismo, interrompendo a integridade da membrana celular bacteriana e interferindo nos processos metabólicos essenciais dos microrganismos. Outro possível mecanismo de inibição microbiana de filmes com grafeno baseia-se na ruptura mecânica das membranas celulares por bordas afiadas e isolamento físico de células por encapsulamento de nanoplaquetas de grafeno que impedem acesso a nutrientes. A ação combinada de mecanismos físicos e químicos de inibição amplia o espectro e a eficiência antimicrobiana (Papi *et al.*, 2016).

O comportamento antimicrobiano diferenciado do grafeno frente a distintos microrganismos está intimamente relacionado à composição e à estrutura de suas paredes celulares. *Staphylococcus aureus* (bactéria gram-positiva) apresenta maior suscetibilidade à ação do grafeno devido à forte interação eletrostática entre a sua superfície carregada positivamente e a carga negativa das folhas de grafeno, aliada à ausência de uma membrana externa na parede celular, o que facilita o contato direto e o dano físico. Além disso, a menor capacidade antioxidante dessa espécie favorece a intensificação do estresse oxidativo induzido pelo material. Já *Escherichia coli* (bactéria gram-negativa) apresenta menor sensibilidade, uma vez que sua membrana externa lipopolissacarídica atua como barreira protetora, reduzindo tanto a penetração mecânica das bordas do grafeno quanto o acúmulo de espécies reativas de oxigênio. Por fim, a ausência de atividade antifúngica frente a *Candida auris* pode ser atribuída à sua parede celular espessa e altamente organizada, composta por quitina e β -glucanos, e à elevada capacidade antioxidante do fungo, que limitam a interação e neutralizam os efeitos oxidativos do grafeno (Papi *et al.*, 2016).

Esse resultado está em concordância com trabalhos prévios, que demonstram a ação bactericida do grafeno e seus derivados em função de sua elevada área superficial e bordas afiadas, que geram danos às membranas nas células bacterianas (Belay, 2023). De acordo com Belay (2023), a inserção de grafeno em percentuais superiores a 2 % (m/m) na matriz de ágar provoca alterações estruturais, dificultando a interação de microrganismos com a superfície do filme e promovendo uma drástica redução do crescimento bacteriano, especialmente para microrganismos gram-positivos, como *S. aureus*, os quais possuem parede celular mais suscetível a danos mecânicos.

No estudo de Papi *et al.* (2016), foi demonstrado que materiais baseados em ágar com óxido de grafeno apresentaram desempenho antimicrobiano contra *Staphylococcus aureus* (bactéria gram-positiva), *Escherichia coli* (bactéria gram-negativa) e *Candida albicans* (fungo). A redução nas unidades formadoras de colônias foi significativa: 53 % para *S. aureus*, 40 % para *E. coli* e 30 % para *C. albicans*. Essa diferença de sensibilidade foi atribuída à estrutura da parede celular, pois *S. aureus* é mais vulnerável pela ausência de uma membrana externa protetora, enquanto *C. albicans*, por ser um fungo, possui parede espessa, o que dificulta a ação do óxido de grafeno.

Outros estudos anteriores, como os de Shankar e Rhim (2016) e Zhai *et al.* (2021), já indicavam que a incorporação de nanomateriais, como óxido de grafeno e nanotubos de carbono, pode melhorar as propriedades de barreira, térmicas, mecânicas e microbiológicas de biopolímeros. No presente estudo, a inclusão de grafeno resultou em uma barreira eficaz contra o crescimento de bactérias gram-positivas, alinhando-se com os achados de Papi *et al.* (2016), que reiteram a ação bactericida do grafeno, justificando o seu potencial para aplicações em embalagens ativas e materiais com propriedades antimicrobianas.

Os valores de UFC para *Staphylococcus aureus* e *Escherichia coli* observados nos filmes com grafeno demonstram que, mesmo em baixas concentrações, o material é eficiente, o que contribui para a manutenção das características estruturais do filme e minimiza possíveis efeitos adversos em aplicações alimentícias. Em baixas concentrações, sua aplicação pode ser economicamente viável e tecnicamente simples de ser incorporada em processos industriais. Em comparação com outros nanomateriais antimicrobianos, como nanopartículas de prata ou zinco, o grafeno tem a vantagem de ser menos tóxico e mais estável quimicamente. A baixa citotoxicidade do grafeno também reforça seu potencial para uso em embalagens seguras e sustentáveis (Shankar e Rhim, 2016). Esses achados estão alinhados com estudos recentes que destacam o uso de nanomateriais, como o grafeno, para a modificação de biopolímeros,

aumentando seu desempenho funcional sem comprometer suas propriedades biodegradáveis e sua compatibilidade com o meio ambiente (Zhai *et al.*, 2021).

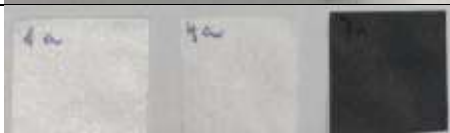
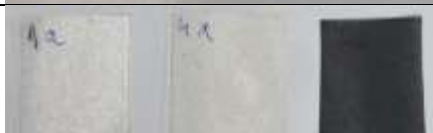
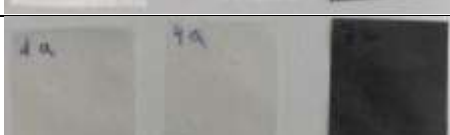
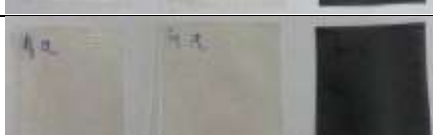
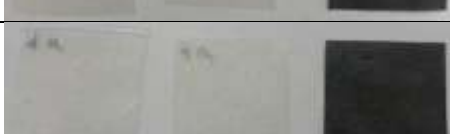
A inibição significativa do crescimento de *Staphylococcus aureus* e *Escherichia coli* observada neste estudo posiciona os filmes de ágar com grafeno como candidatos promissores para embalagens alimentícias com ação antimicrobiana ativa, podendo contribuir para a extensão da vida útil dos produtos e redução de contaminações microbiológicas. Além das propriedades antimicrobianas, o uso do grafeno não compromete a biodegradabilidade dos filmes. Isso é essencial para o desenvolvimento de embalagens ativas que, além de funcionais, estejam alinhadas com os princípios da sustentabilidade e da economia circular.

A incorporação de nanomateriais como o grafeno representa uma abordagem inovadora, pois melhora o desempenho dos filmes sem recorrer a compostos químicos sintéticos ou conservantes artificiais, o que é valorizado por consumidores cada vez mais conscientes e exigentes. No contexto de embalagens alimentícias, essas propriedades tornam os filmes de ágar modificados com grafeno não apenas uma alternativa sustentável aos polímeros convencionais, mas também uma solução tecnologicamente avançada para garantir maior segurança microbiológica e prolongar a vida útil dos alimentos.

5.1.8 Teste de prateleira

O Quadro 4 mostra as imagens dos filmes registradas ao longo do período de exposição, no ambiente e sob refrigeração.

Quadro 4. Imagens dos filmes ao longo do tempo de exposição nos ambientes armazenados (autora, 2025).

Tempo de exposição	Ambiente (20,13 °C)	Refrigeração (10,9 °C)
Inicial		
1 mês		
2 meses		
3 meses		
4 meses		
5 meses		
6 meses		

A avaliação da estabilidade visual dos filmes ao longo de seis meses de exposição em diferentes ambientes demonstrou que nenhuma das formulações apresentou alterações visuais perceptíveis, independentemente da presença de nanocelulose ou grafeno. Esse comportamento indica conservação das características macroscópicas dos materiais, sugerindo estabilidade estrutural e ausência de processos degradativos severos, como amarelamento, fissuração ou formação de defeitos superficiais. A manutenção do aspecto visual neste estudo sugere uma conservação das características macroscópicas sob as condições testadas.

Resultados semelhantes foram reportados para filmes poliméricos à base de polissacarídeos reforçados com nanomateriais, nos quais a manutenção do aspecto visual ao longo do tempo é atribuída à formação de redes poliméricas estáveis e à compatibilidade entre matriz e fase de reforço (Roy *et al.*, 2021). No entanto, esse resultado contrasta com outros estudos anteriores, que observaram que filmes de ágar puro submetidos ao intemperismo natural

sofriam deterioração morfológica, tornando-se irregulares e ásperos, e perda de propriedades estruturais em um período entre 30 e 45 dias (Giménez *et al.*, 2013; Madera-Santana *et al.*, 2014; Rocha *et al.*, 2018). Enquanto Freile-Pelegrín *et al.* (2007), por exemplo, relataram fragilização e microfraturas em filmes de ágar expostos ao clima tropical em 60 dias devido à despolimerização, os filmes deste estudo mostraram-se visualmente íntegros por 180 dias, comprovando resistência à degradação.

Nas Tabelas 16, 17 e 18 constam os resultados da opacidade dos filmes obtidos ao longo do período de exposição, no ambiente e na geladeira.

No que se refere à opacidade, o filme de ágar puro apresentou influência tanto do ambiente quanto do tempo de exposição, com diferenças significativas observadas aos 2 e 6 meses, sendo a maior opacidade associada ao armazenamento em geladeira. O aumento significativo da opacidade já a partir do primeiro mês em temperatura ambiente, seguido de estabilização até o sexto mês, pode estar relacionado à reorganização gradual das cadeias poliméricas do ágar, promovendo alterações na microestrutura interna e no índice de refração do material. Em condições de baixa temperatura, como na geladeira, a maior opacidade observada a partir do primeiro mês e com o maior valor no segundo mês pode ser atribuída a processos de retrogradação ou cristalização parcial do polissacarídeo, fenômeno amplamente descrito para biopolímeros hidrofílicos (Liu *et al.*, 2025).

Tabela 11. Opacidade dos filmes de ágar de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).

Tempo de exposição	AG	
	Opacidade (mm ⁻¹)	
	Ambiente	Geladeira
Inicial	1,50±0,05 ^{Ab}	1,50±0,05 ^{Ac}
1 mês	2,08±0,06 ^{Aa}	2,12±0,15 ^{Ab}
2 meses	2,19±0,11 ^{Aa}	2,78±0,13 ^{Ba}
3 meses	2,24±0,09 ^{Aa}	2,37±0,29 ^{Ab}
4 meses	2,13±0,17 ^{Aa}	2,23±0,07 ^{Ab}
5 meses	2,11±0,18 ^{Aa}	2,34±0,05 ^{Ab}
6 meses	2,08±0,18 ^{Aa}	2,45±0,29 ^{Bab}
Coeficiente de variação (%)	2,15	

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (ambiente) e minúscula em coluna (tempo de exposição) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Tabela 12. Opacidade dos filmes de ágar com 4 % (m/m) de nanocelulose de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).

AG-NC4		
Tempo de exposição	Opacidade (mm⁻¹)	
	Ambiente	Geladeira
Inicial	2,28±0,04 ^{Aa}	2,28±0,04 ^{Aa}
1 mês	2,32±0,07 ^{Aa}	2,47±0,15 ^{Aa}
2 meses	2,36±0,09 ^{Aa}	2,62±0,25 ^{Ba}
3 meses	2,35±0,13 ^{Aa}	2,80±0,24 ^{Ba}
4 meses	2,44±0,12 ^{Aa}	2,54±0,37 ^{Aa}
5 meses	2,35±0,09 ^{Aa}	2,67±0,44 ^{Ba}
6 meses	2,61±0,22 ^{Aa}	2,64±0,20 ^{Aa}
Coeficiente de variação (%)		8,46

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (ambiente) e minúscula em coluna (tempo de exposição) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Tabela 18. Opacidade dos filmes de ágar com 4 % (m/m) de grafeno de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).

AG-NG4		
Tempo de exposição	Opacidade (mm⁻¹)	
	Ambiente	Geladeira
Inicial	10,07±0,03 ^{Ac}	10,07±0,03 ^{Aa}
1 mês	11,17±0,18 ^{Ab}	10,53±0,59 ^{Aa}
2 meses	11,06±0,30 ^{Abc}	10,81±0,53 ^{Aa}
3 meses	11,61±0,13 ^{Aab}	10,51±0,25 ^{Ba}
4 meses	11,71±0,19 ^{Aab}	10,42±0,26 ^{Ba}
5 meses	11,45±0,21 ^{Ab}	10,72±0,11 ^{Ba}
6 meses	12,54±0,73 ^{Aa}	10,79±0,77 ^{Ba}
Coeficiente de variação (%)		3,55

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (ambiente) e minúscula em coluna (tempo de exposição) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

A incorporação de 4 % (m/m) de nanocelulose promoveu modificações no comportamento óptico do material. Embora o ambiente de exposição tenha influenciado a opacidade em meses específicos (2, 3 e 5 meses), com valores maiores no armazenamento em geladeira, o tempo de exposição não promoveu variações significativas em nenhum dos ambientes. Esse resultado sugere que a nanocelulose atuou como agente estabilizante da estrutura óptica do filme, possivelmente devido à formação de uma rede tridimensional reforçada por ligações de hidrogênio entre a nanocelulose e a matriz de ágar. Estudos anteriores indicam que a nanocelulose pode reduzir flutuações estruturais ao longo do tempo, minimizando a dispersão da luz e conferindo maior estabilidade às propriedades ópticas de materiais. A literatura indica que a nanocelulose melhora a estabilidade térmica e a cristalinidade, o que explica a manutenção da opacidade no filme ao longo do tempo (Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016; Wang *et al.*, 2017).

Para o filme de ágar com 4 % (m/m) de grafeno, o ambiente de exposição apresentou diferenças significativas nos resultados de opacidade a partir do terceiro mês, com as maiores opacidades sendo observadas no filme armazenado na temperatura ambiente. Na temperatura ambiente, a partir do primeiro mês de exposição já foi possível observar um aumento significativo da opacidade do material, com a maior diferença obtida no sexto mês. Esse comportamento pode estar associado à tendência de reorganização ou aglomeração gradual das nanoplaquetas de grafeno ao longo do armazenamento, aumentando a dispersão da luz incidente. Além disso, o aumento da opacidade pode estar atribuído à alta capacidade do grafeno de absorver luz e atuar como um bloqueador UV. Conforme Belay *et al.* (2017), Jiang *et al.*, 2023 e Samadi *et al.* (2018), o grafeno atua como uma barreira física e térmica, o que corrobora a estabilidade da opacidade do filme quando armazenado na geladeira, protegido da luz direta. Estudos de Kandhol *et al.* (2024) e Lemus *et al.* (2021) reforçam que o grafeno protege a matriz polimérica contra a radiação, mantendo a estabilidade estrutural mesmo que a opacidade aumente por reações superficiais ou reorganização das cadeias.

Em geladeira, a ausência de efeito significativo do tempo sobre a opacidade sugere que temperaturas mais baixas limitam a mobilidade das cadeias poliméricas reforçadas com grafeno, reduzindo processos de reestruturação interna. Há possibilidade de maior sensibilidade óptica de nanocompósitos contendo grafeno às condições ambientais, especialmente temperatura e umidade (Belay *et al.*, 2018).

De maneira geral, os resultados de opacidade ao longo dos seis meses indicam que o tempo de exposição não comprometeu a barreira óptica dos materiais, reforçando o potencial desses filmes para aplicações em que a proteção contra a luz é um requisito fundamental, como embalagens para alimentos sensíveis à fotodegradação. A manutenção da opacidade ao longo do tempo é um aspecto desejável destacada como uma vantagem dos filmes biopoliméricos reforçados com nanomateriais.

Nas Tabelas 19, 20 e 21 constam os resultados da espessura dos filmes obtidos ao longo do período de exposição, no ambiente e na geladeira.

Tabela 19. Espessura dos filmes de ágar de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).

Tempo de exposição	AG	
	Espessura (µm)	
	Ambiente	Geladeira
Inicial	77±6 ^{Aa}	77±6 ^{Aa}
1 mês	72±10 ^{Aa}	69±1 ^{Aa}
2 meses	72±11 ^{Aa}	73±2 ^{Aa}
3 meses	69±9 ^{Aa}	70±4 ^{Aa}
4 meses	69±11 ^{Aa}	69±2 ^{Aa}
5 meses	76±10 ^{Aa}	73±2 ^{Aa}
6 meses	72±10 ^{Aa}	65±2 ^{Aa}
Coeficiente de variação (%)	10,37	

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (ambiente) e minúscula em coluna (tempo de exposição) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Tabela 13. Espessura dos filmes de ágar com 4 % (m/m) de nanocelulose de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).

Tempo de exposição	AG-NC4	
	Espessura (µm)	
	Ambiente	Geladeira
Inicial	81±4 ^{Ac}	81±4 ^{Ac}
1 mês	88±3 ^{Aab}	86±3 ^{Aab}
2 meses	90±2 ^{Aa}	89±3 ^{Aa}
3 meses	87±2 ^{Aabc}	86±5 ^{Aabc}
4 meses	86±3 ^{Aabc}	86±1 ^{Aabc}
5 meses	89±2 ^{Aab}	89±4 ^{Aab}
6 meses	85±3 ^{Abc}	83±4 ^{Abc}
Coeficiente de variação (%)	3,43	

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (ambiente) e minúscula em coluna (tempo de exposição) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Tabela 14. Espessura dos filmes de ágar com 4 % (m/m) de grafeno de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).

Tempo de exposição	AG-NG4	
	Espessura (µm)	
	Ambiente	Geladeira
Inicial	88±6 ^{Aa}	88±6 ^{Aa}
1 mês	85±6 ^{Aa}	92±11 ^{Ba}
2 meses	87±6 ^{Aa}	92±9 ^{Aa}
3 meses	82±6 ^{Aa}	89±11 ^{Ba}
4 meses	81±4 ^{Aa}	89±10 ^{Ba}
5 meses	85±5 ^{Aa}	89±7 ^{Aa}
6 meses	79±5 ^{Aa}	84±11 ^{Aa}
Coeficiente de variação (%)	8,65	

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (ambiente) e minúscula em coluna (tempo de exposição) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Em relação à espessura, o filme de ágar puro apresentou estabilidade dimensional, não sendo afetado significativamente nem pelo ambiente nem pelo tempo de exposição. Esse comportamento sugere que a matriz polimérica pura apresentou baixa suscetibilidade a processos de contração ou perda de umidade ao longo do armazenamento, possivelmente devido à sua estrutura homogênea após a secagem inicial.

Para o filme de ágar com 4 % (m/m) de nanocelulose, o ambiente de exposição não afetou significativamente a espessura do filme. A adição de nanocelulose resultou em aumentos significativos de espessura a partir do primeiro mês, tanto em temperatura ambiente quanto em geladeira, com maior variação observada no segundo mês. Como o valor da espessura inicial foi atribuído em 5.1.2.1, sendo uma média de dez pontos do material inteiro, há a possibilidade de a amostra selecionada para o teste de prateleira corresponder a um ponto com espessura mais elevada do que a média, explicando os valores superiores obtidos nas medidas a partir do primeiro mês de exposição. Os resultados obtidos vão ao encontro do comportamento relacionado à natureza hidrofílica da nanocelulose, que favorece rearranjos estruturais e maior compactação da rede polimérica ao longo do tempo, especialmente durante a perda gradual de água residual. Estudos prévios indicam que filmes contendo nanocelulose podem apresentar densificação progressiva da estrutura devido à intensificação das interações intermoleculares, resultando em redução de espessura sem necessariamente comprometer a integridade mecânica (Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016; Siqueira *et al.*, 2010).

Para os filmes contendo grafeno, observaram-se diferenças significativas de espessura entre os ambientes em meses específicos (1, 3 e 4 meses), com maiores valores para os filmes armazenados em geladeira. A ausência de efeito significativo do tempo em ambos os ambientes sugere que o grafeno contribuiu para uma maior estabilidade dimensional ao longo do armazenamento. Esse efeito pode ser atribuído à rigidez intrínseca do grafeno e à sua capacidade de restringir a mobilidade das cadeias poliméricas, reduzindo variações dimensionais ao longo do tempo, conforme reportado em outros sistemas poliméricos reforçados com nanocargas carbônicas (Lemus *et al.*, 2021).

Nas Tabelas 22, 23 e 24 constam os resultados da massa dos filmes obtidos ao longo do período de exposição, no ambiente e na geladeira.

Tabela 15. Massa dos filmes de ágar de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).

Tempo de exposição	AG	
	Massa (mg)	
	Ambiente	Geladeira
Inicial	30,5±7,8 ^{Aa}	27,4±1,1 ^{Aa}
1 mês	28,9±7,3 ^{Aa}	26,1±1,0 ^{Aa}
2 meses	28,6±7,3 ^{Aa}	25,9±1,0 ^{Aa}
3 meses	27,9±7,2 ^{Aa}	25,4±0,7 ^{Aa}
4 meses	28,0±7,5 ^{Aa}	26,0±0,9 ^{Aa}
5 meses	27,4±7,3 ^{Aa}	26,0±0,9 ^{Aa}
6 meses	26,1±7,2 ^{Aa}	25,2±0,9 ^{Aa}
Coeficiente de variação (%)	19,39	

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (ambiente) e minúscula em coluna (tempo de exposição) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Tabela 16. Massa dos filmes de ágar com 4 % (m/m) de nanocelulose de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).

Tempo de exposição	AG-NC4	
	Massa (mg)	
	Ambiente	Geladeira
Inicial	36,0±2,2 ^{Aa}	37,5±3,7 ^{Aa}
1 mês	34,1±1,9 ^{Aa}	35,7±3,6 ^{Aa}
2 meses	33,6±1,8 ^{Aa}	35,6±3,7 ^{Aa}
3 meses	32,9±2,1 ^{Aa}	34,8±3,6 ^{Aa}
4 meses	32,5±2,0 ^{Aa}	35,7±3,7 ^{Aa}
5 meses	31,5±1,8 ^{Aa}	35,7±3,9 ^{Ba}
6 meses	29,6±1,5 ^{Aa}	34,7±3,8 ^{Ba}
Coeficiente de variação (%)	8,61	

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (ambiente) e minúscula em coluna (tempo de exposição) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Tabela 17. Massa dos filmes de ágar com 4 % (m/m) de grafeno de acordo com o tempo de exposição e o ambiente armazenado (autora, 2025).

Tempo de exposição	AG-NG4	
	Massa (mg)	
	Ambiente	Geladeira
Inicial	37,5±1,8 ^{Aa}	37,7±2,0 ^{Aa}
1 mês	36,0±1,5 ^{Aab}	35,8±2,0 ^{Aab}
2 meses	35,5±1,4 ^{Aab}	35,8±2,0 ^{Aab}
3 meses	34,8±0,9 ^{Aab}	34,7±1,9 ^{Ab}
4 meses	34,2±0,8 ^{Aab}	35,8±2,1 ^{Aab}
5 meses	32,9±0,8 ^{Ab}	35,7±2,1 ^{Bab}
6 meses	31,4±1,1 ^{Ab}	34,8±1,9 ^{Bb}
Coeficiente de variação (%)	4,74	

Médias seguidas pela mesma letra, maiúscula em linha (ambiente) e minúscula em coluna (tempo de exposição) não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Quanto à massa dos filmes, o ágar puro apresentou novamente comportamento estável, sem influência significativa do ambiente ou do tempo de exposição, corroborando sua estabilidade físico-química ao longo do período avaliado.

Já os filmes contendo nanocelulose e grafeno apresentaram diferenças significativas associadas ao ambiente a partir do quinto mês, com maiores massas para os filmes armazenados em geladeira. A maior retenção de massa em geladeira sugere que temperaturas mais baixas e maior controle da umidade relativa contribuem para a conservação da água ligada à matriz polimérica. Filmes biopoliméricos reforçados com nanomateriais apresentam sensibilidade diferenciada à umidade ambiental, dependendo da natureza da carga incorporada (Belay *et al.*, 2018).

Para o filme de ágar com 4 % (m/m) de nanocelulose, em ambos os ambientes o tempo de exposição não afetou significativamente na espessura do filme. Para o filme de ágar com 4 % (m/m) de grafeno em temperatura ambiente, as reduções mais significativas de massa observadas a partir do quinto mês podem estar relacionadas à maior perda de umidade ou de componentes voláteis, favorecida por condições ambientais menos controladas, além de suscetibilidade à degradação leve. Em geladeira, as reduções mais significativas foram no terceiro e no sexto mês.

O teste de prateleira confirmou que a incorporação de nanocargas não apenas melhora as propriedades iniciais, mas também contribui para a estabilidade temporal e barreira óptica dos filmes, superando a durabilidade de filmes de ágar puro relatada em estudos clássicos da área (Lemus *et al.*, 2021; Shankar & Rhim, 2016). Os resultados indicam que a incorporação de nanocargas pode promover modificações importantes na resposta dos filmes de ágar ao tempo e às condições de armazenamento, podendo intensificar rearranjos estruturais ao longo do tempo e contribuir para estabilidade. Esses comportamentos reforçam a importância do nanorreforço de acordo com a aplicação final pretendida e com as condições de uso e armazenamento do material.

5.1.9 Exposição ao intemperismo acelerado

A análise dos espectros de infravermelho dos filmes de ágar e seus compósitos após exposição à radiação UV permitiu avaliar as modificações estruturais decorrentes do intemperismo acelerado. Os espectros revelaram alterações progressivas nas principais bandas associadas aos grupos funcionais característicos do ágar e dos aditivos incorporados, evidenciando a influência do tempo de exposição na estabilidade química dos materiais. De

modo geral, observou-se que o comportamento espectral variou conforme o tipo e a concentração da nanocarga, indicando que tanto a nanocelulose quanto o grafeno exerceram efeitos diferenciados na resistência fotoquímica das matrizes poliméricas. Os espectros obtidos pela análise de FTIR em diferentes tempos constam nas Figuras 38 a 44. A Figura 38 mostra a comparação dos espectros do filme de ágar nos diferentes tempos.

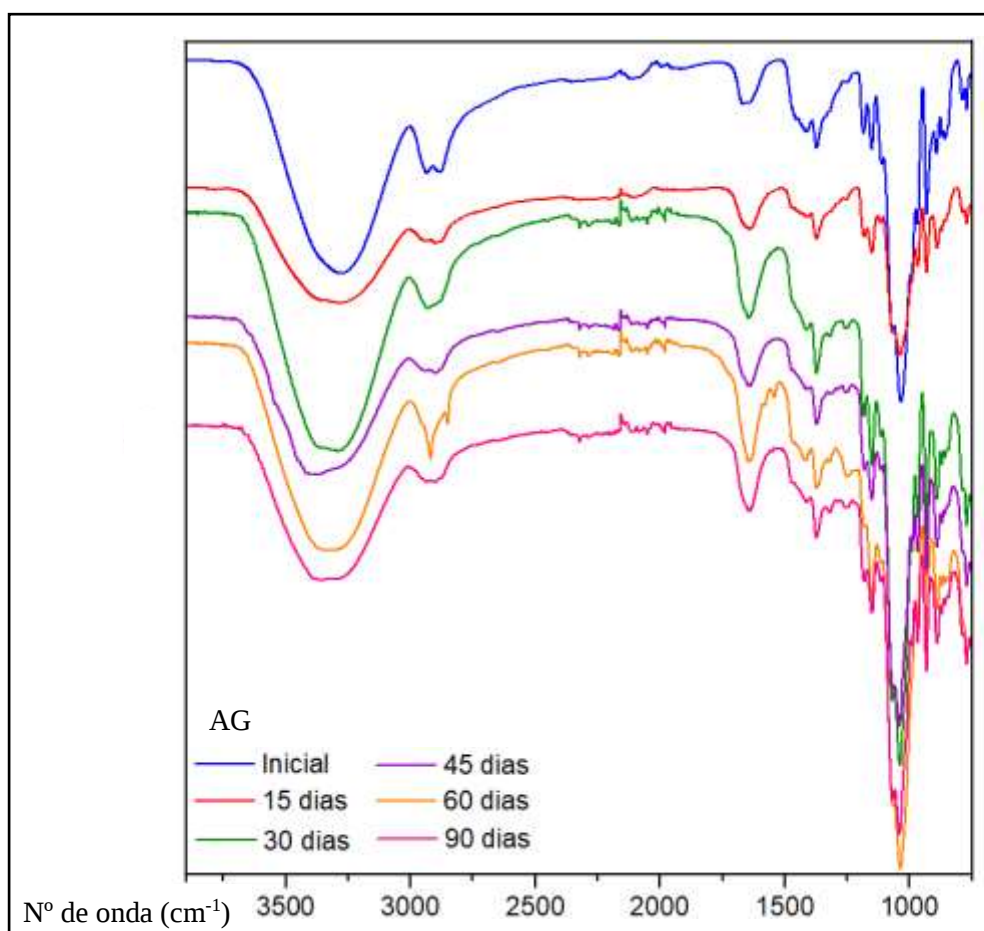


Figura 38. Espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes em diferentes tempos de exposição ao intemperismo acelerado. AG: ágar puro (autora, 2025).

Nos espectros do filme de ágar puro (AG), as bandas características do polissacarídeo foram identificadas na região de 3600–3000 cm⁻¹, atribuídas às vibrações de estiramento O–H associadas às ligações de hidrogênio; entre 2940–2850 cm⁻¹, correspondente ao estiramento C–H; e entre 1200–1000 cm⁻¹, referentes às vibrações C–O e C–O–C da estrutura glicosídica típica do ágar (Kandhol *et al.*, 2024; Lemus *et al.*, 2021). Com o aumento do tempo de exposição, verificou-se uma redução progressiva da intensidade e um estreitamento da banda O–H, indicando a diminuição de ligações de hidrogênio e possível perda de água associada à matriz. Paralelamente, as bandas situadas entre 1200 e 1000 cm⁻¹ apresentaram diminuição de intensidade e leve deslocamento, sugerindo ruptura de ligações glicosídicas e fragmentação das

cadeias poliméricas. A modificação dessa região espectral sugere perda de cristalinidade do polímero, compatível com ataque fotoquímico em cadeias polissacarídicas. Essa região, também referente ao grupo carbonila (C=O), evidencia a ocorrência de reações fotoquímicas, em que há formação de grupos carbonila ou carboxila, favorecendo a oxidação do meio. Esses resultados confirmam que o ágar puro é susceptível à degradação fotoquímica, conforme já relatado em estudos de envelhecimento de biopolímeros expostos à radiação UV, nos quais se observou rompimento de cadeias e alteração nas bandas FTIR indicativas de oxidação e perda de grupos hidroxila (Belay *et al.*, 2017). Assim, o intemperismo promoveu modificações químicas associadas à quebra de cadeias e à oxidação superficial, resultando na diminuição da integridade estrutural da matriz polimérica. Em termos práticos, isso tende a reduzir a massa molar e alterar propriedades mecânicas e de barreira com exposição prolongada.

A Figura 39 mostra a comparação dos espectros do filme de ágar com 0,5 % (m/m) de nanocelulose nos diferentes tempos, a Figura 40 mostra a mesma comparação para o filme de ágar com 2 % (m/m) de nanocelulose e a Figura 41 mostra para o filme de ágar com 4 % (m/m) de nanocelulose.

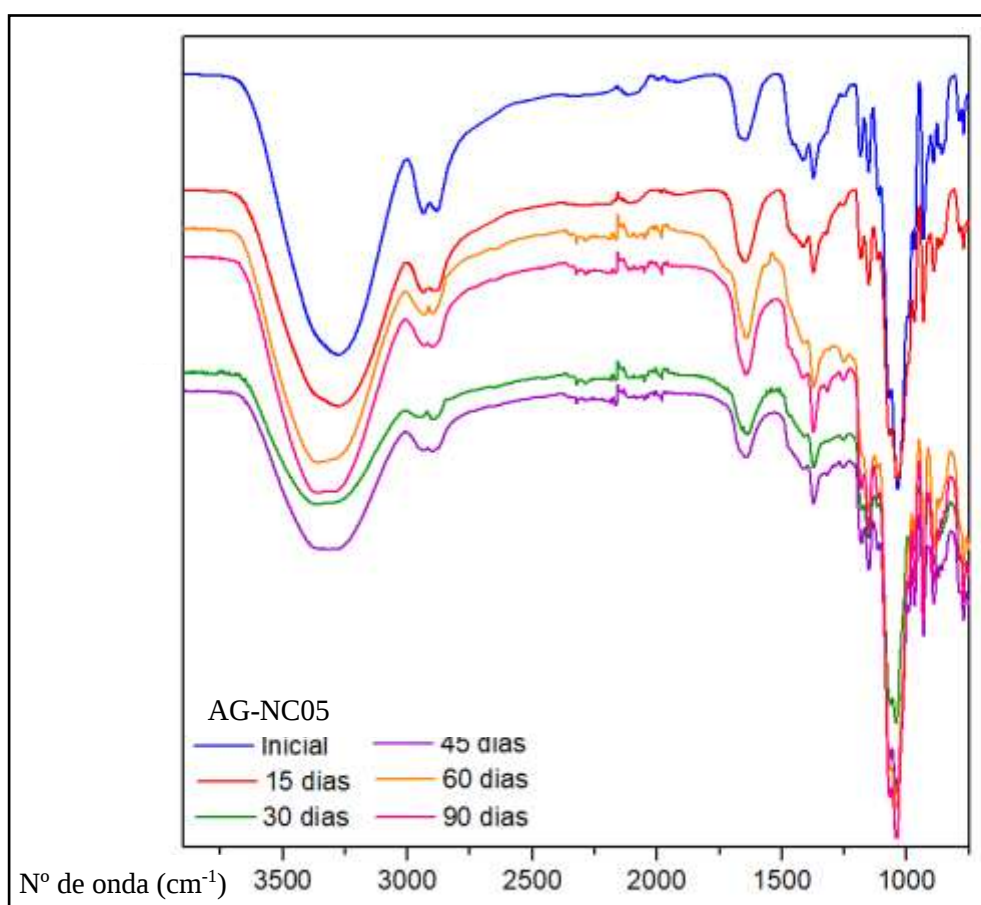


Figura 39. Espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes em diferentes tempos de exposição ao intemperismo acelerado. AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose (autora, 2025).

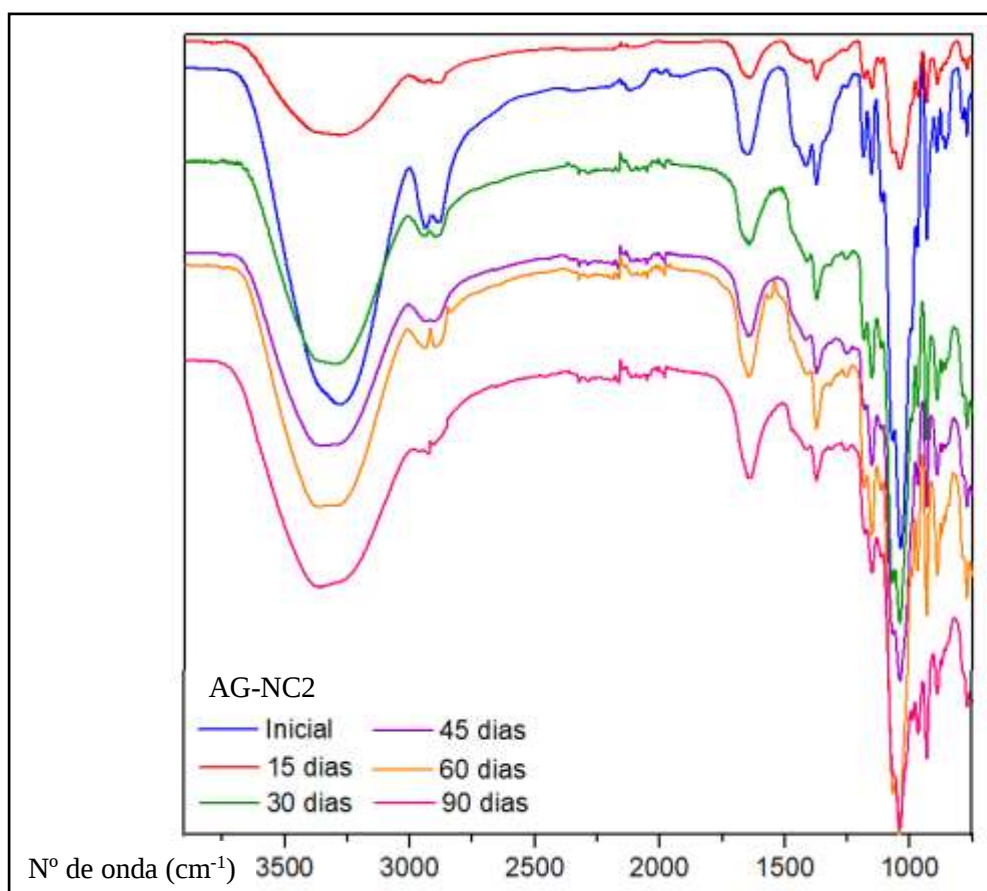


Figura 40. Espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes em diferentes tempos de exposição ao intemperismo acelerado. AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose (autora, 2025).

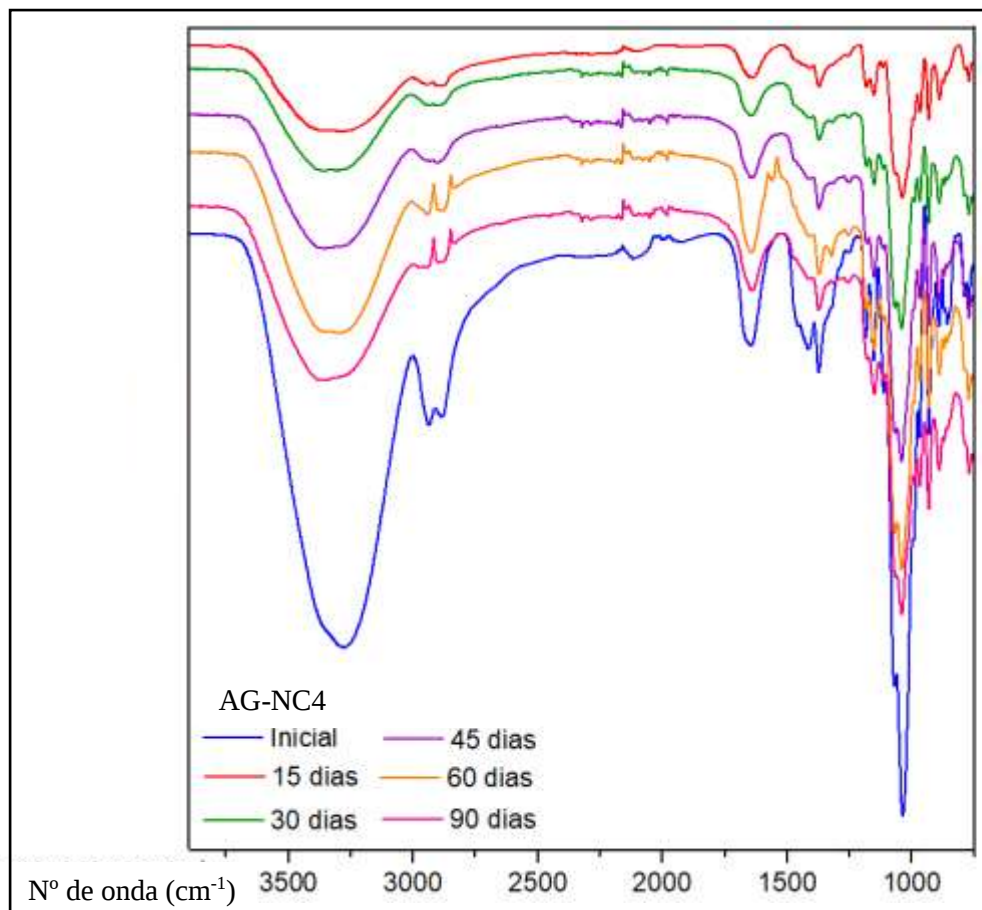


Figura 41. Espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes em diferentes tempos de exposição ao intemperismo acelerado. AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose (autora, 2025).

Para os compósitos de ágar com nanocelulose (AG-NC), os espectros apresentaram comportamento distinto, dependendo da concentração da carga incorporada. Nas amostras AG- NC05 e AG-NC2, observou-se uma variação menos pronunciada da banda O–H ao longo do tempo de exposição, sugerindo que a presença da nanocelulose promoveu certo grau de estabilização da rede de ligações de hidrogênio, dependendo da concentração. Tal comportamento pode ser atribuído à forte interação entre os grupos hidroxila do ágar e da nanocelulose, formando uma rede interfacial mais densa e menos suscetível à degradação por radiação (Shankar & Rhim, 2016).

As alterações nas regiões de 1670-1630 cm^{-1} e 1200– 1000 cm^{-1} foram menos intensas em comparação ao ágar puro, indicando que a nanocelulose contribuiu para reduzir a formação de grupos carbonílicos e a ruptura de ligações C–O–C. Com a redução do grupo carbonila, há a diminuição das reações fotoquímicas, desfavorecendo a oxidação. Essa melhoria está associada ao efeito barreira e à alta cristalinidade da nanocelulose, que restringem a difusão de oxigênio e radicais livres responsáveis pelas reações foto-oxidativas. A nanocelulose pode atuar como reforço físico e, por sua morfologia, reduzir a mobilidade local das cadeias de ágar,

levando a redução de reação foto-oxidativa imediata. Entretanto, nas amostras com maior teor de nanocelulose (AG-NC4), o efeito protetor pareceu menos eficiente, possivelmente devido à aglomeração das fibras e à formação de regiões heterogêneas que favorecem a dispersão irregular da radiação UV. A NC é hidrofílica, e em alguns contextos isso pode facilitar a retenção de água e catalisar reações fotoquímicas por permitir transporte de radicais e oxigênio (Reddy & Rhim, 2014).

Por isso, a proteção da nanocelulose não é absoluta e depende de dispersão e teor utilizado. Esse comportamento está de acordo com a literatura, que descreve uma concentração ótima de nanocelulose (geralmente entre 2 e 3 % m/m) para maximizar a estabilidade estrutural, térmica e de barreira de filmes de ágar. Estudos mostram que as mudanças no espectro FTIR refletem a interação entre NC e matriz, explicando os deslocamentos menores nas bandas OH em comparação ao ágar puro (Siqueira *et al.*, 2010).

Pode-se observar que a adição moderada de nanocelulose melhora a resistência fotoquímica do ágar e atenua parcialmente os efeitos do envelhecimento UV, sugerindo efeito estabilizante físico e interfacial quando bem dispersa. Contudo, dependendo da concentração e da dispersão, a NC pode comprometer a homogeneidade e a proteção conferida pelo reforço.

A Figura 42 mostra a comparação dos espectros do filme de ágar com 0,5 % (m/m) de grafeno nos diferentes tempos, a Figura 43 mostra a mesma comparação para o filme de ágar com 2 % (m/m) de grafeno e a Figura 44 mostra para o filme de ágar com 4 % (m/m) de grafeno.

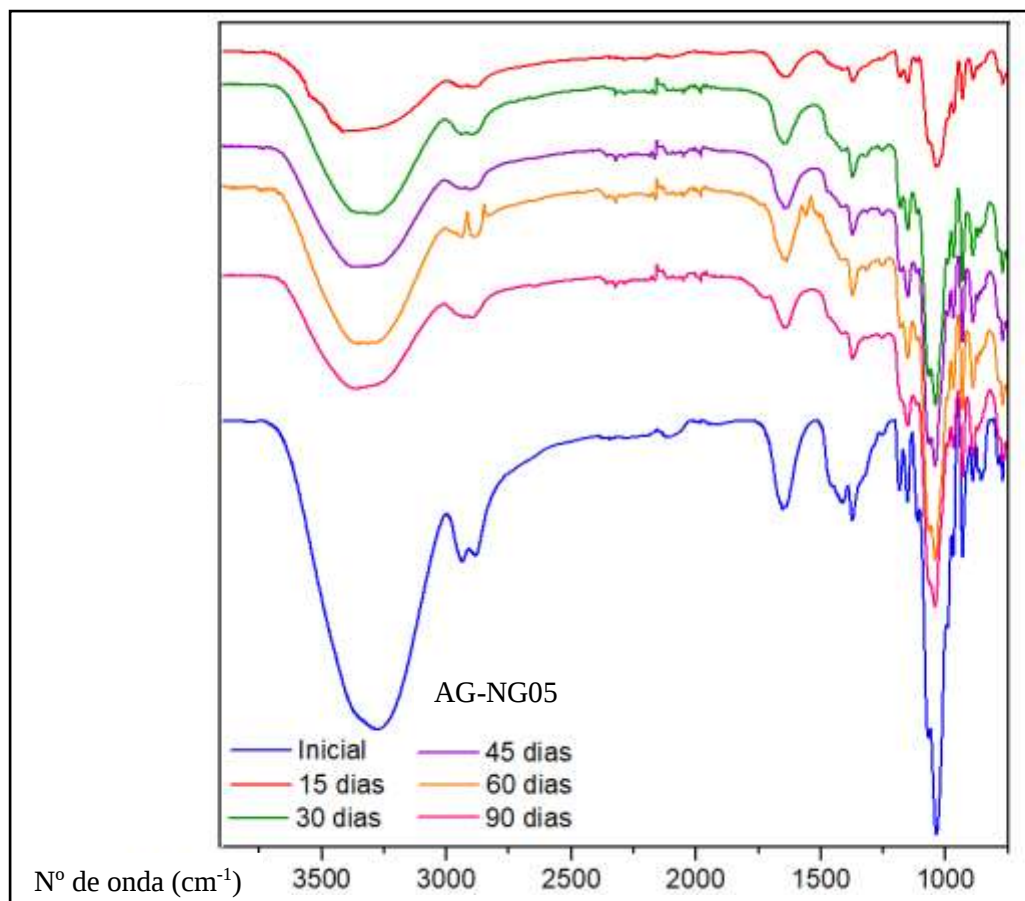


Figura 42. Espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes em diferentes tempos de exposição ao intemperismo acelerado. AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno (autora, 2025).

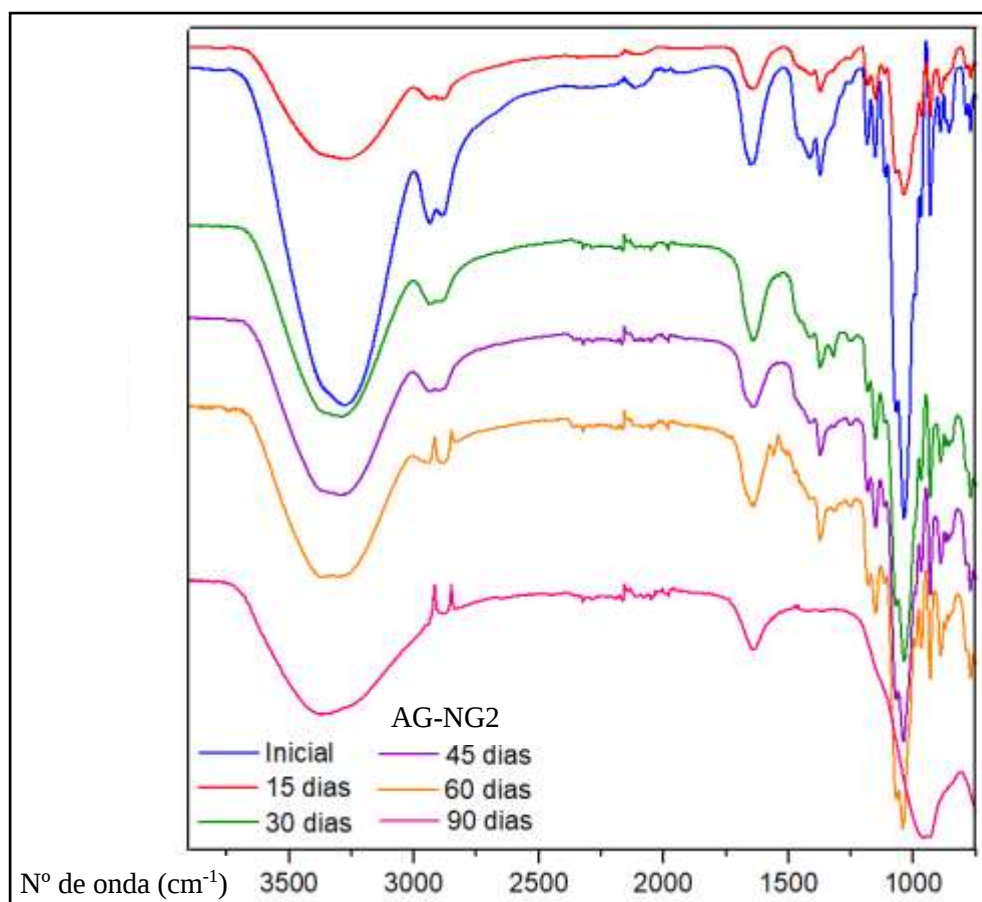


Figura 43. Espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes em diferentes tempos de exposição ao intemperismo acelerado. AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno (autora, 2025).

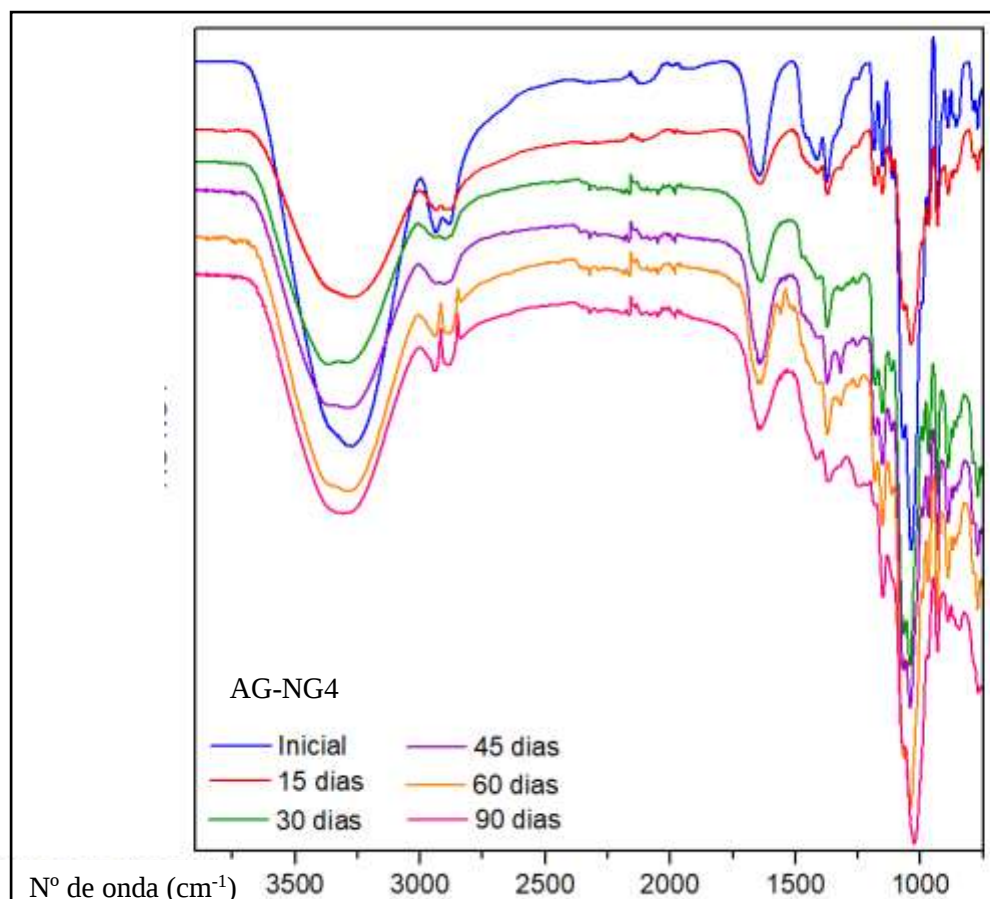


Figura 44. Espectros obtidos a partir da análise por FTIR dos filmes em diferentes tempos de exposição ao intemperismo acelerado. AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2025).

Nos materiais contendo nanoplaquetas de grafeno, as modificações espectrais foram ainda menos pronunciadas com o aumento do tempo de exposição, evidenciando o papel protetor do grafeno frente à radiação UV. Em todos os casos, as bandas principais do ágar mantiveram-se estáveis, com discreta variação na intensidade e posição da banda O–H, indicando interação entre os grupos hidroxila do biopolímero e a superfície das nanoplaquetas (Jiang *et al.*, 2023). A região de 1670-1630 cm⁻¹ apresentou menor intensificação que nos sistemas sem grafeno, sugerindo que a adição desse nanomaterial reduziu a ocorrência de oxidação e a quebra das cadeias poliméricas durante o envelhecimento (Lemus *et al.*, 2021).

A região de 1200-1000 cm⁻¹ apresentou uma redução na intensidade dos picos, indicando que houve redução dos grupos carbonila responsáveis por reações fotoquímicas e oxidação. Esse comportamento é atribuído à elevada capacidade do grafeno de absorver e dispersar radiação UV, atuando como bloqueadores UV e agindo como uma barreira física e óptica que impede a penetração da luz no interior da matriz. Além disso, o grafeno pode atuar como dissipador de energia e neutralizador de espécies reativas, mitigando os processos de foto-oxidação (Jiang *et al.*, 2023). A literatura também descreve que a presença de grafeno ou óxido

de grafeno reduz significativamente a transmitância UV e a formação de grupos oxigenados, reduzindo a degradação fotoquímica e prolongando a estabilidade química e mecânica dos filmes biopoliméricos (Kandhol *et al.*, 2024; Lemus *et al.*, 2021). Dessa forma, os resultados obtidos indicam que o grafeno exerceu efeito sinérgico de reforço e proteção, limitando as alterações estruturais detectadas por FTIR mesmo após longos períodos de exposição.

Os filmes poliméricos contendo nanoplaquetas de grafeno apresentaram menor sensibilidade ao intemperismo do que os demais filmes, o que indica um efeito protetor de bloqueio e absorção de UV e interação interfacial que reduz a foto-oxidação. A intensidade dessa proteção depende do tipo de grafeno e da dispersão na matriz polimérica. Esses resultados corroboram os achados de estudos anteriores com compósitos de ágar e grafeno, nos quais a presença das nanoplaquetas reduziu significativamente a degradação térmica e fotoquímica, além de melhorar as propriedades de barreira e resistência mecânica (Kandhol *et al.*, 2024).

O Quadro 5 resume as principais constatações a respeito das mudanças observadas nos filmes poliméricos em exposição ao intemperismo acelerado.

Quadro 5. Síntese das alterações espectrais (FTIR) após exposição ao intemperismo acelerado dos filmes poliméricos, considerando o aumento do tempo de exposição (Jiang *et al.*, 2023; Kandhol *et al.*, 2024; Lemus *et al.*, 2021; Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016).

Banda (cm ⁻¹)	Atribuição principal	Ágar	Ágar + NC	Ágar + NG	Efeito associado
3600–3000	O–H (ligações de hidrogênio)	Redução de intensidade e estreitamento da banda	Variação moderada; menor redução da intensidade; deslocamento discreto	Alterações mínimas; deslocamento leve indicando interação com grafeno	Perda de água ligada (AG); formação de rede estabilizada (AG-NC); interação O–H/grafeno (AG-NG)
2940–2850	C–H (ligações alifáticas)	Leve redução de intensidade	Pequena redução; efeito dependente da dispersão da NC	Praticamente inalterada	Mudanças sutis relacionadas à reorganização de cadeias
1670–1630	C=C ou H–O–H (água ligada)	Redução da banda com o tempo, indicando perda de umidade e modificação da matriz	Menor redução, indicando retenção parcial de água estrutural	Quase invariável	Reorganização e secagem superficial; maior estabilidade com aditivos
1200–1000	C–O–C (ligações glicosídicas)	Diminuição da intensidade e perda de definição das bandas	Redução moderada; estrutura parcialmente preservada	Pequenas alterações; bandas mais definidas	Ruptura das ligações glicosídicas (AG); preservação parcial (AG-NC); alta preservação (AG-NG)
Geral (todo espectro)	-	Alterações significativas após envelhecimento	Alterações intermediárias; efeito dependente do teor de NC	Alterações mínimas; comportamento mais estável	O grafeno atua como bloqueador UV e estabilizador estrutural; NC confere proteção parcial; AG é o mais sensível à radiação UV

Comparando-se os três sistemas, verifica-se que o tempo de exposição em câmara de envelhecimento UV afetou de forma diferenciada o comportamento dos materiais. O ágar puro apresentou o maior grau de degradação fotoquímica, evidenciado pelas bandas de carbonila e vibrações glicosídicas, resultado da susceptibilidade de suas cadeias hidrofílicas à oxidação e ao rompimento sob radiação. A incorporação de nanocelulose mostrou alteração espectral menor e conferiu maior estabilidade relativa, reduzindo parcialmente a degradação, especialmente nas formulações com teor intermediário. Esse efeito de barreira ocorreu devido à interação por ligações de hidrogênio entre matriz e nanocarga. Já a adição de grafeno proporcionou o melhor desempenho frente ao intemperismo, mantendo as principais bandas praticamente inalteradas e mostrando redução de grupos oxidativos, o que indica que o nanomaterial atua como eficiente protetor UV e estabilizador estrutural. Portanto, a estabilidade química dos filmes frente ao intemperismo está fortemente relacionada ao tipo e à concentração das nanocargas, sendo o grafeno o aditivo mais eficaz na mitigação dos efeitos de degradação induzidos pela radiação (Lemus *et al.*, 2021; Shankar & Rhim, 2016).

5.1.10 Biodegradabilidade

O Quadro 6 mostra imagens dos filmes antes de serem enterrados no solo ativo (inicial) e após o período de 6 meses enterrados (final).

Quadro 6. Imagens dos filmes no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade. AG: ágar; AG-NC05: ágar + 0,5 % (m/m) nanocelulose; AG-NC2: ágar + 2 % (m/m) nanocelulose; AG-NC4: ágar + 4 % (m/m) nanocelulose; AG-NG05: ágar + 0,5 % (m/m) grafeno; AG-NG2: ágar + 2 % (m/m) grafeno; AG-NG4: ágar + 4 % (m/m) grafeno (autora, 2026).

Filme	Inicial		Final	
AG				
AG-NC05				
AG-NC2				
AG-NC4				
AG-NG05				
AG-NG2				
AG-NG4				

Em relação à aparência visual, observou-se que com o passar do tempo tanto os filmes de ágar puro (AG) quanto os reforçados com nanocelulose começaram a apresentar uma coloração amarelada. Além da alteração cromática, foi verificada a presença de manchas superficiais, que são indicadores diretos de colonização e descoloração causadas pela atividade enzimática e microbiológica no material. Nos filmes reforçados com grafeno não foi possível observar esses efeitos devido à coloração escura da nanocarga. Este comportamento é característico do ágar, que, por ser um polissacarídeo de fonte natural, demonstra alta biodegradabilidade e capacidade de se degradar quando exposto à microbiota do solo (Jaffar *et al.*, 2025).

As Figuras 45 a 51 mostram os espectros FTIR obtidos das amostras no estágio inicial e no estágio final (após 6 meses), possibilitando a comparação da composição química no processo de degradação.

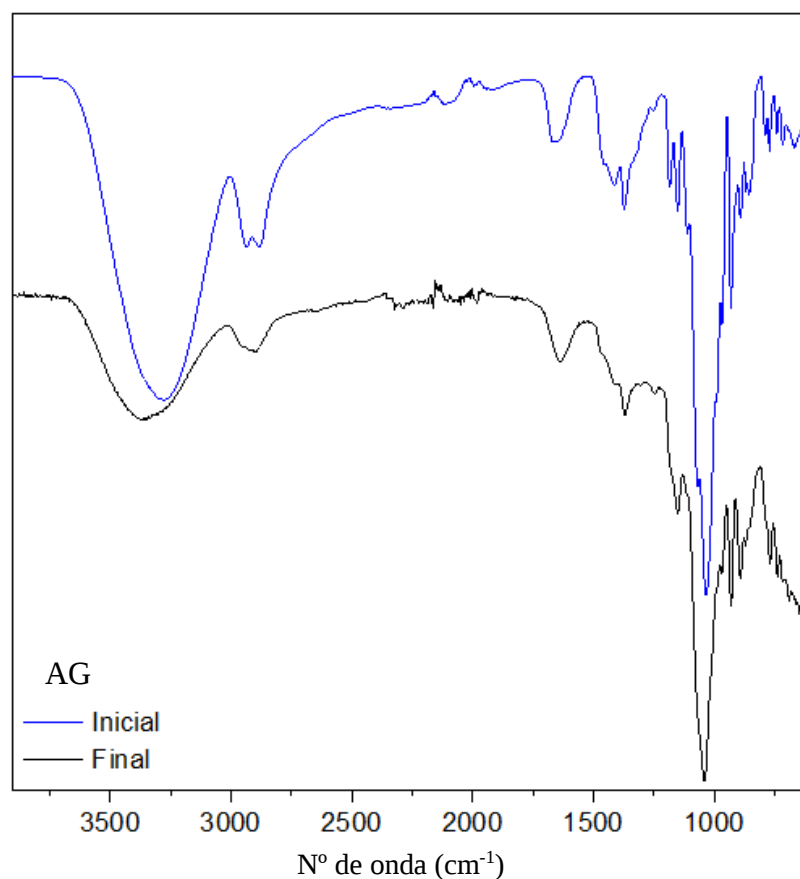


Figura 45. Espectro FTIR do filme de ágar (AG) no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade (autora, 2026).

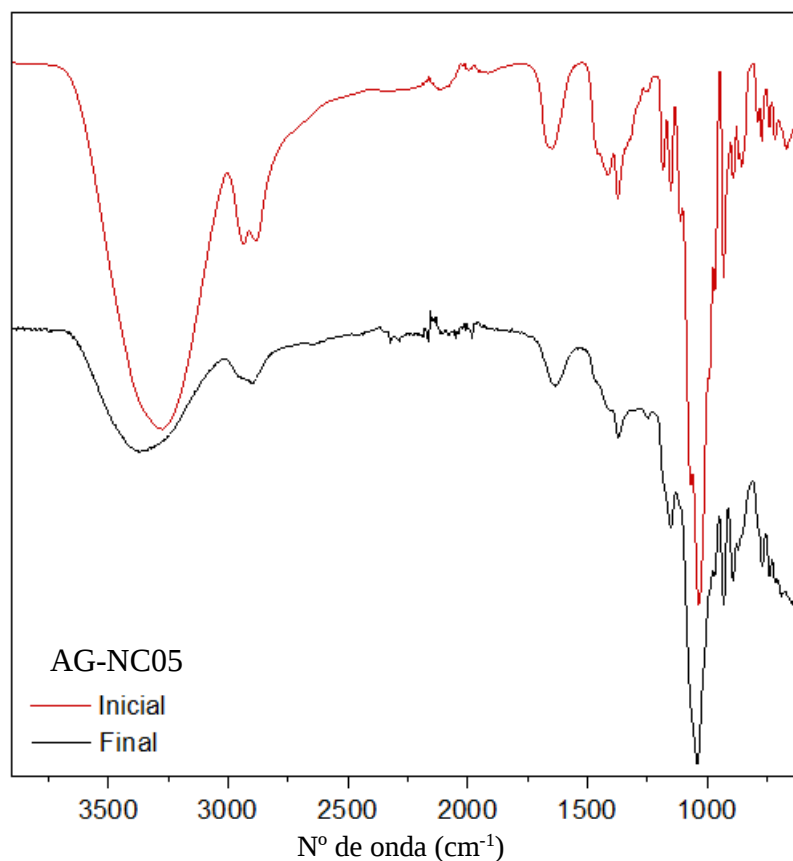


Figura 46. Espectro FTIR do filme de ágar com 0,5 % de nanocelulose (AG-NC05) no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade (autora, 2026).

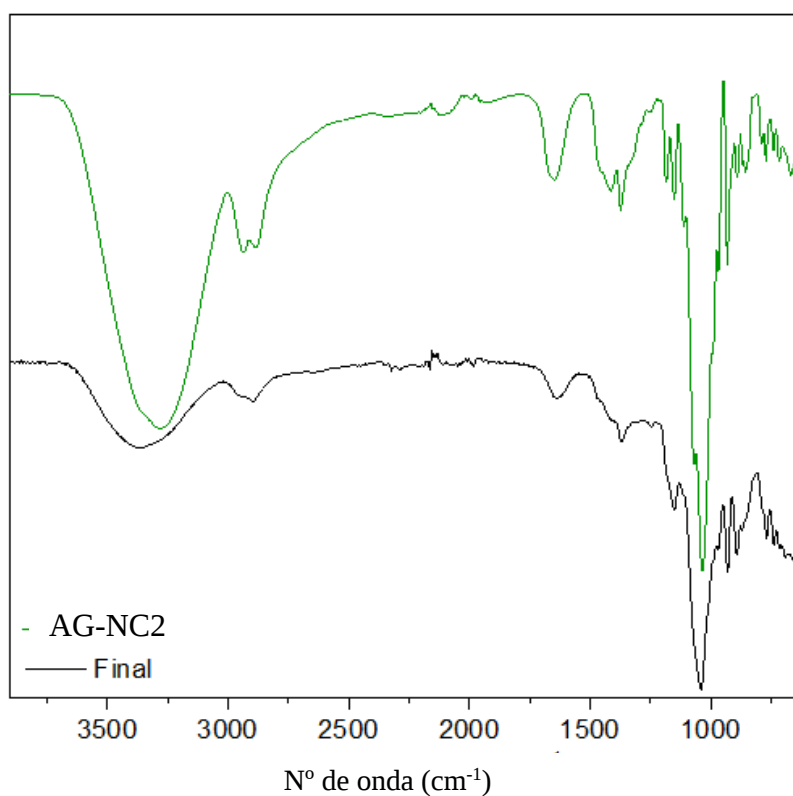


Figura 47. Espectro FTIR do filme de ágar com 2 % de nanocelulose (AG-NC2) no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade (autora, 2026).

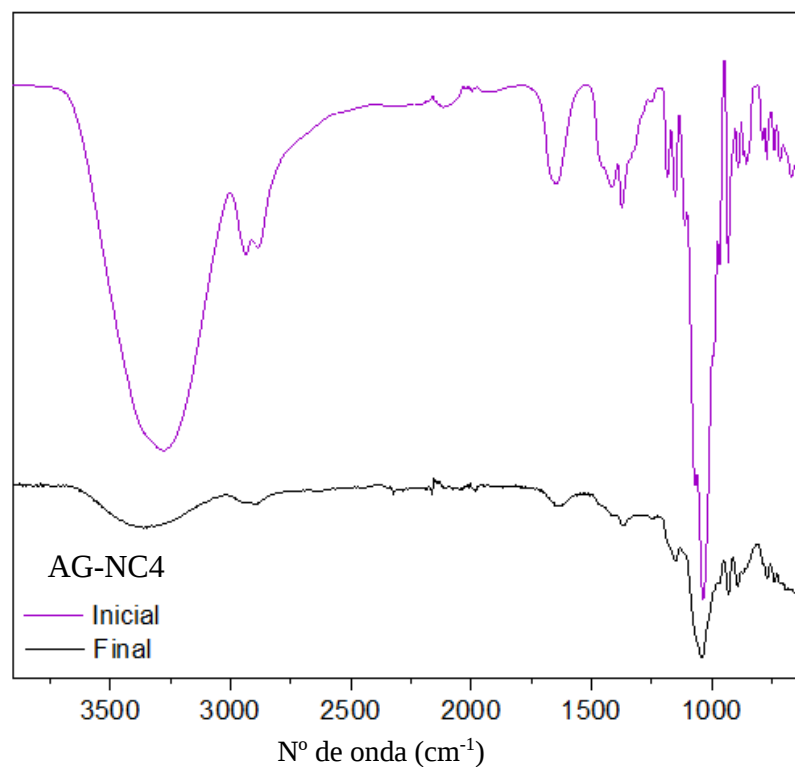


Figura 48. Espectro FTIR do filme de ágar com 4 % de nanocelulose (AG-NC4) no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade (autora, 2026).

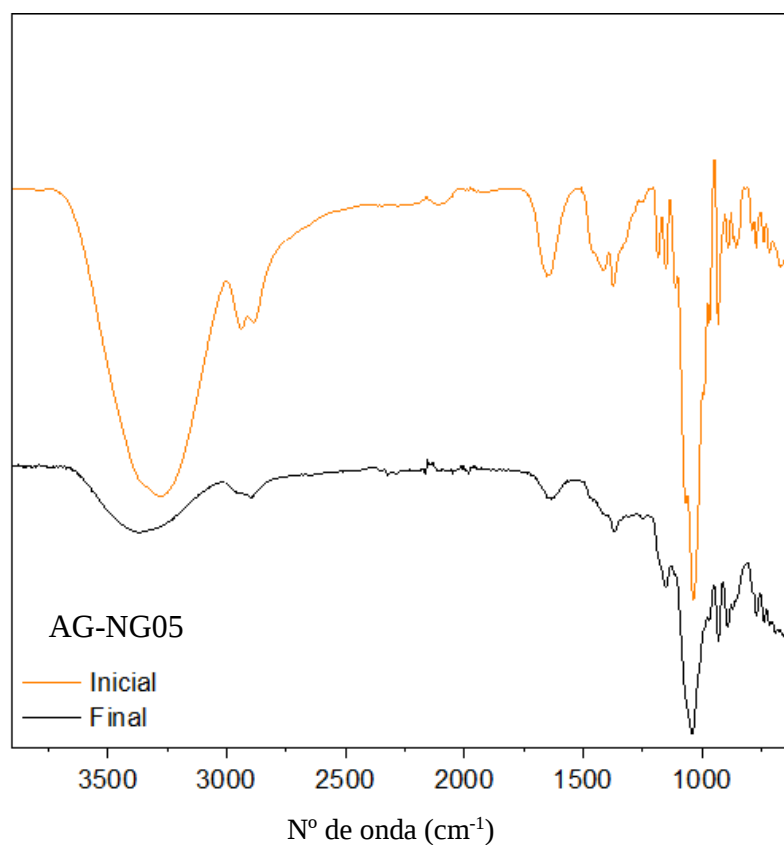


Figura 49. Espectro FTIR do filme de ágar com 0,5 % de grafeno (AG-NG05) no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade (autora, 2026).

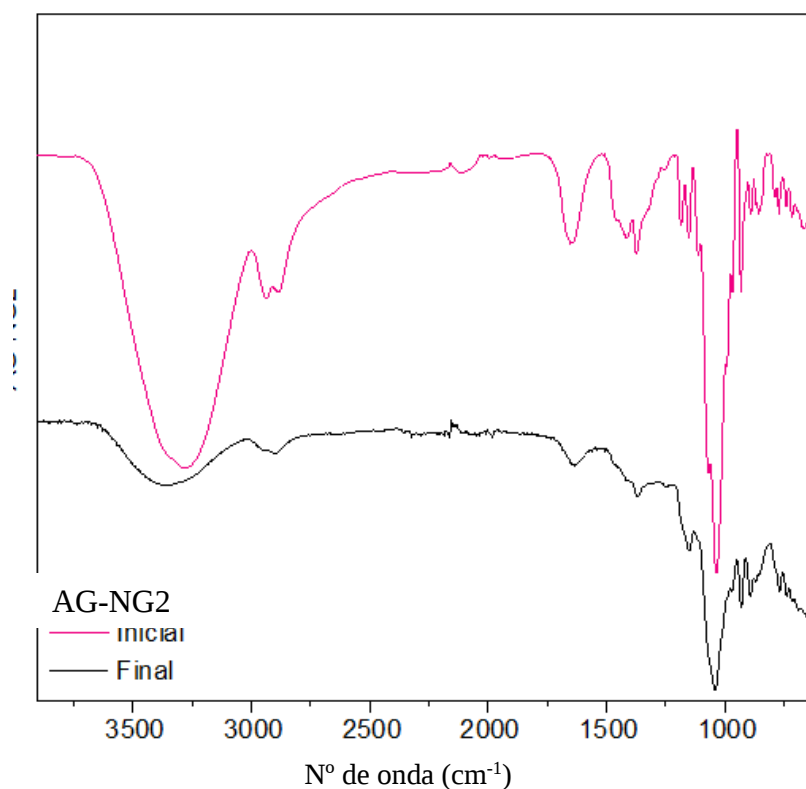


Figura 49. Espectro FTIR do filme de ágar com 2 % de grafeno (AG-NG2) no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade (autora, 2026).

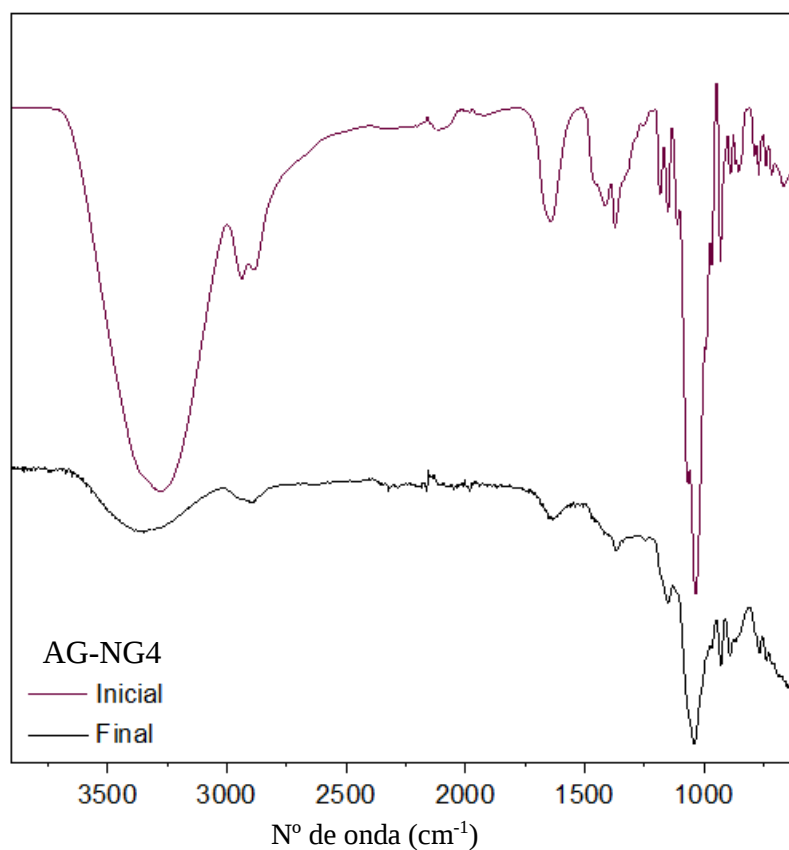


Figura 50. Espectro FTIR do filme de ágar com 4 % de grafeno (AG-NG4) no início e no fim do período de avaliação da biodegradabilidade (autora, 2026).

A análise química comparando os filmes iniciais com os submetidos ao processo de degradação final revelou modificações na estrutura molecular dos materiais. Uma das alterações observadas nos espectros foi a redução da intensidade da banda O–H ($3600\text{--}3000\text{ cm}^{-1}$), indicando a diminuição das redes de ligações de hidrogênio e a perda de integridade da matriz de ágar devido à desestruturação das cadeias poliméricas. Houve redução na intensidade das bandas entre 1200 e 1000 cm^{-1} , referentes às vibrações C–O–C. Isso sugere a ruptura das ligações glicosídicas e a fragmentação das cadeias de polissacarídeos pelo ataque enzimático dos microrganismos. Foi observada a formação de novos grupos funcionais através do aparecimento ou intensificação de bandas na região de carbonilas, podendo indicar a oxidação da estrutura química durante o processo (Jiang *et al.*, 2023; Kandhol *et al.*, 2024; Lemus *et al.*, 2021; Reddy & Rhim, 2014; Shankar & Rhim, 2016; Surya *et al.*, 2022).

A influência das nanocargas na taxa de biodegradação apresentou comportamentos distintos. Quanto à nanocelulose, a adição de 4,0 % da nanocarga promoveu as maiores alterações no filme, evidenciada pelo desgaste aparente nas bordas do material e confirmado pelas alterações mais evidentes no espectro FTIR em relação às demais amostras com nanocelulose.

Embora a NC seja biodegradável (Pourghasemi-Soufiani & Amidi-Fazli, 2025), estudos mostraram que o aumento da concentração de NC em filmes de ágar levou a uma maior resistência à degradação ao longo do tempo, devido ao aumento da cristalinidade e da densidade da rede de ligações de hidrogênio, o que dificulta o acesso inicial das enzimas microbianas (Surya *et al.*, 2022). A incorporação de NC em filmes de amido, por exemplo, não impactou significativamente a taxa de degradação, pois os filmes se desintegraram em pequenos fragmentos no solo em 15 dias, tal como o amido puro (Trang *et al.*, 2025). No entanto, a degradação de biopolímeros é mediada por enzimas e pode ser inibida pela adição de certas nanocargas (Cauduro *et al.*, 2025).

Quanto aos filmes grafeno, todos apresentaram comportamento semelhante ao filme AG-NC4, evidenciado por alterações perceptíveis no espectro FTIR e pelo desgaste nas bordas dos filmes. A literatura indica que o material pode sofrer oxidação durante o processo de biodegradação microbiana. Em baixas concentrações, derivados de grafeno podem inclusive acelerar a taxa de mineralização em certos compósitos poliméricos, embora sua presença tenda a aumentar a estabilidade estrutural geral do filme frente a outros tipos de degradação, como o intemperismo UV (Carniel *et al.*, 2021).

O óxido de grafeno, em estudos anteriores, demonstrou ser passível de biodegradação por microrganismos, sofrendo oxidação durante o processo (Carniel *et al.*, 2021). Em testes de

degradação em solo, o OG a 0,25 % (m/m) em PBAT acelerou a taxa de mineralização, possivelmente devido à redução do peso molecular do polímero durante o processamento (Cardoso *et al.*, 2025).

Os resultados confirmam que a incorporação de nanofibras de celulose e nanoplaquetas de grafeno não compromete o caráter biodegradável da matriz de ágar, embora module a cinética de degradação e a estabilidade físico-química inicial dos filmes quando dispostos em solo.

6 CONCLUSÕES

O método utilizado para a produção dos filmes poliméricos foi eficaz, e proporcionou filmes adequados para análise. Os filmes desenvolvidos com ágar e com ágar e nanocelulose obtiveram uma coloração esbranquiçada. Já os filmes com grafeno apresentaram coloração mais escura conforme o aumento da concentração utilizada, devido à coloração preta da matéria-prima.

Todos os filmes produzidos apresentaram uma estrutura densa e ausência de poros. A nanocelulose apresentou dispersão na matriz de ágar, formando filme homogêneos e confirmando a compatibilidade entre os polímeros, mas com alguns aglomerados na superfície que aumentaram com o aumento da concentração adicionada. Já o grafeno apresentou tendência à aglomeração, comprometendo a homogeneidade superficial e da seção transversal, sugerindo compatibilidade limitada com o ágar.

A espessura dos filmes com NG aumentou com o aumento da concentração devido ao aumento no volume total da solução filmogênica, sendo menor do que a dos filmes com NC em 0,5 % (m/m) e maior nas concentrações superiores. A NC, por sua vez, não afetou significativamente a espessura, sugerindo que sua acomodação na matriz foi mais efetiva, devido à dispersão. Os filmes apresentaram aumento na cor com o aumento da concentração de nanocarga adicionada a partir de 2,0 % (m/m) para NC e 0,5 % (m/m) para NG, sendo os valores diferentes também na comparação entre as cargas. A transparência dos filmes foi reduzida e opacidade aumentada com o aumento da concentração de nanocarga adicionada, sendo que os filmes com NG apresentaram menor transparência e maior opacidade devido à sua cor escura e alta capacidade de absorção de luz.

O grau de inchamento dos filmes não foi afetado pela presença de nanocelulose, enquanto o grafeno aumentou os valores na concentração de 4,0 % (m/m), apresentando valores superiores à NC. O ângulo de contato foi influenciado pela adição das nanocargas, evidenciando que partículas polares (NC) aumentam a hidrofiliabilidade e partículas apolares (NG) tendem a aumentar a hidrofobicidade. Não houve alteração da energia superficial com a adição das nanocargas. A solubilidade em água dos filmes diminuiu com a adição de grafeno em 0,5 % (m/m) e 2,0 % (m/m), mas não foi afetada pelas demais formulações. A permeabilidade ao vapor de água não sofreu alterações com a adição de nanocargas. O fato das nanocargas reduzirem ou não afetarem a solubilidade em água e a permeabilidade ao vapor de água é uma vantagem, pois mantém uma característica física positiva do material. A análise por FTIR indicou a formação de redes estruturais mais estáveis entre a matriz e as nanocargas por meio

de ligações de hidrogênio (com NC) e interações físico-químicas (com NG), que são positivas para manter as propriedades do material.

A resistência à tração foi reduzida com o aumento da concentração de nanocarga adicionada, apresentando diferença entre as nanocargas com 0,5 % (m/m), em que o filme com NG teve um menor valor. O alongamento na ruptura não sofreu alterações com as concentrações de aditivos testados, mas em 2,0 e 4,0 % (m/m) os filmes com NC apresentaram valores superiores aos filmes com NG. O módulo de elasticidade diminuiu com a adição de ambas as nanocargas, sendo que em 2,0 e 4,0 % (m/m) os filmes com grafeno mostraram valores superiores.

As análises térmicas mostraram que os filmes com aditivos possuem melhor organização estrutural devido às fortes ligações intermoleculares das nanocargas com a matriz. Isso também sugere maior estabilidade térmica, uma vez que mais energia é necessária para a ocorrência de transições térmicas. Os filmes com aditivos também deslocaram a temperatura do pico de degradação térmica para temperaturas mais elevadas, evidenciando sua característica de reforço térmico.

A nanocelulose não apresentou efeito antimicrobiano, enquanto o grafeno apresentou efeito antimicrobiano contra *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus* (microrganismo gram-positivo). Esse resultado mostra um potencial de aplicação do material com NG em embalagens alimentícias, onde a contaminação microbiana é um fator importante a ser eliminado.

O teste de prateleira mostrou que os filmes de ágar, puros e reforçados com 4% (m/m) de nanocelulose ou grafeno, apresentaram estabilidade ao longo de seis meses. A resistência dos filmes de ágar ao envelhecimento UV dependeu do tipo e da concentração de nanocargas adicionadas, sendo o grafeno o aditivo mais eficaz na redução da degradação e na manutenção da estabilidade estrutural do material. O teste de biodegradabilidade mostrou que as nanocargas não prejudicaram a biodegradabilidade dos filmes, sendo as formulações com NC em 4,0 % (m/m) e com grafeno as que mais apresentaram alterações.

Em suma, o NG foi mais eficaz para a estabilidade à degradação UV, melhoria das propriedades ópticas, atividade antibacteriana e solubilidade em água, sendo ideal para aplicações em que a coloração escura seja adequada; enquanto a NC preservou melhor a aparência e cor original e gerou filmes mais flexíveis. Ambas as cargas de reforço atuaram como reforço térmico e mantiveram a estrutura do filme densa e sem poros, com a hidrofilicidade, a barreira ao vapor de água e a biodegradabilidade inalteradas.

Em termos acadêmicos, a pesquisa contribuiu para preencher lacunas na literatura quanto à comparação direta entre os efeitos de nanocelulose e grafeno em filmes de ágar, propondo

formulações inéditas e sistematicamente avaliadas. Do ponto de vista tecnológico, os achados oferecem potencial para a aplicação prática dos materiais desenvolvidos, especialmente em embalagens biodegradáveis, ativas e funcionais.

Apesar dos avanços obtidos, a investigação abre espaço para estudos futuros que explorem a combinação simultânea das duas nanocargas em uma mesma matriz, bem como a avaliação em escala piloto e industrial, a fim de verificar a viabilidade econômica e a performance em condições reais de uso. Além disso, testes para verificar o comportamento como embalagem de alimentos, avaliando a estabilidade do produto embalado, também são relevantes. Assim, o presente trabalho reforça a relevância dos biopolímeros, contribuindo para a inovação científica, a sustentabilidade ambiental e o desenvolvimento de novos materiais de interesse estratégico.

Para disseminação do conhecimento científico, foram já publicados alguns estudos envolvendo esse trabalho: “Redução do grau de inchamento de um filme biopolimérico à base de ágar a partir da adição de nanocelulose como reforço”, no 8º Congresso Internacional de Tecnologia para o Meio Ambiente; “Efeito da adição de nanocelulose na solubilidade em água de um biopolímero à base de ágar”, no 8º Congresso Internacional de Tecnologia para o Meio Ambiente; “O grafeno como inibidor de *Staphylococcus aureus* em filmes biopoliméricos à base de ágar”, no 25º Congresso Brasileiro de Engenharia Química; “Incorporação de grafeno como nanocarga redutora da permeabilidade ao vapor de água em filmes poliméricos biodegradáveis de ágar”, no 25º Congresso Brasileiro de Engenharia Química. Além disso, uma produção técnica já foi publicada em forma de patente: “Filme biopolimérico, processo de obtenção de filme biopolimérico e uso de filme biopolimérico”.

REFERÊNCIAS

ABDALRAZEQ, M.; JARADAT, N.; QADI, M.; GIOSAFATTO, C. V. L.; DELL'OLMO, E.; GAGLIONE, R.; ARCIELLO, A.; PORTA, R. Physicochemical and antimicrobial properties of whey protein-based films functionalized with palestinian satreja capitata essential oil. **Coatings**, v. 11, p. 1364-1376, 2021.

ABIPLAST – Associação Brasileira da Indústria do Plástico. Disponível em: <https://www.abiplast.org.br/wp-content/uploads/2023/09/perfil_2022_pt.pdf>. Acesso em: 18 mar. 2025.

AFNI, N. N.; KUSUMANINGRUM, W. B.; HERMAWAN, D.; NURHAMIYAH, Y.; NURHAYAT, O. D.; DIMYATI, A. Deep eutectic solvent pre-treated sweet sorghum stalk (*Sorghum bicolor* (L.) Moench) nanocellulose and its application to agar-based bioplastics. **Waste and Biomass Valorization**, v. 16, p. 1085-1100, 2025.

ALVES, A. W. S. **Técnicas de maricultura da macroalga vermelha *Gracilaria birdiae* na praia de Flecheiras, Trairi/CE: Efeito de parâmetros ambientais e climáticos sobre a produção de biomassa e extração de ágar**. 2016. 65p. Dissertação (Mestrado em Bioquímica) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2016.

AL-SAGHEER, L. A. M.; FAREA, M. A. Advanced graphene and polymer nanocomposites for next-generation environmental gas sensing. **Diamond & Related Materials**, v. 152, p. 111991-112002, 2025.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM 3418-21-25**: Standard test method for transition temperatures and enthalpies of fusion and crystallization of polymers by differential scanning calorimetry. Estados Unidos, 2025.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D2244**: Standard test method for calculation of color differences from instrumentally measured color coordinates. Estados Unidos, 2000.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D5946**: Standard test method for corona-treated polymer films using water contact angle measurements. Estados Unidos, 2025.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D63822**: Standard test method for tensile properties of plastics. Estados Unidos, 2022.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D6988**: Standard guide for determination of thickness of plastic film test specimens. Estados Unidos, 2021.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D790-17**: Standard test methods for flexural properties of unreinforced and reinforced plastics and electrical insulating materials. Estados Unidos, 2026.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E1131-25**: Standard test method for compositional analysis by thermogravimetry. Estados Unidos, 2025.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E1252**: Standard practice for general techniques for obtaining infrared spectra for qualitative analysis. Estados Unidos, 2021.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM G154-16**: Standard practice for operating fluorescent ultraviolet (UV) lamp apparatus for exposure of nonmetallic materials. Estados Unidos, 2023.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM G160-12**: Standard practice for evaluating microbial susceptibility of nonmetallic materials by laboratory soil burial. Estados Unidos, 2019.

AMJADI, S.; ALMASI, H.; GHADERTAJ, A.; MEHRYAR, L. Whey protein isolate-based films incorporated with nanoemulsions of orange peel (*Citrus sinensis*) essential oil: Preparation and characterization. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 45, p. 15196-15208, 2020.

ANSARIFAR, E.; MORADINEZHAD, F. Preservation of strawberry fruit quality via the use of active packaging with encapsulated thyme essential oil in zein nanofiber film. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 56, p. 4239-4247, 2021.

APRILIYANI, M. W.; PURWADI; MANAB, A.; APRILIYANTI, M. W.; IKHWAN, A. D. Characteristics of moisture content, swelling, opacity and transparency with addition chitosan as edible films/coating base on casein. **Advance Journal of Food Science and Technology**, v. 18, p. 9-14, 2020.

ARAÚJO, C. M. B.; GHISLANDI, M. G.; RIOS, A. G.; COSTA, G. R. B.; NASCIMENTO, B. F.; FERREIRA, A. F. P.; SOBRINHO, M. A. M.; RODRIGUES, A. E. Wastewater treatment using recyclable agar-graphene oxide biocomposite hydrogel in batch and fixed-bed adsorption column: Bench experiments and modeling for the selective removal of organics. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 639, p. 128357-128372, 2022.

ARRIETA, M. P.; GARRIDO, L.; FABÁ, S.; GUARDA, A.; GALOTTO, M. J.; DICASTILLO, C. L. *Cucumis metuliferus* fruit extract loaded acetate cellulose coatings for antioxidant active Packaging. **Polymers**, v. 12, p. 1248-1267, 2020.

BELAY, M. Preparation of biodegradable reduced graphene oxide/agar composites by in situ reduction of graphene oxide. **International Journal of Polymer Science**, v. 2023, p. 1-6, 2023.

BELAY, M.; NEGARALE, R. K.; VERMA, V. Preparation and characterization of graphene-agar and graphene oxide-agar composites. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 2017, p. 45085-45097, 2017.

CAMPOS-REQUENA, V. H.; RIVAS, B. L.; PÉREZ, M. A.; FIGUEROA, C. R.; FIGUEROA, N. E.; SANFENTES, E. A. Thermoplastic starch/clay nanocomposites loaded with essential oil constituents as packaging for strawberries: In vivo antimicrobial synergy over *Botrytis cinerea*. **Postharvest Biology and Technology**, v. 129, p. 29-36, 2017.

CANDIR, E.; OZDEMIR, A. E.; AKSOY, M. C. Effects of chitosan coating and modified atmosphere packaging on postharvest quality and bioactive compounds of pomegranate fruit. **Scientia Horticulturae**, v. 235, p. 235-243, 2018.

CARDOSO, K. L. F.; SOUZA, P. M. S.; ALVES, R. M. V.; FECHINE, G. J. M. Poly(butyleneadipate-co-terephthalate)/graphene oxide nanocomposite films for food packaging applications. **Applied Polymer Materials**, v. 7, p. 5229-5239, 2025.

CARNIEL, F. C.; FORTUNA, L.; ZANELLI, D.; GARRIDO, M.; VÁZQUEZ, E.; GONZÁLEZ, V. J.; PRATO, M.; TRETACH, M. Graphene environmental biodegradation: Wood degrading and saprotrophic fungi oxidize few-layer graphene. **Journal of Hazardous Materials**, v. 414, p. 125553-125562, 2021.

CAUDURO, F.; GHELLER JR, J.; ARAUJO, D. R.; BERGEL, B. F.; SPIEKERMANN, F. L. Abordagens para avaliação da biodegradação de polímeros. In: Congresso Internacional sobre Materiais Plásticos Compostáveis e de Fonte Renovável, 4, 2025, São Paulo.

CHEN, L.; LI, Y.; DU, Q.; WANG, Z.; XIA, Y.; YEDINAK, E.; LOU, J.; CI, L. High performance agar/graphene oxide composite aerogel for methylene blue removal. **Carbohydrate Polymers**, v. 155, p. 345-353, 2017.

DICASTILLO, C. L.; BUSTOS, F.; GUARDA, A.; GALOTTO, M. J. Cross-linked methyl cellulose films with murta fruit extract for antioxidant and antimicrobial active food packaging. **Food Hydrocolloids**, v. 60, p. 335-344, 2016.

DUNGANI, R.; SUMARDI, I.; SUHAYA, Y.; ADITIAWATI, P.; DODY, S.; ROSAMAH, E.; ISLAN, M. N.; HARTATI, S.; KARLIATI, T. Reinforcing effects of seaweed nanoparticles in agar-based biopolymer composite: Physical, water vapor barrier, mechanical, and biodegradable properties. **BioResources**, v. 16, p. 5118-5132, 2021.

EUROPEAN BIOPLASTICS. Disponível em: <<https://www.european-bioplastics.org/news/multimedia-pictures-videos/>>. Acesso em: 18 mar. 2025.

FARRIS, S. SCHAICH, K. M.; LIU, L.; COOKE, P. H.; PIERGIOVANNI, L.; YAM, K. L. Gelatine/pectin composite films from polyion-complex hydrogels. **Food Hydrocolloids**, v. 25, p. 61-70, 2011.

FILIPINI, G. S.; ROMANI, V. P.; MARTINS, V. G. Blending collagen, methylcellulose, and whey protein in films as a greener alternative for food packaging: Physicochemical and biodegradable properties. **Packaging Technology and Science**, v. 34, p. 91-103, 2021.

FOWKES, F. M. Attractive Forces at Interfaces. **Industrial and Engineering Chemistry**, v. 56, p. 40-52, 1964.

FRANSISCA, D.; ABDULLAH, A. H. D.; NURHAYATI; IRIANTO, H. E.; NISSA, R. C.; SEDAYU, B. B.; SYAMANI, F. A.; RAHARJO, S.; SUWARI; AGUSMAN. Impact of agar-glycerol ratios on the physicochemical properties of biodegradable seaweed films: A compositional study. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 280, p. 135855-135880, 2024.

FREILE-PELEGRÍN, Y.; MADERA-SANTANA, T.; ROBLEDO, D.; VELEVA, L.; QUINTANA, P.; AZAMAR, J. A. Degradation of agar films in a humid tropical climate: Thermal, mechanical, morphological and structural changes. **Polymer Degradation and Stability**, v. 92, p. 244-252, 2007.

GBIF – Global Biodiversity Information Facility. Disponível em: <<https://www.gbif.org/species/106>>. Acesso em: 19 mar. 2025.

GE, J.; LU, W.; ZHANG, H.; GONG, Y. WANG, J.; XIE, Y.; CHANG, Q.; 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. 129200-129211, 2024.

GHELLER JR., J.; CAUDURO, F.; ARAUJO, D. R.; BERGEL, B. F.; SPIEKERMANN, F. L. Processamento de biopolímeros: desafios e estratégias. In: Congresso Internacional sobre Materiais Plásticos Compostáveis e de Fonte Renovável, 4., 2025, São Paulo.

GHOSH, S.; KAUSHIK, R.; NAGALAKSSHMI, K.; HOTI, S. L.; MENEZES, G. A.; HARISH, B. N.; VASAN, H. N. Antimicrobial activity of highly stable silver nanoparticles embedded in agar-agar matrix as a thin film. **Carbohydrate Research**, v. 345, p. 2220-2227, 2010.

GIMÉNEZ, B.; LÓPEZ DE LACEY, A.; PÉREZ-SANTÍN, E.; LÓPEZ-CABALLERO, M. E.; MONTERO, P. Release of active compounds from agar and agar e gelatin films with green tea extract. **Food Hydrocolloids**, v. 30, p. 264-271, 2013.

GOLDSTEIN J. I.; NEWBURY, D. E.; ECHLIN, P.; JOY, D. C.; LYMAN, C. E.; LIFSHIN, E.; SAWYER, L.; MICHAEL, J. R. Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis. 3th ed., Kluwer Academic/Plenum Publishers, NY, 2003.

GUERRERO, P.; ETXABIDE, A.; LECETA, I.; PEÑALBA, M.; DE LA CABA, K. Extraction of agar from *Gelidium sesquipedale* (Rhodophyta) and surface characterization of agar based films. **Carbohydrate Polymers**, v. 99, p. 491-498, 2014.

HAN, H. S.; SONG, K. B.; Noni (*Morinda citrifolia*) fruit polysaccharide films containing blueberry (*Vaccinium corymbosum*) leaf extract as an antioxidant packaging material. **Food Hydrocolloids**, v. 112, p. 106372-106380, 2021.

HE, S.; WU, Y.; ZHANG, Y.; LUO, X.; GIBSON, C. T.; GAO, J.; JELICOE, M.; WANG, H.; YOUNG, D. J.; RASTON, C. L. Enhanced mechanical strength of vortex fluidic mediated biomass-based biodegradable films composed from agar, alginate and kombucha cellulose hydrolysates. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 253, p. 127076-127087, 2023.

HOSSAIN, L.; LEDESMA, R. M. B.; TANNER, J.; GARNIER, G. Effect of crosslinking on nanocellulose superabsorbent biodegradability. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, v. 3, p. 100199-100205, 2022.

ISOTTON, F. S. **Desenvolvimento e caracterização de filmes de amido de milho esterificado com plastificante glicerol, sorbitol e poli(álcool vinílico)**. 2013. 100p.

Dissertação (Mestrado em Engenharia de Processos e Tecnologias) – Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2013.

JAFFAR, S. S.; SAALLAH, S.; MISSION, M.; SIDDIQUEE, S.; ROSLAN, J.; LENGGORO, W. Development and characterization of carrageenan/nanocellulose/silver nanoparticles bionanocomposite film from *Kappaphycus alvarezii* seaweed for food packaging. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 311, p. 143922-143922, 2025.

JANCY, S.; SHRUTHY, R.; PREETHA, R. Fabrication of packaging film reinforced with cellulose nanoparticles synthesised from jack fruit non-edible part using response surface methodology. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 142, p. 63-72, 2020.

JAPANESE INDUSTRIAL STANDARDS. **JIS Z 2801:2010**: Antibacterial products - Test for antibacterial activity and efficacy. Japão, 2010.

JESUS, G. L. **Obtenção, caracterização e comparação de filmes à base de proteínas do soro de leite**. 2020. 188p. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2020.

JIANG, J.; ZHAO, R.; WANG, T.; SONG, B.; CHEN, Y.; ZHANG, H.; DONG, B. Agar/graphene conductive organogel with self-healable, adhesive, and wearable properties. **Composites & Nanocomposites**, v. 58, p. 5287-5297, 2023.

JUMAIDIN, R.; SAPUAN, S. M.; JAWAID, M.; ISHAK, M. R.; SAHARI, J. Characteristics of thermoplastic sugar palm Starch/Agar blend: Thermal, tensile, and physical properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 89, p. 575-581, 2016.

JUMAIDIN, R.; SAPUAN, S. M.; JAWAID, M.; ISHAK, M. R.; SAHARI, J. Effect of seaweed on mechanical, thermal, and biodegradation properties of thermoplastic sugar palm starch/agar composites. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 99, p. 265-273, 2017.

KAN, J.; LIU, J.; YONG, H.; LIU, Y.; QIN, Y.; LIU, J. Development of active packaging based on chitosan-gelatin blend films functionalized with chinese hawthorn (*Crataegus pinnatifida*) fruit extract. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 140, p. 384-392, 2019.

KANDHOL, G.; WADHWA, H.; VERMA, A. Glass transition temperature of agar-reduced graphene Oxide (RGO) composites using 2-D contour mapping of temperature dependent FTIR spectra. **Chemical Physics Impact**, v. 9, p. 100690-100701, 2024.

KAHRAMANOGLU, I.; Effects of lemongrass oil application and modified atmosphere packaging on the postharvest life and quality of strawberry fruits. **Scientia Horticulturae**, v. 26, p. 108527-108536, 2019.

KUREK, M.; BENBETTAIEB, N.; SCETAR, M.; CHAUDY, E.; REPAJIC, M.; KLEPAC, D.; VALIC, S.; DEBEAUFORT, F.; GALIC, K. Characterization of food packaging films with blackcurrant fruit waste as a source of antioxidant and color sensing intelligent material. **Molecules**, v. 26, p. 2569-2584, 2021.

LEITE, L. S. F.; BILATTO, S.; PASCHOALIN, R. T.; SOARES, A. C.; MOREIRA, F. K. V.; OLIVEIRA JR, O. N.; MATTOSO, L. H. C.; BRAS, J. Eco-friendly gelatin films with rosin-grafted cellulose nanocrystals for antimicrobial packaging. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 165, p. 2974-2983, 2020.

LEMUS, L. M, R.; AZAMAR-BARRIOS, J. A.; ORTIZ-VAZQUEZ, E.; QUINTANA-OWEN, P.; FREILE-PELEGRÍN, Y.; PERERA, F. G.; MADERA-SANTANA, T. J. Development and physical characterization of novel bio-nanocomposite films based on reduced graphene oxide, agar and melipona honey. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, v. 2, p. 100133-100142, 2021.

LEONARDELLI, C.; SILVESTRE, W. P.; BALDASSO, C. Effect of chitosan addition in whey-based biodegradable films. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 63, p.1-16, 2020.

LIEW, S. Y.; JUAN, J. C.; LAI, C. W.; PAN, G. T.; YANG, T. C. K.; LEE, T. K. An eco-friendly water-soluble graphene-incorporated agar gel electrolyte for magnesium-air batteries. **Ionics**, v. 25, p. 1291-1301, 2019.

LI, Z.; KHAN, M. R.; AHMAD, N.; ZHANG, W.; GOKSEN, G. Preparation of polysaccharide-based films synergistically reinforced by tea polyphenols and graphene oxide. **Food Chemistry: X**, v. 27, p. 102414-102425, 2025.

LIMA, G. G.; ZAKALUK, I. C. B.; ARTNER, M. A.; PEDRO, A. C.; CADEMARTORI, P. H. G.; MUNIZ, G. I. B.; MAGALHÃES, W. L. E. Enhancing barrier and antioxidant properties o, p. f nanocellulose films for coatings and active packaging: A review. **Applied Nano Materials**, v. 8, p. 4397-4421, 2025.

LIU, X.; ZHAO, J.; XIA, K.; LIU, T.; ZHANG, J.; ZHANG, X. Study on intermolecular interactions of agar, κ -carrageenan and cellulose nanofiber and their application in food packaging film. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 315, p. 144634-144643, 2025.

MACEDO, V.; BARROS, A. R.; ZIMMERMANN, M. V. G.; SCIENZA, L. C.; ZATTERA, A. J. Hidrofobização de fibras de celulose de pinus e sua influência na sorção de óleo. In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 21., 2014, Cuiabá.

MADERA-SANTANA, T. J.; FREILE-PELEGRÍN, Y.; AZAMAR-BARRIOS, J. A. Physicochemical and morphological properties of plasticized poly(vinyl alcohol)-agar biodegradable films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 69, p. 176-184, 2014.

MANNHEIMER W. A. **Microscopia dos materiais**: Uma introdução. Sociedade Brasileira de Microscopia e Microanálise. UFRJ, 2002.

MAZAHARI, M.; KIM, J. T.; SHI, G. H. Synergistic enhancement of PLA/PHA bio-based films using tempo-oxidized cellulose nanofibers, graphene oxide, and clove oil for sustainable packaging. **Materials Today Communications**, v. 42, p. 111531-111545, 2025.

- MELÉNDEZ-RODRÍGUEZ, B.; TORRES-GINER, S.; REIS, M. A. M.; SILVA, F.; MATOS, M.; CABEDO, L.; LAGARÓN, J. M. Blends of poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) with fruit pulp biowaste derived poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate-co-3-hydroxyhexanoate) for organic recycling food packaging. **Polymers**, v. 13, p. 1155-1174, 2021.
- MENCZEL, J. D.; PRIME, R. B. **Thermal analysis of polymers: Fundamentals and applications**. Editora Wiley, Estados Unidos, 2009.
- MINDIVAN, F.; GÖKTAŞ, M. Grafen türevleri dolgulu PCL kompozit filmlerin sentezi, yapısal özellikleri ve biyobozunurluğu. **Pamukkale Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi**, v. 30, p. 862-868, 2024.
- MOHAJER, S.; REZAEI, M.; HOSSEINI, S. F. Physico-chemical and microstructural properties of fish gelatin/agar bio-based blend films. **Carbohydrate Polymers**, v. 157, p. 784-793, 2017.
- MOHAMED, S. A. A.; EL-SAKHAWY, M.; EL-SAKHAWY, M. A. M. Polysaccharides, protein and lipid-based natural edible films in food packaging: A review. **Carbohydrate Polymers**, v. 238, p. 116178-116192, 2020.
- MOKKAPATI, V. R. S. S.; PANDIT, S.; KIM, J.; MARTENSSON, A.; LOVMAR, M.; WESTERLUND, F.; MIJAKOVIC, I. Bacterial response to graphene oxide and reduced graphene oxide integrated in agar plates. **Royal Society Open Science**, v. 5, p. 181083-181093, 2018.
- MOTELICA, L.; FICAI, D.; FICAI, A.; OPREA, O. C.; KAYA, D. A.; ANDRONESCU, E. Biodegradable antimicrobial food packaging: Trends and perspectives. **Foods**, v. 9, p. 1438-1474, 2020.
- MURANO, E.; TOFFANIN, R.; ZANETTI, F.; KNUTSEN, S. H.; PAOLETTI, S.; RIZZO, R. Chemical and macromolecular characterisation of agar polymers from *Gracilaria dura* (C. Agardh) J. Agardh (Gracilariaceae, Rhodophyta). **Carbohydrate Polymers**, v. 18, p. 171-178, 1992.
- NA, G.; KANG, J. W. Sustainable agar-based film with zinc oxide/carbon quantum dot (ZnO/CQD) nanocomposite for photocatalytic antimicrobial and antioxidant packaging of chicken breast. **Food Hydrocolloids**, v. 168, p. 111568-111585, 2025.
- NASCIMENTO, E. S.; BARROS, M. O.; CERQUEIRA, M. A.; LIMA, H. L.; BORGES, M. F.; PASTRANA, L. M.; GAMA, F. M.; ROSA, M. F.; AZEREDO, H. M. C. GONÇALVES, C. All-cellulose nanocomposite films based on bacterial cellulose nanofibrils and nanocrystals. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 29, p.100715-100725, 2021.
- NEOG, A. B.; GOGOI, R. K.; DUTTA, T.; RAIDONGIA, K. Electrical actuation of hydrophobic bilayer membranes of reduced graphene oxide and agar for inducing chemical reactions in microdroplets. **Applied Nano Materials**, v. 3, p. 6629-6635, 2020.

NEVES, D.; ANDRADE, P. B.; VIDEIRA, R. A.; FREITAS, V.; CRUZ, L. Berry anthocyanin-based films in smart food packaging: A mini-review. **Food Hydrocolloids**, v. 133, p. 107885-107898, 2022.

NORDIN, N.; FISAL, M. F.; OTHMAN, S. H.; TAWAKKAL, I. S. M. A.; BASHA, R. K. Biodegradability of corn starch films containing nanocellulose fiber and thymol. **Nanotechnology Reviews**, v. 13, p. 20240110-20240124, 2024.

ORTIZ, C. M.; MORAES, J. O.; VICENTE, A. R.; LAURINDO, J. B. MAURI, A. N. Scale-up of the production of soy (*Glycine max* L.) protein films using tape casting: Formulation of film-forming suspension and drying conditions. **Food Hydrocolloids**, v. 66, p. 110-117, 2017.

OTHMAN, S. H.; NORDIN, N.; AZMAN, N. A. A.; TAWAKKAL, I. S. M. A.; BASHA, R. K. Effects of nanocellulose fiber and thymol on mechanical, thermal, and barrier properties of corn starch films. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 183, p. 1352-1361, 2021.

PAIVA, C. G.; LEAL, M. S.; FAGUNDES, F. Um breve estudo acerca do uso da tecnologia do grafeno na pavimentação: novos paradigmas para a terceira década do século XXI. **International Journal of Development Research**, v. 12, p. 55839-55844, 2022.

PAPI, M.; PALMIERI, V.; BUGLI, F.; ESPÍRITO, M.; SANGUINETTI, M.; CIANCICO, C.; BRAIDOTTI, M. C.; GENTILINI, S.; ANGELANI, L.; CONTI, C. Biomimetic antimicrobial cloak by graphene-oxide agar hydrogel. **Scientific Reports**, v. 6, p. 1-7, 2016.

PEREIRA, N. R. L.; LOPES, B.; FAGUNDES, I. V.; MORAES, F. M.; MORISSO, F. D. P.; PARMA, G. O. C.; ZEPON, K. M.; MAGNAGO, R. F. Bio-packaging based on cellulose acetate from banana pseudostem and containing *Butia catarinensis* extracts. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 194, p. 32-42, 2022.

PERUMAL, A. B.; HUANG, L.; NAMBIAR, R. B.; HE, Y.; LI, X.; SELLAMUTHU, P. S. Application of essential oils in packaging films for the preservation of fruits and vegetables: A review. **Food Chemistry**, v. 375, p. 131810-131834, 2022.

POURGHASEMI-SOUFIANI, V.; AMIDI-FAZLI, F. Plasticized agar-carboxymethyl cellulose based composites properties reinforced with nanocellulose. **Journal of Renewable Materials**, v. 13, p. 915-929, 2025.

REDDY, J. P.; RHIM, J. W. Characterization of bionanocomposite films prepared with agar and paper-mulberry pulp nanocellulose. **Carbohydrate Polymers**, v. 110, p. 480-488, 2014.

ROCHA, M. ALEMÁN, A.; ROMANI, V. P.; LÓPEZ-CABALLERO, M. E.; GÓMEZ-GUILLÉN, M. C.; MONTERO, P.; PRENTICE, C. Effects of agar films incorporated with fish protein hydrolysate or clove essential oil on flounder (*Paralichthys orbignyanus*) fillets shelf-life. **Food Hydrocolloids**, v. 81, p. 351-363, 2018.

ROY, S.; DAS, T.; GOH, K. L.; VERMA, C.; MAJI, P. K.; SHARMA, K.; CHANG, Y. W. Synergistic effects of fresh garlic juice in cellulose based antimicrobial food packaging film. **Materials Letters**, v. 324, p. 132538-132543, 2022.

ROY, S.; KIM, H. J.; RHIM, J. W. Synthesis of Carboxymethyl Cellulose and Agar-Based Multifunctional Films Reinforced with Cellulose Nanocrystals and Shikonin. **Applied Polymer Materials**, v. 3, p. 1060-1069, 2021.

ROY, S.; RHIM, J. W. Gelatin/agar-based functional film integrated with Pickering emulsion of clove essential oil stabilized with nanocellulose for active packaging applications. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 627, p. 127220-127231, 2021.

SALLES, T. R.; BRUCKMANN, F. S.; SILVA, I. Z.; MORTARI, S. R.; RHODEN, C. R. B. Obtenção de nanocompósito magnético para remoção de metais pesados. In: Simpósio de Ensino, Pesquisa e Extensão, 25., 2021, Santa Maria.

SAMADI, N.; SABZI, M.; BABAAHMADI, M. Self-healing and tough hydrogels with physically cross-linked triple networks based on agar/PVA/graphene. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 107, p. 2291-2297, 2018.

SANI, M. A.; TAVASSOLI, M.; HAMISHEHKAR, H.; MCCLEMENTS, D. J. Carbohydrate-based films containing pH-sensitive red barberry anthocyanins: Application as biodegradable smart food packaging materials. **Carbohydrate Polymers**, v. 255, p. 117488-117497, 2021.

SANTOS, J. P.; URREA-VICTORIA, V. Algas marinhas como fonte de polissacarídeos: ficocoloides. **VI Botânica no Inverno**. Instituto de Biociências da Universidade de São Paulo, cap. 13, p. 124-129, 2016.

SHAMS, B.; EBRAHIMI, N. G.; KHODAIYAN, F. Development of antibacterial nanocomposite: Whey protein-gelatin-nanoclay films with orange peel extract and tripolyphosphate as potential food packaging. **Advances in Polymer Technology**, v. 2019, p.1973184-1973193, 2019.

SHANKAR, S.; RHIM, J. W. Preparation of nanocellulose from micro-crystalline cellulose: The effect on the performance and properties of agar-based composite films. **Carbohydrate Polymers**, v. 135, p. 18-26, 2016.

SHARMA, R.; GHOSHAL, G. Emerging trends in food packaging. **Nutrition & Food Science**, v. 48, p. 764-779, 2018.

SIQUEIRA, G.; BRAS, J.; DUFRESNE, A. Cellulosic bionanocomposites: a review of preparation, properties and applications. **Polymers**, v. 2, p.728-765, 2010.

SURYA, I.; HAZWAN, C. M.; KHALIL, H. P. S. A.; YAHYA, E. B.; SURIANI, A.B.; DANISH, M.; MOHAMED, A. Hydrophobicity and biodegradability of silane-treated nanocellulose in biopolymer for high-grade packaging applications. **Polymers**, v. p. 4147-4165, 2022.

TAJI, K.; SHEKARCHIZADEH, H. Development of an active agar aerogel with dual antioxidant and UV-blocking activities using chlorine-doped graphene quantum dots. **Heliyon**, v. 10, p. 34387-34400, 2024.

TAZHIBAYEVA, S.; TYUSSYUPOVA, B.; YERMAGAMBETOVA, A.; KOKANBAYEV, A.; MUSABEKOV, K. Preparation and regulation of structural mechanical properties of biodegradable films based on starch and agar. **Eastern-European Journal of Enterprise Technologies**, v. 5, p. 107-116, 2020.

TRANG, T. Y. D.; DZUNG, H. T.; LAN, V. P.; DUC, H. T.; HANH, D. T. Corn starch and durian husk nanocellulose composite films: A green approach for biodegradable packaging. **E3S Web of Conferences**, v. 623, p. 1001-1013, 2025.

TUROSSI, T. C.; DUARTE, J.; ZATTERA, A. J.; BALDASSO, C. Fabrication of anti-fouling membranes of polyvinylidene fluoride (PVDF) with the addition of cellulose nanofibers (CNF). **Desalination and Water Treatment**, v. 318, p. 100379-100388, 2024.

VAFAEI, E.; HASANI, M.; SALEHI, N.; SABBAGH, F.; HASANI, S. Enhancement of biopolymer film properties using spermidine, zinc oxide, and graphene oxide nanoparticles: A study of physical, thermal, and mechanical characteristics. **Materials**, v. 18, p. 225-242, 2025.

WANG, L. F.; SHANKAR, S.; RHIN, J. W. Properties of alginate-based films reinforced with cellulose fibers and cellulose nanowhiskers isolated from mulberry pulp. **Food Hydrocolloids**, v. 63, p. 201-208, 2017.

WANG, Q.; TIAN, F.; FENG, Z.; FAN, X.; PAN, Z.; ZHOU, J. Antioxidant activity and physicochemical properties of chitosan films incorporated with *Lycium barbarum* fruit extract for active food packaging. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 50, p. 458-464, 2015.

WANG, X.; GUO, C.; HAO, W.; ULLAH, N.; CHEN, L.; LI, Z. FENG, X. Development and characterization of agar-based edible films reinforced with nano-bacterial cellulose. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 118, p. 722-730, 2018.

XU, M.; HUANG, Q.; WANG, X.; SUN, R. Highly tough cellulose/graphene composite hydrogels prepared from ionic liquids. **Industrial Crops and Products**, v. 70, p. 56-63, 2015.

XUAN, S.; GUO, J.; LI, M.; QIN, X.; HOU, Y.; ZHAN, Q.; JIN, P.; ZHENG, Y.; WU, Z. Long-acting antibacterial nanochitin/nanocellulose bioplastic packaging film. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 309, p. 142862-142873, 2025.

YANG, R.; FU, Y.; SUN, D.; MA, J. Temperature sensing properties of a Fabry-Perot fiber probe based on agar film. **Materials Letters**, v. 321, p. 132401-132405, 2022.

ZHAI, X.; GAO, S.; XIANG, Y.; WANG, A.; LI, Z.; CUI, B.; WANG, W. Cationized high amylose maize starch films reinforced with borax cross-linked nanocellulose. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 193, p. 1421-1429, 2021.

**APÊNDICE A – CONCENTRAÇÕES DE NANOCARGAS TESTADAS
PREVIAMENTE PARA ESCOLHA DA CONCENTRAÇÃO A SER UTILIZADA**

Concentração de nanocelulose/grafeno (% m/m ágar)
0,0
0,5
1,0
2,0
3,0
4,0
5,0

**APÊNDICE B – PARÂMETROS DO SOLO UTILIZADO PARA A ANÁLISE DE
BIODEGRADABILIDADE**

Parâmetro	Inicial
pH	7,13
Umidade (%)	48,81
Sólidos totais (%)	52,44
Sólidos voláteis (%)	25,23
Carbono orgânico (%)	13,78
Nitrogênio total (%)	4,7
Fósforo total (mg·kg ⁻¹)	< 0,5

APÊNDICE C – TABELAS ESTATÍSTICAS REFERENTES ÀS ANÁLISES DOS FILMES

Causas de variação	Espessura (µm)				
	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Carga)	1	0,0000021125	0,0000021125	0,09	0,7699
Efeito Fator B (Concentração)	3	0,0006771375	0,0002257125	9,21	< 0,0001*
Efeito Interação AxB	3	0,0004433375	0,0001477792	6,03	0,0010*
Tratamentos	7	0,0011225875	-	-	-
Resíduo	72	0,0017649000	0,0000245125	-	-
Total	79	0,0028874875	-	-	-
Média geral do experimento			0,0808625		
Desvio padrão residual			0,0049510		
Erro padrão da média			0,0015656		
Coeficiente de variação			6,1227516		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Causas de variação	Cor				
	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Carga)	1	6016,47	6016,47	48453,52	< 0,0001*
Efeito Fator B (Concentração)	3	3978,16	1326,05	10679,34	< 0,0001*
Efeito Interação AxB	3	3710,58	1236,86	9961,02	< 0,0001*
Tratamentos	7	13705,21	-	-	-
Resíduo	32	3,98	0,12417	-	-
Total	39	13709,19	-	-	-
Média geral do experimento			12,722750		
Desvio padrão residual			0,3523776		
Erro padrão da média			0,1575881		
Coeficiente de variação			2,7696657		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Transparência (%·mm ⁻¹)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Carga)	1	68,31	68,31	33595,08	< 0,0001*
Efeito Fator B (Concentração)	3	181,79	60,59	29803,14	< 0,0001*
Efeito Interação AxB	3	86,95	28,98	14254,61	< 0,0001*
Tratamentos	7	337,06	-	-	-
Resíduo	16	0,03253333	0,00203333	-	-
Total	23	337,094862	-	-	-
Média geral do experimento			-19,02125		
Desvio padrão residual			0,0450925		
Erro padrão da média			0,0260342		
Coeficiente de variação			-0,237064		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Opacidade (mm ⁻¹)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Carga)	1	68,24	68,24	46266,13	< 0,0001*
Efeito Fator B (Concentração)	3	73,66	24,55	16645,81	< 0,0001*
Efeito Interação AxB	3	50,56	16,85	11425,43	< 0,0001*
Tratamentos	7	192,46	-	-	-
Resíduo	16	0,02360000	0,00147500	-	-
Total	23	192,48	-	-	-
Média geral do experimento			3,6262500		
Desvio padrão residual			0,0384057		
Erro padrão da média			0,0221736		
Coeficiente de variação			1,0591032		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Grau de inchamento (%)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Carga)	1	39837,20	39837,20	60,41	< 0,0001*
Efeito Fator B (Concentração)	3	94987,60	31662,53	48,01	< 0,0001*
Efeito Interação AxB	3	66128,62	22042,87	33,43	< 0,0001*
Tratamentos	7	200953,41	-	-	-
Resíduo	16	10551,44	659,47	-	-
Total	23	211504,85	-	-	-
Média geral do experimento			301,17917		
Desvio padrão residual			25,680052		
Erro padrão da média			14,826385		
Coeficiente de variação			8,5265034		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Ângulo de contato com água (°)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Carga)	1	310,44	310,44	8,34	0,0069*
Efeito Fator B (Concentração)	3	302,64	100,88	2,71	0,0615
Efeito Fator C (Tempo)	1	265,35	265,32	7,13	0,0118*
Efeito Interação AxB	3	1107,69	369,23	9,92	< 0,0001*
Efeito Interação AxC	1	0,0825	0,0825	0,00	0,9627
Efeito Interação BxC	3	37,92	12,64	0,34	0,7969
Efeito Interação AxBxC	3	12,39	4,13	0,11	0,9531
Tratamentos	15	2036,48	-	-	-
Resíduo	32	1191,58	37,24	-	-
Total	47	3228,06	-	-	-
Média geral do experimento			49,075625		
Desvio padrão residual			6,1022062		
Coeficiente de variação			12,434291		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Ângulo de contato com di-iodometano (°)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Carga)	1	78,30	78,30	6,54	0,0211*
Efeito Fator B (Concentração)	3	42,01	14,00	1,17	0,3523
Efeito Interação AxB	3	44,51	14,84	1,24	0,3284
Tratamentos	7	164,82	-	-	-
Resíduo	16	191,60	11,9	-	-
Total	23	356,41	-	-	-
Média geral do experimento			41,338750		
Desvio padrão residual			3,4604473		
Erro padrão da média			1,9978902		
Coeficiente de variação			8,3709530		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Energia superficial ($\text{mJ} \cdot \text{m}^{-2}$)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Carga)	1	34,08	34,08	1,58	0,2271
Efeito Fator B (Concentração)	3	21,09	7,03	0,33	0,8068
Efeito Interação AxB	3	65,34	21,78	1,01	0,4147
Tratamentos	7	120,52	-	-	-
Resíduo	16	345,54	21,60	-	-
Total	23	466,06	-	-	-
Média geral do experimento			43,381667		
Desvio padrão residual			4,6471909		
Erro padrão da média			2,6830569		
Coeficiente de variação			10,712338		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Solubilidade em água (%)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Carga)	1	1,77	1,77	5,23	0,0361*
Efeito Fator B (Concentração)	3	9,13	3,04	9,02	0,0010*
Efeito Interação AxB	3	9,2	3,07	9,12	0,0009*
Tratamentos	7	20,12	-	-	-
Resíduo	16	5,40	0,34	-	-
Total	23	25,51	-	-	-
Média geral do experimento			23,050417		
Desvio padrão residual			0,5807897		
Erro padrão da média			0,3353191		
Coeficiente de variação			2,5196494		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Resistência à tração (MPa)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Carga)	1	3,88	3,88	3,76	0,0614
Efeito Fator B (Concentração)	3	83,85	27,95	27,06	< 0,0001*
Efeito Interação AxB	3	9,38	3,13	3,03	0,0437*
Tratamentos	7	97,11	-	-	-
Resíduo	32	33,05	1,03	-	-
Total	39	130,16	-	-	-
Média geral do experimento			11,471000		
Desvio padrão residual			1,0163120		
Erro padrão da média			0,4545085		
Coeficiente de variação			8,8598375		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Alongamento na ruptura (%)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Carga)	1	263,53	263,53	8,02	0,0079*
Efeito Fator B (Concentração)	3	186,94	62,31	1,90	0,1502
Efeito Interação AxB	3	106,23	35,41	1,08	0,3726
Tratamentos	7	556,70	-	-	-
Resíduo	32	1051,79	32,87	-	-
Total	39	1608,48	-	-	-
Média geral do experimento			35,153250		
Desvio padrão residual			5,7330890		
Erro padrão da média			2,5639154		
Coefficiente de variação			16,308845		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Módulo de elasticidade (MPa)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Carga)	1	443,96	443,96	1,83	0,1853
Efeito Fator B (Concentração)	3	4871,45	1623,82	6,70	0,0012*
Efeito Interação AxB	3	1522,01	507,34	2,09	0,1205
Tratamentos	7	6837,42	-	-	-
Resíduo	32	7750,56	242,21	-	-
Total	39	14587,98	-	-	-
Média geral do experimento			107,67650		
Desvio padrão residual			15,562939		
Erro padrão da média			6,9599578		
Coefficiente de variação			14,453422		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Permeabilidade ao vapor de água ($\text{mg}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\mu\text{m}^{-1}$)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Carga)	1	0,14776336	0,14776336	1,66	0,2334
Efeito Fator B (Concentração)	3	0,12445153	0,04148384	0,47	0,7137
Efeito Interação AxB	3	0,26512399	0,08837466	0,99	0,4436
Tratamentos	7	0,53733887	-	-	-
Resíduo	8	0,71147131	0,08893391	-	-
Total	15	1,24881018	-	-	-
Média geral do experimento			0,2749000		
Desvio padrão residual			0,2982179		
Erro padrão da média			0,2108719		
Coefficiente de variação			108,48232		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

<i>Escherichia coli</i> (UFC)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Tratamentos	2	1551200000	775600000	7,44	0,0027*
Resíduo	27	2814000000	104222222	-	-
Total	29	4365200000	-	-	-
Média geral do experimento			40600,000		
Desvio padrão residual			10208,929		
Erro padrão da média			3228,3467		
Coeficiente de variação			25,145144		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

<i>Candida auris</i> (UFC)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Tratamentos	2	101266666,7	50633333,33	2,41	0,1091
Resíduo	27	567700000,0	21025925,93	-	-
Total	29	668966666,7	-	-	-
Média geral do experimento			11966,667		
Desvio padrão residual			4585,4036		
Erro padrão da média			1450,0319		
Coeficiente de variação			38,318136		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

<i>Staphylococcus aureus</i> (UFC)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Tratamentos	2	36927793,40	18463896,70	7,21	0,0031*
Resíduo	27	69107254,90	2559527,959	-	-
Total	29	106035048,3	-	-	-
Média geral do experimento			1573,3000		
Desvio padrão residual			1599,8525		
Erro padrão da média			505,91778		
Coeficiente de variação			101,68769		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Teste de prateleira – AG					
Opacidade (mm⁻¹)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Tempo de exposição)	6	3,5244	0,5874	24,67 *	< 0,0001
Efeito Fator B (Ambiente)	1	0,4609	0,4609	19,36 *	0,0001
Efeito Interação AxB	6	0,3920	0,0653	2,74 *	0,0318
Tratamentos	13	4,3773	-	-	-
Resíduo	28	0,6667	0,0238	-	-
Total	41	5,0440	-	-	-
Média geral do experimento			2,1519048		
Desvio padrão residual			0,1543111		
Erro padrão da média			0,0890915		
Coeficiente de variação			7,1709059		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Teste de prateleira – AG-NC4					
Opacidade (mm⁻¹)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Tempo de exposição)	6	0,4880	0,0813	1,85	0,1258
Efeito Fator B (Ambiente)	1	0,3602	0,3603	8,18 *	0,0079
Efeito Interação AxB	6	0,2448	0,0408	0,93	0,4912
Tratamentos	13	1,0931	-	-	-
Resíduo	28	1,2328	0,0440	-	-
Total	41	2,3259	-	-	-
Média geral do experimento			2,4792857		
Desvio padrão residual			0,2098299		
Erro padrão da média			0,1211453		
Coeficiente de variação			8,4633192		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Teste de prateleira – AG-NG4					
Opacidade (mm⁻¹)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Tempo de exposição)	6	8,0401	1,3400	8,87 *	< 0,0001
Efeito Fator B (Ambiente)	1	7,1424	7,1424	47,28 *	< 0,0001
Efeito Interação AxB	6	3,2925	0,5487	3,63 *	0,0086
Tratamentos	13	18,4750	-	-	-
Resíduo	28	4,2302	0,1511	-	-
Total	41	22,7052	-	-	-
Média geral do experimento			10,961905		
Desvio padrão residual			0,3886883		
Erro padrão da média			0,2244093		
Coeficiente de variação			3,5458096		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Teste de prateleira – AG					
Espessura (µm)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Tempo de exposição)	6	336,24	56,04	1,02	0,4337
Efeito Fator B (Ambiente)	1	20,02	20,02	0,36	0,5512
Efeito Interação AxB	6	65,48	10,91	0,20	0,9745
Tratamentos	13	421,74	-	-	-
Resíduo	28	1540,67	55,02	-	-
Total	41	1962,40	-	-	-
Média geral do experimento			71,547619		
Desvio padrão residual			7,4178036		
Erro padrão da média			4,2826709		
Coeficiente de variação			10,367646		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Teste de prateleira – AG-NC4					
Espessura (µm)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Tempo de exposição)	6	296,95	49,49	5,65 *	0,0006
Efeito Fator B (Ambiente)	1	8,59	8,59	0,98	0,3304
Efeito Interação AxB	6	11,24	1,87	0,21	0,9693
Tratamentos	13	316,79	-	-	-
Resíduo	28	245,33	8,76	-	-
Total	41	562,12	-	-	-
Média geral do experimento			86,261905		
Desvio padrão residual			2,9600515		
Erro padrão da média			1,7089865		
Coeficiente de variação			3,4314701		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Teste de prateleira – AG-NG4					
Espessura (µm)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Tempo de exposição)	6	242,62	40,44	0,72	0,6362
Efeito Fator B (Ambiente)	1	288,09	288,09	5,14 *	0,0314
Efeito Interação AxB	6	66,90	11,15	0,20	0,9744
Tratamentos	13	597,62	-	-	-
Resíduo	28	1570,67	56,09	-	-
Total	41	2168,29	-	-	-
Média geral do experimento			86,571429		
Desvio padrão residual			7,4896754		
Erro padrão da média			4,3241661		
Coeficiente de variação			8,6514403		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Teste de prateleira – AG					
Massa (mg)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Tempo de exposição)	6	36,30	6,05	0,22	0,9673
Efeito Fator B (Ambiente)	1	51,04	51,04	1,85	0,1846
Efeito Interação AxB	6	6,14	1,02	0,04	0,9997
Tratamentos	13	93,48	-	-	-
Resíduo	28	772,39	27,59	-	-
Total	41	865,87	-	-	-
Média geral do experimento			27,092857		
Desvio padrão residual			5,2521651		
Erro padrão da média			3,0323389		
Coeficiente de variação			19,385793		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Teste de prateleira – AG-NC4					
Massa (mg)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Tempo de exposição)	6	70,69	11,78	1,35	0,2680
Efeito Fator B (Ambiente)	1	80,37	80,37	9,22 *	0,0051
Efeito Interação AxB	6	17,52	2,92	0,34	0,9125
Tratamentos	13	168,58	-	-	-
Resíduo	28	243,97	8,71	-	-
Total	41	412,55	-	-	-
Média geral do experimento			34,278571		
Desvio padrão residual			2,9517953		
Erro padrão da média			1,7042198		
Coeficiente de variação			8,6111968		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

Teste de prateleira – AG-NG4					
Massa (mg)					
Causas de variação	GL	SQ	QM	F	P
Efeito Fator A (Tempo de exposição)	6	71,19	11,87	4,26 *	0,0036
Efeito Fator B (Ambiente)	1	13,14	13,14	4,72 *	0,0384
Efeito Interação AxB	6	18,54	3,09	1,11	0,3820
Tratamentos	13	102,88	-	-	-
Resíduo	28	77,99	2,79	-	-
Total	41	180,86	-	-	-
Média geral do experimento			35,188095		
Desvio padrão residual			1,6689033		
Erro padrão da média			0,9635417		
Coeficiente de variação			4,7428065		

GL: graus de liberdade; SQ: soma quadrática; QM: quadrado médio; F: razão entre sinal e ruído; P: valor de probabilidade.

Valores com presença de (*) indicam diferença estatística significativa pelo teste de Tukey a 5 % de significância.

ANEXO A – CERTIFICADO DE ANÁLISE DO ÁGAR



AGARGEL IND. E COM. LTDA.
Rua Agricultor Almerindo Luiz da Silva, 1350
Distrito Industrial João Pessoa - PB
CEP 58062-801 Brasil

CNPJ: 10.575.122/0001-60
Ins. Est. 16.159.691-6
Tel: (83) 3233-1120 / 98135-1120
(83) 98206-1717

CERTIFICADO DE ANÁLISE - AGAR AGAR

DE:	AGARGEL IND. E COM. LTDA
PARA:	
Atn.	
DATA:	09/12/2022
PRODUTO/TIPO	AGAR AGAR / STD
LOTE	221207STD1
DATA DE FABRICAÇÃO	07/12/2022
QUANTIDADE	
VALIDADE	24 Meses
Nº DA NOTA FISCAL	
DATA DE EMISSÃO	

Produto: AGAR-AGAR EM PÓ	Dispensado de registro conforme Resolução Anvisa RDC Nº 27 de 06/08/2010.
Grau Alimentício	
Classe: Aditivo alimentar e Coadjuvante de Tecnologia	Aditivo Alimentar BPF, INS 406, Classe ESP / EST / EMU / GEL conforme RDC Anvisa nº 45 de 03/11/2010.

PROPRIEDADES FÍSICO QUÍMICAS	PARÂMETROS	MEDIDO
Aparência	Pó Inodoro, levemente amarelado	Conforme
Granulometria	Mesh 80	Conforme
Umidade (%)	Máx. 18%	12,00
pH (sol. 1,5% a 20 °C)	6,0 a 8,0	7,00
Força de gel (g/cm²)* (sol. 1,5% a 20 °C)	> 900 g/cm²	980
Viscosidade (Cps)** (sol. 1,5% a 60 °C)	10 a 100 cps	50
Solubilidade	Água em ebulição	Passa

* Medição de força de gel pelo método Nikkan ** Medição da Viscosidade por viscosímetro Brookfield

PROPRIEDADES MICROBIOLÓGICAS	PARÂMETROS	MEDIDO
Total de Microrganismos Aeróbios Mesófilos	< 5000 ufc/g	Conforme
Bolores e Leveduras	< 500 ufc/g	Conforme
Coliforme	NMP < 10 ufc/g	Conforme
Samonella	Ausente em 25 g	Ausente

ARMAZENAGEM	Manter em local fresco e seco, evitar exposição à luz. Manter em embalagem original devidamente lacrada
-------------	--

Agargel Ind. e Com. Ltda.

VENDAS: Rua Visconde de Inhaúma, 298 CEP 04145-030 São Paulo-SP Tel: (11) 5594-7585 / 5594-8318
FABRICA: Rua Agr. Almerindo Luiz da Silva, 1350 CEP 58062-801 Distrito Industrial João Pessoa-PB Tel: (83) 3233-1120

vendas@agargel.com.br
www.agargel.com.br

ANEXO B – CERTIFICADO DE ANÁLISE DO GRAFENO



Folha de dados técnicos Technical Data Sheet

Nome comercial: Grafeno UGZ-1004

Data de emissão: 08.11.2021

Versão 1.2

Data de revisão: 11.11.2021

Página 1 de 4

1. Descrição do produto

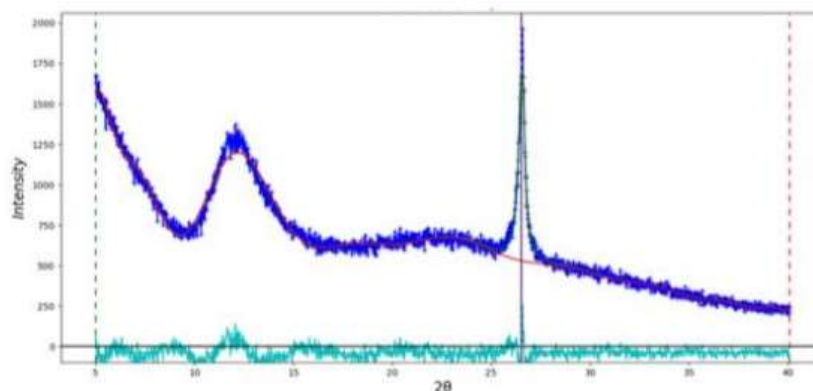
O Grafeno UGZ-1004 da UCSGRAPHENE consiste em nanoplaquetas de grafeno (*graphene nanoplatelets*) (NPG) em forma de pó produzido por esfoliação em fase líquida. O grafeno UGZ-1004 pode ser aplicado em tintas e vernizes, lubrificantes, revestimentos, polímeros, cerâmicas, metais, energia, construção civil, agricultura, entre outras aplicações.

2. Apresentação do produto

Cor	Cinza escura
Aspecto	Pó
Odor	Inodoro
Composição	
Carbono (% em massa)	≥ 96,9
Enxofre (% em massa)	0,1
Oxigênio (% em massa)	2,9
Cinzas (% em massa)	0,28
Área superficial específica (BET)	26,09 m ² /g

3. Caracterização

3.1 Difração de raios X (DRX)



Padrão de DRX para o Grafeno UGZ-1004 (UCSGRAPHENE)



UCSGRAPHENE

Rua Francisco Getúlio Vargas, 1130 - Bairro Petrópolis - CEP 95070-560 - Bloco 71 - Caxias do Sul/RS
(54) 3218.2570 ucsgraphene@ucs.br ucsgraphene.com.br



Folha de dados técnicos Technical Data Sheet

Nome comercial: Grafeno UGZ-1004

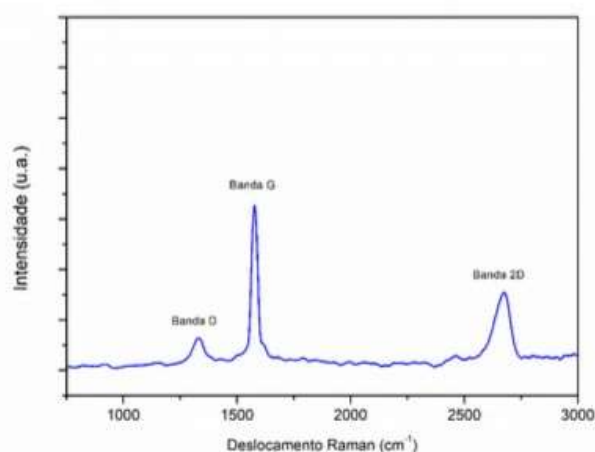
Data de emissão: 08.11.2021

Versão 1.2

Data de revisão: 11.11.2021

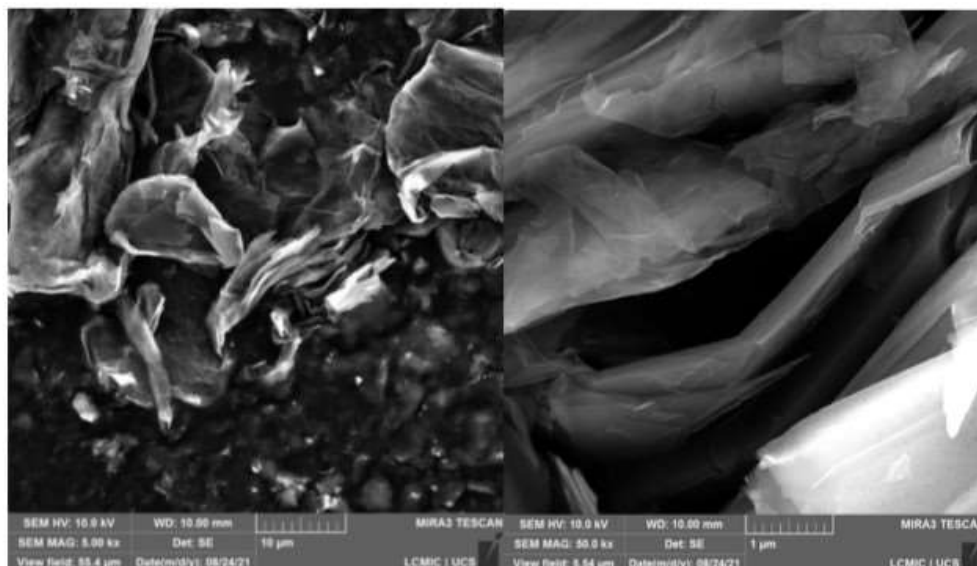
Página 2 de 4

3.2 Espectroscopia Raman



Espectro Raman obtido para o Grafeno UGZ-1004 (UCSGRAPHENE)

3.3 Microscopia eletrônica de varredura com canhão de emissão de campo (MEV-FEG)



Imagens de MEV-FEG obtidas para o Grafeno UGZ-1004 (UCSGRAPHENE)



UCSGRAPHENE

Rua Francisco Getúlio Vargas, 1130 - Bairro Petrópolis - CEP 95070-560 - Bloco 71 - Caxias do Sul/RS
(54) 3218.2570 | ucsgraphene@ucs.br | ucsgraphene.com.br



Folha de dados técnicos

Technical Data Sheet

Nome comercial: Grafeno UGZ-1004

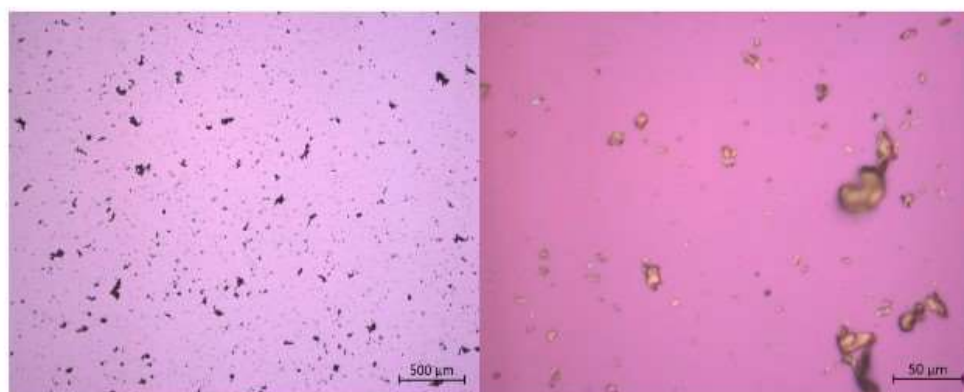
Data de emissão: 08.11.2021

Versão 1.2

Data de revisão: 11.11.2021

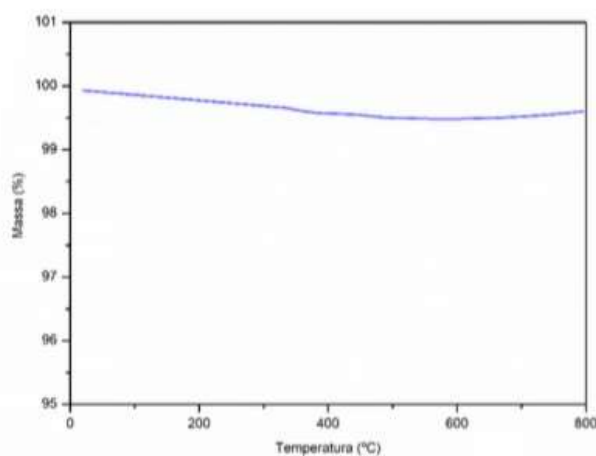
Página 3 de 4

3.4 Microscopia óptica (MO)



Imagens de MO obtidas para o Grafeno UGZ-1004 (UCSGRAPHENE)

3.5 Análise termogravimétrica (TGA)



Termograma obtido para o Grafeno UGZ-1004, sob atmosfera inerte (N_2) (UCSGRAPHENE)



Folha de dados técnicos *Technical Data Sheet*

Nome comercial: Grafeno UGZ-1004

Data de emissão: 08.11.2021

Data de revisão: 11.11.2021

Versão 1.2

Página 4 de 4

1. Medidas de segurança e armazenamento

- 1.1 Armazenar em local seco protegido da luz.
- 1.2 Utilizar equipamento de proteção individual: luvas, óculos, sapato fechado com antiderrapante, avental e máscara de proteção contra poeira.

Para informações adicionais, consultar a ficha de segurança (*Safety Data Sheet*) deste material, ou entrar em contato com a UCSGRAPHENE.

Observações:

As informações contidas nesta folha de dados técnicos são valores típicos e não representam valores de especificação.

As informações apresentadas nesse documento podem sofrer alterações à medida que forem realizadas as análises, sem aviso prévio.

A UCSGRAPHENE não se responsabiliza pelo transporte, armazenamento, manipulação, aplicação ou uso do produto.

As informações contidas nesta folha de dados técnicos não são certificados de garantia, sendo apenas para informações do produto, e não implicam na garantia de comercialização ou adequação a uma finalidade específica.

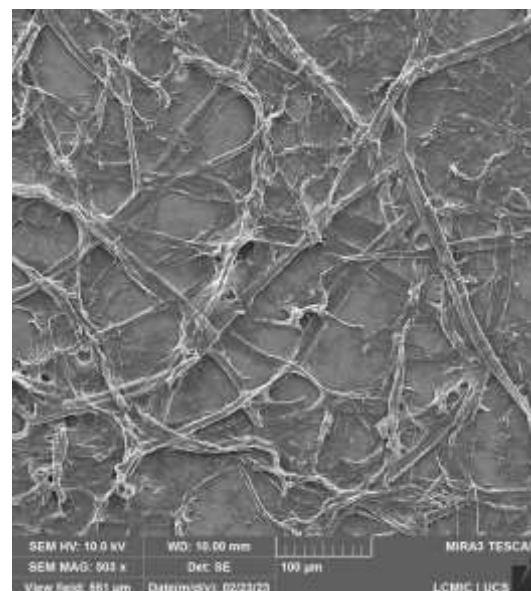
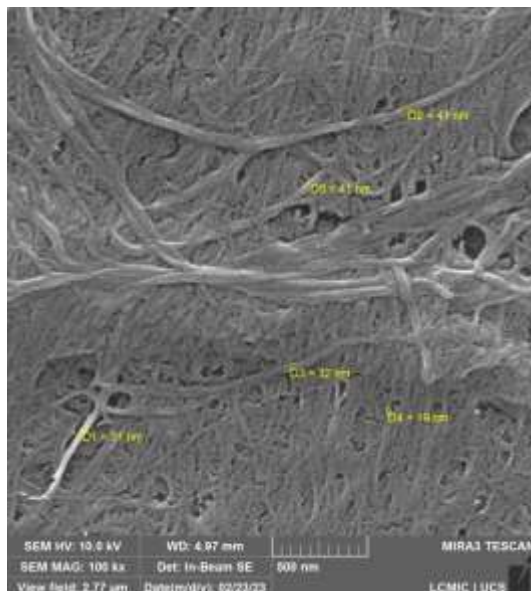


UCSGRAPHENE

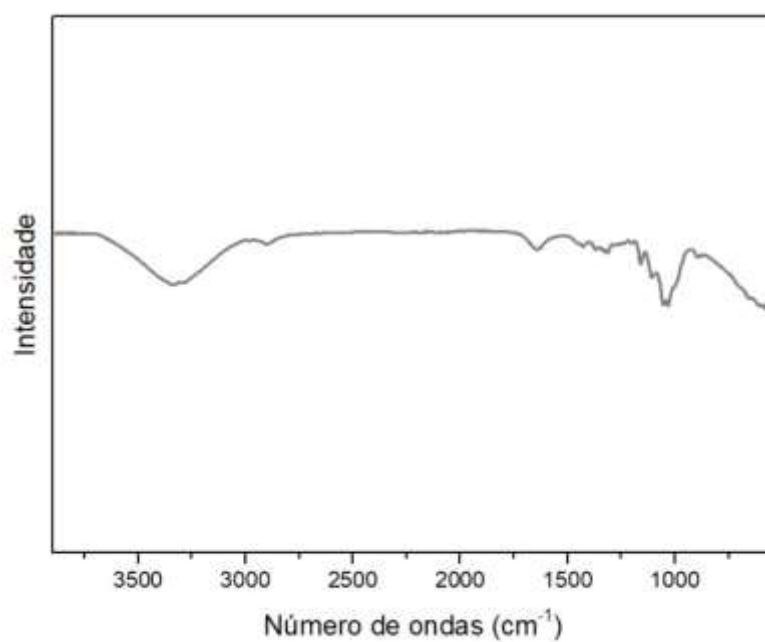
Rua Francisco Getúlio Vargas, 1130 - Bairro Petrópolis - CEP 95070-560 - Bloco 71 - Caxias do Sul/RS
(54) 3218.2570 ucsgraphene@ucs.br ucsgraphene.com.br

ANEXO C – ANÁLISES DA NANOCELULOSE

MEV:



FTIR:



TGA:

