



RUFINA YULIANA SORTO VILLALOBOS

**PRODUÇÃO POR PROCESSAMENTO FÍSICO E
CARACTERIZAÇÃO DE NANOMATERIAIS FUNCIONAIS A
PARTIR DE CELULOSE BACTERIANA BIOSSINTETIZADA
POR SCOPY PARA APLICAÇÕES BIOTECNOLÓGICAS**

**LAVRAS-MG
2026**

RUFINA YULIANA SORTO VILLALOBOS

**PRODUÇÃO POR PROCESSAMENTO FÍSICO E CARACTERIZAÇÃO DE
NANOMATERIAIS FUNCIONAIS A PARTIR DE CELULOSE BACTERIANA
BIOSSINTETIZADA POR SCOPY PARA APLICAÇÕES BIOTECNOLÓGICAS**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Microbiologia Agrícola, área de concentração em Biotecnologia de microrganismos aplicada à agropecuária e ao meio ambiente, para a obtenção do título de Mestre.

Profa. Dra. Joyce Dória Rodrigues
Orientador

Profa. Dra. Tatiana Cardoso e Bufalo
Coorientadora

**LAVRAS – MG
2026**

**Ficha Catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração
de Ficha Catalográfica da Biblioteca Universitária da UFLA, com
dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).**

Villalobos, Rufina Yuliana Sorto.

Produção por processamento físico e caracterização de nanomateriais funcionais a partir de celulose bacteriana biossintetizada por SCOBY para aplicações biotecnológicas / Rufina Yuliana Sorto Villalobos. - 2026.

61 p.

Orientadora: Joyce Dória Rodrigues

Coorientadora: Tatiana Cardoso e Bufalo

Dissertação (Mestrado Acadêmico) - Universidade Federal de Lavras, 2026.

Bibliografia.

1. Celulose bacteriana. 2. Nanocelulose. 3. Secagem por atomização. 4. Processamento físico. 5. Liberação controlada. I. Rodrigues, Joyce Dória. II. Cardoso e Bufalo, Tatiana. III. Universidade Federal de Lavras. IV. Título.

RUFINA YULIANA SORTO VILLALOBOS

**PRODUÇÃO POR PROCESSAMENTO FÍSICO E CARACTERIZAÇÃO DE
NANOMATERIAIS FUNCIONAIS A PARTIR DE CELULOSE BACTERIANA
BIOSSINTETIZADA POR SCOBY PARA APLICAÇÕES BIOTECNOLÓGICAS**

**PRODUCTION BY PHYSICAL PROCESSING AND CHARACTERIZATION OF
FUNCTIONAL NANOMATERIALS FROM BACTERIAL CELLULOSE
BIOSYNTHESIZED BY SCOBY FOR BIOTECHNOLOGICAL APPLICATIONS**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Microbiologia Agrícola, área de concentração em Biotecnologia de microrganismos aplicada à agropecuária e ao meio ambiente, para a obtenção do título de Mestre.

APROVADA em 25 de julho de 2025.
Dra. Tatiana Cardoso e Bufalo, UFLA
Dra. Aline Bastos de Paiva, UFLA
Dra. Caroline Dambroz, UFLA
Dr. Fabio Lucio Alves, CERN (China)

Profa. Dra. Joyce Dória Rodrigues
Orientador

Profa. Dra. Tatiana Cardoso e Bufalo
Coorientadora

LAVRAS – MG

2026

*Aos meus pais, por serem a base de tudo.
À minha família, pelo amor, apoio e por estarem sempre presentes, mesmo à distância.
Ao Arturo, por sua presença constante, apoio e amor incondicional ao longo de toda esta
trajetória.*

AGRADECIMENTOS

Agradeço, em primeiro lugar, às minhas orientadoras, Profa. Dra. Joyce Rodrigues, pela confiança, liberdade de pesquisa e apoio ao longo de todo o desenvolvimento deste trabalho, e à Profa. Dra. Tatiana Cardoso, pelo acompanhamento constante, orientação segura e pela capacidade de auxiliar na resolução dos desafios encontrados ao longo desta trajetória.

À Aline, pelo apoio fundamental, orientação prática e presença constante nos momentos mais desafiadores.

Aos membros da banca examinadora, por aceitarem o convite e pelas valiosas contribuições para o aprimoramento deste trabalho.

Aos professores do Programa de Pós-Graduação em Microbiologia Agrícola, pelos ensinamentos transmitidos e pela formação acadêmica proporcionada ao longo deste percurso.

À Kelly Regalado, pelo apoio técnico fundamental na operação do spray dryer, cuja contribuição foi essencial para a obtenção dos resultados apresentados

Ao Laboratório de Embalagens e Encapsulação da UFLA, pelo suporte fundamental na realização da secagem por atomização, etapas essenciais para o desenvolvimento deste trabalho.

Ao Laboratório de Operações e Sistemas Térmicos da Engenharia Química (UFLA), pelo apoio na utilização dos equipamentos de ultrassom e homogeneização mecânica.

Ao LABIMP e suas técnicas, bem como a todos os membros do laboratório, pela convivência, apoio e troca de experiências ao longo deste período. Assim como ao InovaBioFungi,

À Central de Análises e Prospecção Química (CAPQ) da UFLA, bem como à FINEP, FAPEMIG, CNPq e CAPES, pelo suporte institucional, infraestrutura e financiamento que possibilitaram a realização das análises de infravermelho e TGA.

Ao Departamento de Física do Instituto de Ciências Exatas (ICE) da Universidade Federal de Juiz de Fora, pelo apoio na realização das análises de espectroscopia Raman, e ao Centro Regional para o Desenvolvimento Tecnológico e Inovação (CRTI), em Goiânia (GO), pelo suporte prestado em momentos críticos para a execução dessas análises.

Ao Laboratório de Microscopia Eletrônica da Universidade Federal de Lavras (UFLA), pelo treinamento oferecido e pelo apoio técnico no processamento das amostras, fundamentais para a obtenção dos resultados apresentados neste trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pelo apoio financeiro por meio da concessão de bolsa de estudos, fundamental para a realização deste trabalho.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

Aos colegas e amigos que fizeram parte desta trajetória.

A experiência de realizar este percurso em outro país trouxe desafios adicionais, mas também revelou a generosidade das pessoas ao meu redor. Sou profundamente grata a todos que, de alguma forma, estenderam a mão e contribuíram para que este caminho fosse possível.

Por fim, agradeço às minhas famílias, biológica e por afinidade, pelo amor, apoio e incentivo constantes, bem como aos meus amigos em Honduras, que, mesmo à distância, estiveram sempre presentes.

Ao Arturo, pelo apoio constante, compreensão e presença ao longo de toda esta trajetória.

RESUMO

A celulose bacteriana (CB) é um biopolímero natural de alta pureza, produzido por bactérias acéticas presentes em consórcios simbióticos com leveduras (SCOBY – *Symbiotic Culture of Bacteria and Yeast*), destacando-se por suas propriedades estruturais e potencial para aplicações biotecnológicas. Este trabalho teve como objetivo a obtenção e caracterização de materiais derivados de nanocelulose a partir de CB produzida por fermentação estática de chá verde adoçado, seguida de purificação alcalina (NaOH 1 mol L⁻¹) e branqueamento oxidativo com hipoclorito de sódio. A CB purificada foi submetida a processamento físico intensificado, incluindo desagregação mecânica (ultraturrax), ultrassonicação e secagem por atomização (*spray dryer*), com o intuito de produzir um material em pó com características funcionais. A caracterização foi realizada por espectroscopia no infravermelho (FTIR), espectroscopia Raman, difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e análise termogravimétrica (TGA). Os resultados espectroscópicos indicaram a preservação das principais ligações químicas da celulose, sem evidência de compostos não celulósicos. A análise por DRX revelou um padrão atípico, sugerindo uma reorganização estrutural com caráter semicristalino após o processamento físico. A análise morfológica por MEV evidenciou a formação de agregados com dimensões micrométricas e morfologia lamelar colapsada, indicando perda da organização nanofibrilar original e reagregação das estruturas após a secagem. Esses resultados indicam que, embora a estrutura original da CB seja nanofibrilar, o processamento físico promoveu a perda parcial da individualização nanométrica e a formação de agregados micrométricos. A análise térmica (TGA) apresentou um perfil de degradação característico de materiais celulósicos, com eventos associados à perda de água, decomposição da cadeia polimérica e formação de resíduos carbonáceos. Em conjunto, os resultados demonstram que o processamento físico aplicado promoveu alterações estruturais significativas na CB, resultando em um material reorganizado, com potencial funcional para aplicações em formulações sólidas, sistemas de liberação controlada e bioinsumos. A rota proposta apresenta potencial como alternativa sustentável para o aproveitamento de resíduos fermentativos, contribuindo para o desenvolvimento de materiais de interesse na bioeconomia.

Palavras-chave: celulose bacteriana; nanocelulose; secagem por atomização; processamento físico; liberação controlada.

ABSTRACT

Bacterial cellulose (BC) is a high-purity natural biopolymer produced by acetic acid bacteria, commonly found in symbiotic consortia with yeasts (SCOBY – *Symbiotic Culture of Bacteria and Yeast*), and is recognized for its unique structural properties and potential for biotechnological applications. This study aimed to obtain and characterize materials derived from nanocellulose using BC produced via static fermentation of sweetened green tea, followed by alkaline purification (NaOH 1 mol L⁻¹) and oxidative bleaching with sodium hypochlorite. The purified BC was subjected to intensified physical processing, including mechanical disintegration (ultraturrax), ultrasonication, and spray drying, with the objective of producing a functional powdered material. Characterization was performed using Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), Raman spectroscopy, X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), and thermogravimetric analysis (TGA). Spectroscopic analyses confirmed the preservation of the main chemical bonds of cellulose, with no evidence of non-cellulosic compounds. XRD analysis revealed an atypical diffraction pattern, suggesting structural reorganization with semicrystalline characteristics induced by physical processing. SEM analysis showed the formation of micrometric aggregates with a collapsed lamellar morphology, indicating loss of the original nanofibrillar organization and reaggregation of the structures after drying. These results indicate that, although BC initially presents a nanofibrillar structure, the applied physical processing led to partial loss of nanoscale individualization and the formation of micrometric aggregates. TGA results exhibited a thermal degradation profile typical of cellulosic materials, with events associated with moisture loss, polymer chain decomposition, and formation of carbonaceous residues. Overall, the findings demonstrate that the applied physical processing significantly altered the structural organization of BC, resulting in a reorganized material with functional potential for applications in solid formulations, controlled release systems, and bioinputs. The proposed approach represents a sustainable alternative for valorizing fermentation-derived biomass, contributing to the development of materials relevant to the bioeconomy.

Keywords: bacterial cellulose; nanocellulose; spray drying; physical processing; controlled release.

INDICADORES DE IMPACTO

Este trabalho resultou no desenvolvimento de uma rota tecnológica baseada na obtenção e processamento físico de celulose bacteriana para a produção de materiais com potencial aplicação em sistemas agrícolas sustentáveis, culminando no depósito de patente junto ao Instituto Nacional da Propriedade Industrial (INPI). Trata-se da patente de privilégio de inovação, sob o número BR1020260021504, intitulada “Processo de produção de composto de nanofibras e nanocristais de celulose recobertos com nanoestruturas e usos como estabilizantes de emulsão”, depositada em 29 de janeiro de 2026. Embora os impactos diretos ainda se encontrem em fase de desenvolvimento, os resultados obtidos apresentam elevado potencial tecnológico, ambiental e socioeconômico. Do ponto de vista tecnológico, o estudo contribui para o avanço de estratégias de obtenção de materiais celulósicos funcionalizados por rotas físicas, reduzindo a dependência de processos químicos agressivos. A utilização de secagem por atomização e técnicas de desagregação mecânica demonstra viabilidade para a produção de materiais em escala, com potencial aplicação em formulações agrícolas, como sistemas de encapsulamento e proteção de microrganismos benéficos utilizados no controle biológico. No âmbito ambiental, o aproveitamento de SCOPY, um resíduo gerado na produção de kombucha, insere-se em uma perspectiva de economia circular, promovendo a valorização de subprodutos fermentativos e a redução de resíduos orgânicos. Essa abordagem pode ser aplicada em diferentes contextos produtivos, especialmente em regiões com produção artesanal ou semi-industrial de bebidas fermentadas. Em relação aos impactos socioeconômicos, a tecnologia proposta apresenta potencial para beneficiar pequenos produtores, cooperativas e empreendimentos emergentes da bioeconomia, ao oferecer alternativas de baixo custo para o desenvolvimento de bioinsumos. Embora não tenham sido realizadas ações extensionistas diretas no âmbito deste trabalho, a proposta estabelece base para futuras transferências de tecnologia e interação com o setor produtivo. O trabalho se enquadra principalmente na área temática de Tecnologia e Produção da Política Nacional de Extensão, com interface com Meio Ambiente e Trabalho. Ademais, está alinhado com os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS), especialmente o ODS 9 (Indústria, Inovação e Infraestrutura), ODS 12 (Consumo e Produção Responsáveis) e ODS 15 (Vida Terrestre). No contexto acadêmico, o projeto envolveu diretamente uma discente de pós-graduação, dois docentes orientadores e colaboração com diferentes laboratórios da Universidade Federal de Lavras (UFLA), contribuindo para a formação de recursos humanos qualificados e para o fortalecimento da integração entre pesquisa, desenvolvimento e inovação.

IMPACT INDICATORS

This study resulted in the development of a technological approach based on the production and physical processing of bacterial cellulose to obtain materials with potential applications in sustainable agricultural systems, culminating in the filing of a patent with the Brazilian National Institute of Industrial Property (INPI). The patent corresponds to an innovation privilege under registration number BR1020260021504, entitled “Process for producing a compound of cellulose nanofibers and nanocrystals coated with nanostructures and their use as emulsion stabilizers,” filed on January 29, 2026. Although the direct impacts are still in a developmental stage, the results demonstrate significant technological, environmental, and socioeconomic potential. From a technological perspective, the study contributes to advancing strategies for producing cellulose-based materials through physical processing routes, reducing reliance on aggressive chemical methods. The use of spray drying combined with mechanical disintegration techniques demonstrates feasibility for producing materials at scale, with potential applications in agricultural formulations, such as encapsulation systems and protective matrices for beneficial microorganisms used in biological control. In environmental terms, the use of SCOBY, a byproduct of kombucha fermentation, aligns with circular economy principles by promoting the valorization of organic residues and reducing waste generation. This approach can be applied across different production contexts, particularly in regions with artisanal or small-scale fermentation systems. Regarding socioeconomic impacts, the proposed approach presents potential benefits for small-scale producers, cooperatives, and emerging bioeconomy enterprises by offering low-cost alternatives for the development of bio-based inputs. Although no direct extension activities were conducted within the scope of this work, the results provide a foundation for future technology transfer and engagement with the productive sector. The study is primarily associated with the thematic area of Technology and Production within the Brazilian National Extension Policy, with additional connections to Environment and Work. Furthermore, it aligns with the United Nations Sustainable Development Goals (SDGs), particularly SDG 9 (Industry, Innovation and Infrastructure), SDG 12 (Responsible Consumption and Production), and SDG 15 (Life on Land). At the academic level, the project involved one graduate student, two faculty advisors, and collaborations with multiple laboratories at the Federal University of Lavras (UFLA), contributing to the training of qualified human resources and strengthening the integration between research, development, and innovation.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Esquema hierárquico das fontes de celulose vegetal e bacteriana, mostrando as diferenças morfológicas e os métodos de obtenção de nanocelulose.....	7
Figura 2. Esquema de biossíntese detalhada de várias biomoléculas envolvidas na síntese de CB.....	9
Figura 3. Formas de nanocelulose bacteriana: membranas de nanocelulose bacteriana (NCB) produzidas em condições de cultivo estático em batelada alimentada (A); membrana de NCB úmida produzida em cultura estática no meio, (B) antes da purificação e (C) após a purificação.	11
Figura 4. Escala hierárquica da celulose e obtenção dos diferentes nanomateriais de celulose. A imagem mostra desde as estruturas macroscópicas da madeira e parede celular até as formas nanométricas: microcristais (CMCs), microfibrilas (CMFs), nanocristais (CNCs).	13
Figura 5. Etapas do cultivo e multiplicação do SCOBY para produção de celulose bacteriana, incluindo recâmbio periódico de meio para aumento da biomassa.	22
Figura 6. Purificação da celulose bacteriana a partir de SCOBY.	23
Figura 7. Processamento físico da celulose bacteriana para obtenção de nanomateriais.....	24
Figura 9. Espectro Raman da NCB processada por métodos físicos.	31
Figura 10. Difratoograma de raios X da nanocelulose bacteriana (NCB) processada por métodos físicos.....	33

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Comparativo entre celulose bacteriana e celulose vegetal.4

Tabela 2. Tipos de celulose: estrutura e características.....6

LISTA DE SIGLAS

BC	Bacterial cellulose
CB	Celulose bacteriana
CNC	Nanocristais de celulose (<i>Cellulose nanocrystals</i>)
CNF	Nanofibrilas de celulose (<i>Cellulose nanofibrils</i>)
NCB	Nanocelulose bacteriana
SCOBY	<i>Symbiotic Culture of Bacteria and Yeast</i>
FTIR	<i>Fourier-transform infrared spectroscopy</i>
DRX	Difração de raios X
XRD	<i>X-ray diffraction</i>
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
SEM	<i>Scanning electron microscopy</i>
TGA	Análise termogravimétrica
DTA	Análise térmica diferencial
DSC	Calorimetria diferencial de varredura
DTG	Termogravimetria derivada
NaOH	Hidróxido de sódio
NaOCl	Hipoclorito de sódio
ODS	Objetivos de Desenvolvimento Sustentável
SDGs	<i>Sustainable Development Goals</i>

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO.....	1
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1.	Celulose bacteriana (CB).....	3
2.1.1.	Estrutura química e características morfológicas	5
2.2.	Biossíntese de CB.....	8
2.3.	Produção de CB a partir de SCOBY	9
2.4.	Purificação de CB.....	10
2.5.	Métodos para obtenção de nanocelulose bacteriana.....	12
2.6.	Técnicas de secagem aplicadas à nanocelulose	14
2.6.1.	Secagem supercrítica de nanocelulose (CO ₂)	14
2.6.2.	Secagem por aspersão (<i>spray-drying</i>)	14
2.6.3.	Secagem convectiva (ar ou forno).....	15
2.6.4.	Liofilização.....	15
2.6.5.	Métodos emergentes.....	15
2.7.	Caracterização de nanocelulose.....	16
2.7.1.	Técnicas de caracterização estrutural	16
2.7.2.	Técnicas morfológicas.....	17
2.7.3.	Técnicas térmicas	17
2.6.	Aplicações agrícolas e em bioinsumos.....	18
2.6.1.	Bioformulação e liberação controlada.....	19
2.7.	Biossíntese e funcionalização de nanomateriais para aplicações bioativas	19
2.8.	Biossíntese de nanopartículas por rotas microbianas	20
2.9.	Funcionalização de nanomateriais com propriedades bioativas.....	20
3.	METODOLOGIA.....	21
3.1.	Produção do SCOBY	21
3.2.	Purificação da celulose bacteriana.....	22
3.3.	Processamento físico para obtenção de nanomateriais	24
3.4.	Caracterização físico-química do nanomaterial obtido	25
3.4.1.	Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR).....	25
3.4.2.	Espectroscopia Raman.....	26
3.4.3.	Difração de Raios X (DRX)	26
3.5.	Micrografia por microscopia eletrônica de varredura (MEV)	27
3.6.	Análise de estabilidade térmica: TGA.....	27
3.7.	Considerações finais sobre a metodologia.....	27
4.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	28

4.1.	Análise por Espectroscopia no infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	28
4.2.	Análise de espectroscopia Raman	30
4.3.	Difração por raios X (DRX)	32
4.4.	Caracterização morfológica: Micrografia por microscopia eletrônica de varredura (MEV)	34
4.5.	A análise termogravimétrica (TGA).....	35
5.	CONCLUSÕES	38
6.	REFERÊNCIAS	40

1. INTRODUÇÃO

A crescente demanda por tecnologias sustentáveis na agricultura tem impulsionado a pesquisa e o desenvolvimento de biomateriais de origem microbiana, com destaque para a celulose bacteriana (CB). Trata-se de um biopolímero produzido naturalmente por diversas espécies de bactérias, principalmente do gênero *Komagataeibacter*, uma bactéria Gram-negativa aeróbica que secreta celulose extracelular, formando uma película gelatinosa na interface ar-líquido em meios ricos em açúcares durante a formação de biofilmes em condições estáticas de cultivo (LAHIRI et al., 2021; REVIN et al., 2022). Quimicamente, a CB é idêntica à celulose vegetal, sendo composta por unidades repetitivas de β -D-glicose unidas por ligações β -1,4-glicosídicas (ALVARADO-ROJAS; CASTRO-BRENES; ORIAS-OBANDO, 2024). No entanto, apresenta características únicas, como elevada pureza, ausência de lignina e hemiceluloses, alta cristalinidade e estrutura nanofibrilar tridimensional, fatores que lhe conferem propriedades físico-químicas superiores às da celulose vegetal convencional (CHEN; CHO; JIN, 2010).

Dentre as fontes mais acessíveis e sustentáveis para a obtenção de CB está o SCOBY (*Symbiotic Culture of Bacteria and Yeast*), consórcio simbiótico utilizado na fermentação do kombucha (FENG et al., 2024). Durante este processo, as bactérias do SCOBY secretam celulose na interface ar-líquido, formando uma película gelatinosa que pode ser recuperada, purificada e processada (DIMA et al., 2017). Esta abordagem representa uma alternativa de baixo custo e alinhada aos princípios da economia circular, pois permite a transformação de resíduos agroindustriais em biomateriais de alto valor agregado (SUMINI et al., 2025).

A partir da celulose bacteriana, é possível obter nanocelulose bacteriana (NCB), um material com dimensões na escala nanométrica e propriedades excepcionais, como alta área superficial, capacidade de retenção de água, biocompatibilidade e facilidade de funcionalização (CHOI; SHIN, 2020). A redução da CB para nanocelulose pode ser realizada por métodos físicos, como homogeneização, ultrassom e secagem por aspersão (*spray drying*), resultando em nanofibrilas com potencial para aplicações em diferentes áreas, incluindo a biotecnologia agrícola (RAHMADIWAN et al., 2023).

No contexto dos bioinsumos e da agricultura sustentável, a NCB surge como uma plataforma promissora para a imobilização de microrganismos benéficos e para a formulação de sistemas de liberação controlada de compostos bioativos (DITTA; ARSHAD; IBRAHIM, 2015). Sua estrutura porosa e superfície funcionalizável permitem encapsular rizobactérias promotoras de crescimento, fungos antagonistas ou nanopartículas funcionais, aumentando a

estabilidade, a eficácia e a viabilidade desses agentes no campo (ZHANG et al., 2011). Além disso, a NCB pode ser aplicada como recobrimento biodegradável em sementes, estruturas fúngicas ou fertilizantes, contribuindo para práticas agrícolas mais eficientes e ambientalmente responsáveis (PANPATTE; JHALA, 2019).

Diante deste panorama, o presente trabalho propõe a obtenção de nanocelulose bacteriana a partir de SCOBY por meio de um processo físico de ruptura e secagem por atomização, visando a produção de um nanomaterial funcional em pó. Além da produção, serão realizadas análises de caracterização estrutural e funcional por FTIR, Raman e DRX, com o objetivo de confirmar a preservação das propriedades fundamentais da celulose após o processamento. Esta abordagem busca estabelecer as bases para aplicações futuras da NCB em formulações biotecnológicas e bioinsumos agrícolas, especialmente na proteção e veiculação de microrganismos antagonistas, como parte de estratégias inovadoras de controle biológico.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Celulose bacteriana (CB)

A celulose bacteriana (CB) é um polissacarídeo natural (biopolímero) que, do ponto de vista microbiológico, faz parte da estratégia de formação de biofilmes de certas bactérias Gram-negativas dos gêneros *Komagataeibacter* (anteriormente *Gluconacetobacter*), *Agrobacterium*, *Achromobacter*, *Enterobacter*, *Rhizobium*, *Pseudomonas*, *Salmonella*, *Azotobacter* e *Alcaligenes* (LAHIRI et al., 2021). Também foi relatada em algumas bactérias Gram-positivas, como *Sarcina ventriculi* e *Rhodococcus* (REVIN et al., 2022). Essa capacidade biossintética está amplamente distribuída, mas é especialmente eficiente nas bactérias acéticas (LAHIRI et al., 2021), sendo o *Komagataeibacter xylinus* (antes conhecido como *Gluconacetobacter xylinus* ou *Acetobacter xylinum*) o microrganismo modelo clássico para a produção de CB (SUMINI et al., 2025).

Quimicamente, a CB é idêntica à celulose vegetal, pois é composta por unidades repetitivas de β -D-glicose unidas por ligações β -1,4-glicosídicas, com fórmula molecular geral $(C_6H_{10}O_5)_n$ (ALVARADO-ROJAS; CASTRO-BRENES; ORIAS-OBANDO, 2024). No entanto, diferentemente da celulose derivada de plantas, a CB é produzida em uma forma altamente pura e livre de lignina, hemiceluloses ou pectinas (CHEN; CHO; JIN, 2010). A ausência desses polímeros acompanhantes confere à CB características únicas, como elevada cristalinidade e maior facilidade de processamento, eliminando a necessidade de etapas químicas agressivas de purificação típicas da celulose vegetal (CRUZ et al., 2024). Em outras palavras, a CB é essencialmente celulose “livre de impurezas”, obtida por fermentação bacteriana em vez de extração vegetal.

De acordo com o Tabela 1, que resume as principais diferenças entre a CB e a celulose vegetal, fica evidente que a CB possui vantagens significativas em termos de pureza, estrutura nanométrica e capacidade de retenção de água. Sua produção por fermentação bacteriana permite o uso de substratos de baixo custo, como resíduos agroindustriais, reduzindo o impacto ambiental e favorecendo práticas de economia circular (ALVARADO-ROJAS; CASTRO-BRENES; ORIAS-OBANDO, 2024). Por essas razões, a CB tem se consolidado como uma alternativa tecnológica mais barata, pura e sustentável para aplicações em biomateriais, bioinsumos agrícolas e outras formulações de alto valor agregado.

Tabela 1. Comparativo entre celulose bacteriana e celulose vegetal.

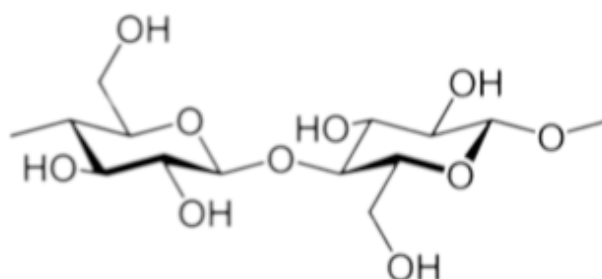
Característica	Celulose Bacteriana (CB)	Celulose Vegetal (CV)
Origen	Producida por bacterias como (principalmente acéticas)	Derivada de plantas (madera, algodão, etc.)
Pureza	Alta pureza; livre de lignina, hemicelulose e pectina	Contém lignina, hemicelulose e outros polissacarídeos
Estrutura cristalina	Celulose tipo Iα predominante (triclinica)	Celulose tipo Iβ predominante (monoclínica)
Grau de cristalinidade	50–95% dependendo do método de produção e purificação	40–70%, com variações conforme a fonte vegetal
Grau de polimerização	2000–6000 unidades de glicose	13.000–14.000 unidades em celulose nativa
Morfologia das fibrilas	Nanofibrilas (10–50 nm de diâmetro; 100–1000 nm de comprimento)	Microfibrilas de maior diâmetro (>100 nm)
Capacidade de retenção de água	Altíssima, pode reter até 200 vezes seu peso em água	Retenção de água mais limitada
Biocompatibilidade e biodegradação	Elevada biocompatibilidade e biodegradabilidade	Biodegradável, mas com componentes associados potencialmente alergênicos
Aplicações	Biomateriais, medicina, alimentos, eletrônica, têxtil	Papel, tecido, embalagens, materiais de construção
Produção industrial	Fermentação bacteriana (estática ou agitada)	Extração de biomassa vegetal com processos químicos intensivos
Sustentabilidade	Produção mais limpa e ecológica; potencial para economia circular	Requer extração de plantas, com maior impacto ambiental

Fonte: Adaptado de ALVARADO et al., 2024

2.1.1. Estrutura química e características morfológicas

A celulose bacteriana possui características únicas que a diferenciam da celulose vegetal, especialmente pela sua elevada pureza e estrutura altamente cristalina. As formas cristalinas mais conhecidas são a celulose tipo I e a celulose tipo II. A celulose tipo I é a forma natural, encontrada em plantas e em bactérias, e subdivide-se em duas alótropas: $I\alpha$, típica da celulose bacteriana, com estrutura cristalina triclinica e alta ordem molecular; e $I\beta$, predominante em plantas, com estrutura monoclinica e menor grau de cristalinidade. Já a celulose tipo II é uma forma regenerada, obtida quando a celulose tipo I é submetida a tratamentos alcalinos intensos. Nesse processo, as cadeias poliméricas mudam de organização, passando de paralelas para antiparalelas, o que reduz a cristalinidade e altera as propriedades mecânicas e químicas do material (WEI; YANG; HONG, 2011). A estrutura química da celulose é composta por unidades repetitivas de D-glicose ligadas por ligações $\beta(1\rightarrow4)$, conforme ilustrado na Figura 1.

Figura 1. Estrutura química da unidade repetitiva da celulose, evidenciando as ligações $\beta(1\rightarrow4)$ glicosídicas entre unidades de D-glicose.



Fonte: Adaptado de GORBUNOVA et al., (2023)

Além das diferenças cristalinas, a celulose também se apresenta em distintas morfologias, como mostrado na Tabela 2. Essas variantes incluem desde a celulose microcristalina (MCC) até nanocristais (CNC), nanofibrilas (CNF) e a própria nanocelulose bacteriana (BNC), cada uma com aplicações específicas na indústria e na biotecnologia. Além das diferenças químicas e de pureza, a CB também se distingue por sua estrutura cristalina. Ela é composta predominantemente pela celulose tipo $I\alpha$, um alótropo de cristalização triclinica típico de organismos procariontes, incluindo bactérias (SUMINI et al., 2025). Já a celulose vegetal apresenta majoritariamente a celulose tipo $I\beta$, de estrutura monoclinica, própria de plantas. Essas duas formas ($I\alpha$ e $I\beta$) diferem em seus arranjos de pontes de hidrogênio e organização das cadeias poliméricas, sendo a CB naturalmente mais rica em $I\alpha$, o que contribui

para suas propriedades nanométricas e flexibilidade (R. REBELO et al., 2018).

Tabela 2. Tipos de celulose: estrutura e características.

Tipo de Celulose	Origem	Forma cristalina	Características
Celulose Ia	Bactérias, algas	Triclínica (natural)	Alta cristalinidade, típica da CB
Celulose Ib	Plantas	Monoclínica (natural)	Cristalinidade moderada, presente em fibras vegetais
Celulose II	Regenerada ou alcalinizada	Monoclínica (cadeias antiparalelas)	Estável quimicamente, porém com menor cristalinidade
MCC (Microcristalina)	Plantas (hidrólise parcial)	I β	Pó cristalino, usado em fármacos e alimentos
CNC (Nanocristais de Celulose)	Plantas ou BC (hidrólise ácida)	I α ou I β	Cristais rígidos, nanométricos
CNF (Nanofibrilas de Celulose)	Plantas ou BC (desintegração mecânica)	I α ou I β	Fibras flexíveis, alta área superficial
BC/BNC (Celulose Bacteriana/Nanocelulose Bacteriana)	Bactérias do gênero <i>Komagataeibacter</i>	I α	Alta pureza, rede nanométrica, hidrogel

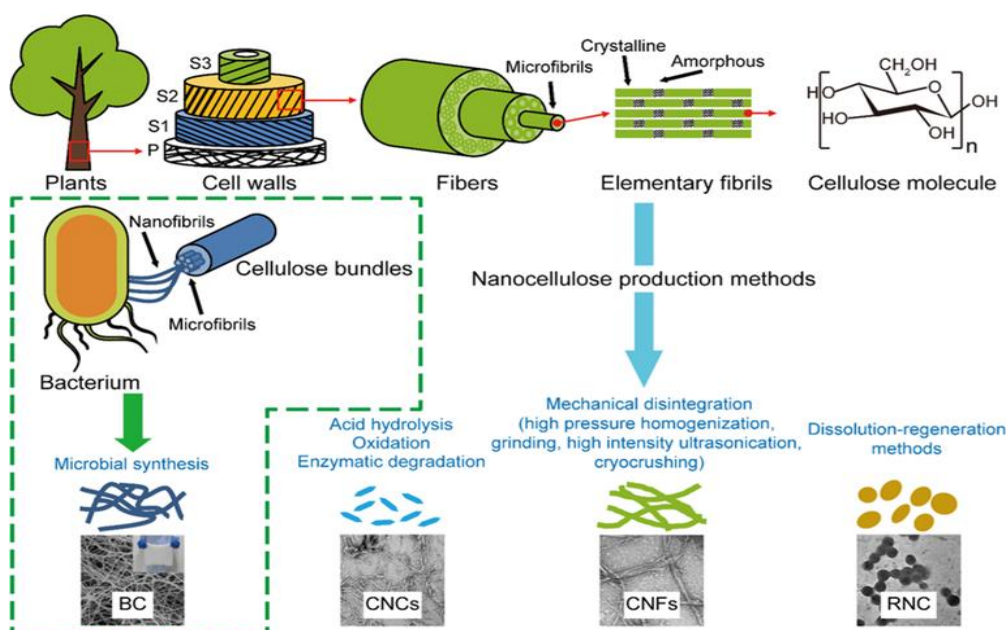
Fonte: Adaptado de WEI; YANG; HONG (2011); ABRAL et al. (2018); ALVARADO et al. (2024).

De tal modo, tratamentos alcalinos severos podem transformar a celulose tipo I em celulose tipo II, que possui um empacotamento antiparalelo das cadeias e propriedades diferentes, como menor cristalinidade e maior resistência química (WEI; YANG; HONG, 2011). Por isso, controlar as condições de produção e purificação é essencial para preservar a estrutura tipo I da CB. A CB compartilha a composição química básica da celulose vegetal (repetição de $C_6H_{10}O_5$), mas difere em sua estrutura cristalina e grau de polimerização. Seu grau de polimerização é relativamente baixo (cerca de 2.000–6.000 glicídios por cadeia) em comparação com a celulose vegetal (até ~13.000–14.000) (LAHIRI et al., 2021). A CB cristaliza no alótropo celulose I α , distinto do I β predominante em plantas (SUMINI et al., 2025) cadeias lineares de glicose se organizam de maneira paralela por meio de ligações de

hidrogênio, formando microfibrilas altamente cristalinas (R. REBELO et al., 2018). De fato, a celulose bacteriana normalmente atinge um grau de cristalinidade de cerca de 84–90(WEI; YANG; HONG, 2011), valor superior ou comparável ao da celulose vegetal, indicando uma estrutura muito ordenada. As cadeias poliméricas de CB também costumam ter um alto grau de polimerização, contribuindo para suas propriedades mecânicas destacadas (REVIN et al., 2022).

A nível morfológico, a CB se distingue por uma arquitetura nanoestruturada. Existem diversas formas de celulose (C), como os nanocristais de celulose (CNC), as nanofibras de celulose (CNF), os nanofios de celulose (CNW), a celulose microcristalina (MCC), a celulose bacteriana (BC) e a nanocelulose bacteriana (BNC) (ULLAH et al., 2021). Sob microscopia eletrônica, a CB aparece como uma rede em forma de malha nanofibrilar. A estrutura em rede porosa e a alta finura de suas fibrilas conferem à CB uma enorme área superficial específica, sendo estimado que ela pode ser até 200 vezes maior do que a das fibras de celulose vegetal de diâmetro convencional (REVIN et al., 2022). Como ilustrado na Figura 2, a celulose bacteriana se diferencia da vegetal não apenas na sua origem, mas também na morfologia e no processo de formação dos diferentes tipos de nanocelulose: BC (bacterial cellulose), CNCs (nanocristais de celulose), CNFs (nanofibrilas de celulose) e RNC (celulose regenerada nanométrica).

Figura 2. Esquema hierárquico das fontes de celulose vegetal e bacteriana, mostrando as diferenças morfológicas e os métodos de obtenção de nanocelulose.



Fonte: Adaptado pela autora (2025)

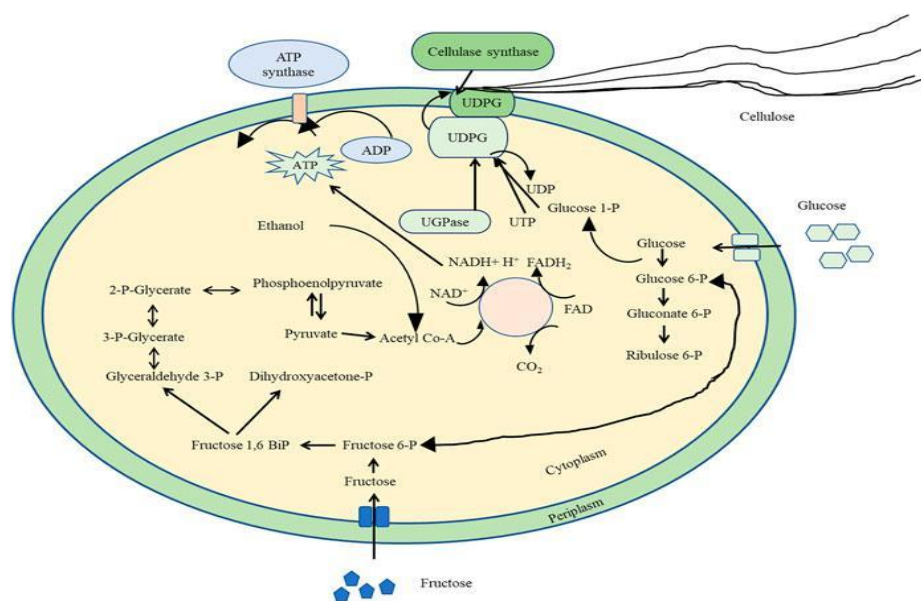
As cadeias de glicose se associam fortemente por meio de pontes de hidrogênio e forças de Van der Waals, formando nanofibrilas paralelas. Essas nanofibrilas têm diâmetros de ~10–50 nm e comprimentos de 100 a 1.000 nm (LAHIRI et al., 2021), que se entrelaçam tridimensionalmente, formando uma rede densa, mas porosa, que no estado úmido forma um hidrogel com altíssimo conteúdo de água (REVIN et al., 2022). Em amostras típicas de celulose bacteriana úmida, o conteúdo de água pode atingir cerca de 99% em peso, com a maior parte da água fortemente retida por adsorção na superfície das nanofibrilas (GUO; CATCHMARK, 2012). Essa combinação de alta cristalinidade e ultraporosidade nanométrica é uma característica distintiva da celulose bacteriana. Por fim, do ponto de vista estrutural, a CB é celulose tipo I altamente cristalina, organizada em fibrilas nanoscópicas que formam uma matriz tridimensional com uma enorme área superficial e capacidade de retenção de água (CHEN et al., 2018). Essas características morfológicas únicas são responsáveis por muitas das propriedades excepcionais da CB.

2.2. Biossíntese de CB

A biossíntese da celulose bacteriana (CB) é um processo enzimático altamente especializado, no qual bactérias como *Komagataeibacter xylinus* convertem açúcares simples em celulose extracelular. O percurso metabólico começa com a internalização da glicose do meio, que é primeiramente convertida em glicose-6-fosfato e, em seguida, em glicose-1-fosfato. Esta, por sua vez, é ativada pela enzima UDP-glicose pirofosforilase, formando UDP-glicose, o principal precursor da síntese de celulose (GORGIEVA; TRČEK, 2019). A polimerização da UDP-glicose em cadeias lineares de β -1,4-glucano é catalisada por um complexo multienzimático de celulose sintase, conhecido como complexo Bcs (bacterial cellulose synthase), composto por diferentes subunidades proteicas responsáveis pela síntese, transporte e organização da celulose. A subunidade BcsA é responsável pela atividade catalítica principal, enquanto a BcsB atua como subunidade reguladora e estabilizadora do complexo. Paralelamente, outras subunidades, como BcsC e BcsD, participam do transporte da cadeia de glucano através da membrana plasmática e da organização das microfibrilas no espaço extracelular (RÖMLING; GALPERIN, 2015). Esse processo biossintético é regulado por sinais celulares, sendo o nucleotídeo cíclico c-di-GMP (bis-(3'-5')-monofosfato de guanosina cíclico) um importante ativador alostérico. A ligação do c-di-GMP ao domínio PilZ, um domínio proteico regulador presente na subunidade BcsA, desencadeia a ativação do complexo, estimulando a produção de celulose em resposta a condições ambientais específicas

(MORGAN; MCNAMARA; ZIMMER, 2014). A Figura 3 ilustra esquematicamente esse processo de biossíntese da CB de *K. xylinus*. O processo envolve a conversão da glicose em UDP-glicose e sua posterior polimerização por meio do complexo Bcs, composto pelas subunidades BcsA (catalítica), BcsB (reguladora), BcsC e BcsD (translocação e montagem). O sistema é regulado pelo nucleotídeo cíclico c-di-GMP.

Figura 3. Esquema de biossíntese detalhada de várias biomoléculas envolvidas na síntese de CB.



Fonte: MISHRA et al., 2022

À medida que as cadeias de celulose são sintetizadas, múltiplas moléculas de β -1,4-glucano se associam extracelularmente por meio de ligações de hidrogênio, formando microfibrilas cristalinas. Os complexos Bcs geralmente se organizam linearmente na membrana bacteriana, facilitando o alinhamento e a automontagem dessas microfibrilas em fitas maiores, que conferem estrutura à biopelícula (RÖMLING; GALPERIN, 2015). Em cultivos estáticos, essa celulose secretada forma uma película flutuante na interface ar-líquido, conhecida como "nata" ou biofilme superficial, permitindo às bactérias permanecerem próximas ao oxigênio atmosférico.

2.3. Produção de CB a partir de SCOBY

A produção de CB em grande escala geralmente é realizada por meio da fermentação de kombucha, uma bebida probiótica obtida ao fermentar chá adoçado com um inóculo de

SCOBY (comunidade simbiótica de bactérias e leveduras) (FENG et al., 2024). Na fermentação de chá doce para kombucha, a comunidade simbiótica de bactérias e leveduras (SCOBY) sintetiza espontaneamente uma película flotante de CB na superfície de líquido (DIMA et al., 2017). Durante esse processo, as bactérias acéticas do SCOBY consomem os açúcares do meio e secretam CB na interface ar/meio, formando uma película gelatinosa superficial (SUMINI et al., 2025).

Além de seus usos diretos, a CB de kombucha é uma plataforma natural para nanomateriais funcionais. Pela sua origem bacteriana, já é um nanomaterial em si; no entanto, pode ser transformada ou combinada com outros componentes para aplicações avançadas. Por exemplo, por meio da nanofiação, a CB pode ser convertida em nanocristais ou nanofibrilas de celulose por hidrólise ácida ou enzimática (CHOI; SHIN, 2020).

A produção de CB a partir do SCOBY de kombucha constitui uma rota biotecnológica eficiente e sustentável para obter um nanomaterial de alto valor agregado. Começando com um processo fermentativo relativamente simples, essa estratégia permite gerar CB de qualidade excepcional e, ao mesmo tempo, convertê-lo em nanomateriais funcionais por meio de modificações químicas ou físicas (CHOI; SHIN, 2020; FENG et al., 2024).

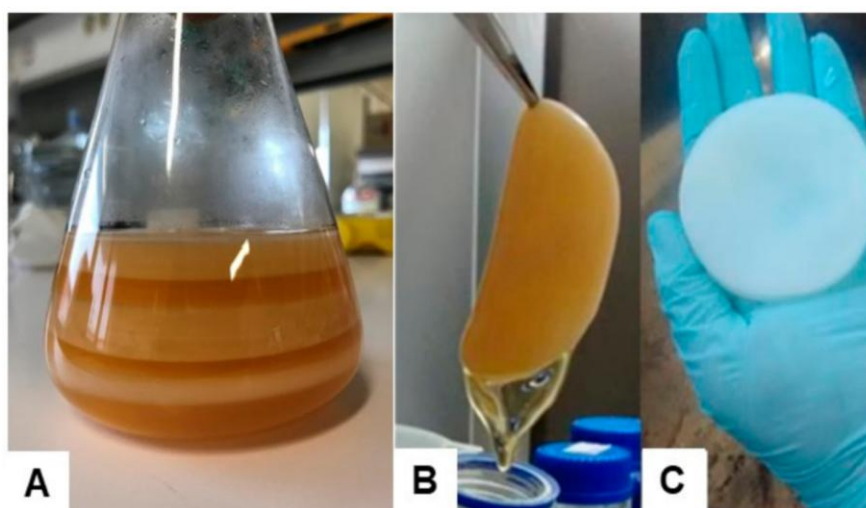
2.4. Purificação de CB

De maneira geral, a celulose pode existir em diferentes formas cristalinas e morfológicas, dependendo da sua origem e do processamento aplicado, no entanto, durante a etapa de purificação, alguns cuidados são essenciais para preservar essas propriedades e evitar alterações indesejadas na estrutura do material. O processo de purificação da CB geralmente é feito por meio de tratamentos alcalinos, com soluções de hidróxido de sódio (NaOH) a concentrações de 0,5 a 1,0 M e temperaturas entre ambiente e 90°C (AMARASEKARA; WANG; GRADY, 2020). Esse processo elimina resíduos do SCOBY, como proteínas, polissacarídeos e taninos do chá. No entanto, é importante controlar rigorosamente essa etapa. Quando o tratamento alcalino é muito intenso (concentrações altas ou tempo prolongado), a celulose tipo Ia da CB pode ser convertida em celulose tipo II, perdendo parte de sua cristalinidade natural e alterando propriedades essenciais como a resistência e a estrutura nanofibrilar (WEI; YANG; HONG, 2011). Por isso, além de otimizar a concentração de NaOH, recomenda-se realizar um branqueamento oxidativo moderado, geralmente com hipoclorito de sódio (NaOCl) ou peróxido de hidrogênio (H₂O₂), para eliminar pigmentos e compostos fenólicos da matriz (MACHFIDHO et al., 2023).

Métodos físicos também têm sido aplicados como complemento à purificação. O

tratamento ultrassônico, por exemplo, permite desagregar as microfibrilas da CB, reduzindo seu tamanho para a escala nanométrica sem alterar os grupos funcionais da celulose, o que resulta em uma nanocelulose bacteriana funcional (ABRAL et al., 2018). Mesmo nesses casos, lavagens sucessivas com água destilada são fundamentais para garantir a neutralização completa do pH e a remoção de resíduos químicos (LIU et al., 2023).

Figura 4. Formas de nanocelulose bacteriana: membranas de nanocelulose bacteriana (NCB) produzidas em condições de cultivo estático em batelada alimentada (A); membrana de NCB úmida produzida em cultura estática no meio, (B) antes da purificação e (C) após a purificação.



Fonte: ALMEIDA et al., 2021

Além dos tratamentos alcalinos e oxidantes convencionais, foram explorados métodos menos tradicionais para a limpeza da celulose bacteriana (CB) de kombucha. No entanto, métodos como a lavagem com água quente ou a esterilização em autoclave eliminam células vivas, mas não conseguem remover completamente os compostos orgânicos aderidos à estrutura (por exemplo, resíduos de chá ou polissacarídeos) (OLIVER-ORTEGA et al., 2021). Embora tenham sido propostos métodos alternativos, como lavagens a diferentes temperaturas ou tratamentos físicos, até agora nenhum mostrou uma vantagem substancial sobre a combinação clássica de NaOH seguida de um agente oxidante (como hipoclorito) para purificar a CB de kombucha. No entanto, essas técnicas emergentes podem ser otimizadas no futuro para reduzir o uso de produtos químicos fortes (LIU et al., 2023).

2.5. Métodos para obtenção de nanocelulose bacteriana

A nanocelulose bacteriana (NCB) é obtida a partir da estrutura da celulose bacteriana, que, devido à sua origem, apresenta alta pureza (livre de lignina, hemicelulose ou pectinas) e elevada cristalinidade intrínseca (aproximadamente 70–80%) (CHOI; SHIN, 2020). Para alcançar dimensões nanométricas, podem ser empregados métodos exclusivamente físicos (mecânicos), como homogeneização em alta velocidade, ultrassom, moagem e pressurização, que reduzem as fibras de CB sem alterar sua composição química ((RAHMADIWAN et al., 2023). ABRAL et al. (2018) utilizaram uma sonda ultrassônica de 20 kHz e 3 W/mL durante 60–90 min sobre CB proveniente de nata de coco; observaram que após ~60 min as partículas atingiram tamanho nanométrico e que o índice de cristalinidade diminuiu após o tratamento, embora os grupos funcionais da celulose permanecessem os mesmos.

Os homogeneizadores de alta pressão e alto cisalhamento também são eficazes. A aplicação repetida de pressão (HPH, microfluidização) induz esforços de corte, turbulência e cavitação, reduzindo drasticamente o diâmetro das fibrilas. Por exemplo, foi reportado que a homogeneização em alta pressão pode reduzir o diâmetro das nanofibras de CB de ~117 nm para ~67 nm (MUHAJIR et al., 2022). Essas técnicas físicas tendem a produzir uma mistura de tamanhos de fibrilas e geralmente mantêm a celulose em forma de nanofibras (nanocelulose fibrilar), em contraste com as partículas de forma mais cristalina obtidas por hidrólise química (MUHAJIR et al., 2022).

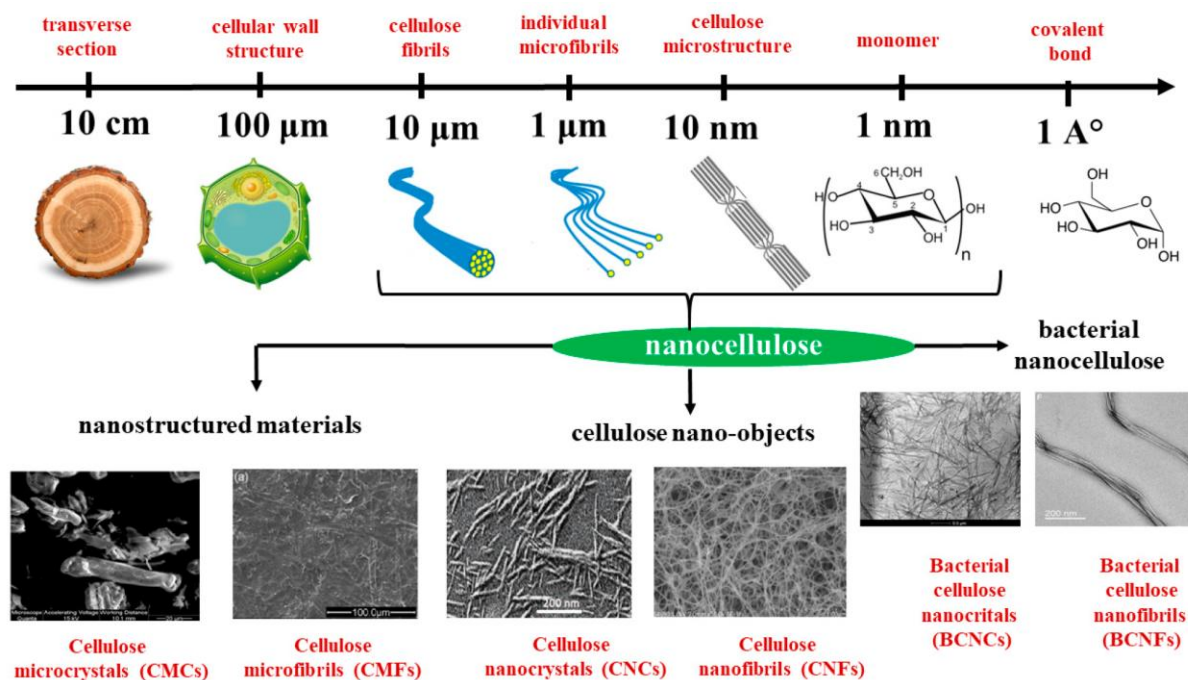
Quanto ao ultrassom, os parâmetros técnicos chave incluem a frequência, a potência e o tempo total de sonicação. De acordo com ABRAL et al. (2018), uma sonicação intensa (20–25 kHz) induz cavitação violenta. Após 60–90 min a 20 kHz, as partículas atingem tamanhos nanométricos, embora a cristalinidade diminua. A sonicação fragmenta a celulose em nanofibras, melhorando a dispersão e a transparência da suspensão (SONG et al., 2017), à custa de uma leve redução do índice de cristalinidade.

Por outro lado, os métodos químicos (especialmente a hidrólise ácida) são geralmente utilizados para obter nanocristais de celulose (CNCs). Durante a hidrólise com ácidos fortes (como H_2SO_4 ou HCl), as regiões amorfas da CB são dissolvidas seletivamente, liberando cristais rígidos. CHOI e SHIN (2020) relatam que esse processo quebra as ligações glicosídicas das porções amorfas, preservando as regiões cristalinas. ARSERIM-UÇAR et al., (2021) observaram que, ao aumentar a temperatura da reação, a cristalinidade final aumenta e o tamanho dos nanocristais diminui. No entanto, esses tratamentos químicos requerem substâncias perigosas, geram efluentes ácidos e podem introduzir grupos de sulfato (no caso do

H₂SO₄), afetando a estabilidade térmica. Embora esses métodos químicos forneçam nanocristais com alta cristalinidade e tamanho uniforme, os métodos físicos são mais "verdes" por não produzirem resíduos químicos e por manterem a composição original da CB (ABRAL et al., 2018). Normalmente resultam em materiais mais fibrilares e menos cristalinos, mas com a vantagem de serem inócuos e sustentáveis (CHOI; SHIN, 2020; RAHMADIWAN et al., 2023).

Um panorama geral dos diferentes tipos de nanocelulose, incluindo as formas bacterianas e vegetais, pode ser visto na Figura 5, que resume as estruturas obtidas desde as microfibrilas até os nanocristais e nanofibrilas de celulose, comparando as origens vegetal e bacteriana (GORBUNOVA et al., 2023). Essa imagem ilustra as principais rotas e escalas de obtenção desses nanomateriais.

Figura 5. Escala hierárquica da celulose e obtenção dos diferentes nanomateriais de celulose. A imagem mostra desde as estruturas macroscópicas da madeira e parede celular até as formas nanométricas: microcristais (CMCs), microfibrilas (CMFs), nanocristais (CNCs).



Fonte: GORBUNOVA et al., (2023)

Neste trabalho, optou-se pela rota física (Turrax + ultrassom) para obter NCB, equilibrando a eficiência na redução de tamanho com a simplicidade e baixa toxicidade do processo.

2.6. Técnicas de secagem aplicadas à nanocelulose

A secagem da nanocelulose é uma etapa crítica, pois a remoção da água pode induzir a agregação irreversível (hornificação) das fibrilas e perda das propriedades nanométricas originais (SOLHI et al., 2023). Por exemplo, foi observado que as nanofibras e nanocristais de celulose secos por liofilização apresentam uma energia superficial menor do que os secos por ar ou por aspersão (SOLHI et al., 2023), o que indica que estas últimas induzem maior aglomeração. Para minimizar esses efeitos e preservar a estrutura porosa, são aplicadas diversas técnicas de secagem adaptadas à nanocelulose. A seguir, são descritas as principais.

2.6.1. Secagem supercrítica de nanocelulose (CO₂)

A secagem supercrítica de CO₂ é uma técnica avançada utilizada para obter aerogéis de nanocelulose com estruturas altamente porosas e alta superfície específica (PENG; GARDNER; HAN, 2012). Neste processo, utiliza-se dióxido de carbono em estado supercrítico, o que permite uma eliminação eficiente da água sem comprometer a morfologia ou a estrutura original das nanofibras de celulose. Ao contrário de outros métodos de secagem, como a secagem por atomização, a secagem supercrítica previne a aglomeração das fibras e mantém a integridade da rede de gel de celulose. De acordo com estudos recentes, como o realizado por WANG et al., (2016), o processo de secagem por CO₂ supercrítico resulta em aerogéis de nanocelulose com uma rede nano-porosa e uma fraca contração (4,03%), o que melhora suas propriedades estruturais e as torna adequadas para aplicações de alta superfície específica, como materiais de adsorção ou biomateriais. Esta técnica também apresenta a vantagem de ser menos tóxica e mais eficiente do que outros métodos, devido à sua capacidade de evitar a degradação térmica da celulose, preservando suas propriedades biocompatíveis e funcionais (WANG et al., 2016).

2.6.2. Secagem por aspersão (*spray-drying*)

A secagem por atomização é uma técnica eficiente e escalável para transformar suspensões líquidas em pós secos de alta qualidade (GHASEMI; BEHROOZ; RAHIMI, 2023). Este processo é realizado por meio da atomização de uma suspensão seguida da rápida evaporação da água em uma corrente de ar quente. Segundo AMIN; ABADI; KATAS, (2014) e GHASEMI; BEHROOZ; RAHIMI, (2023), a secagem por aspersão permite conservar as propriedades estruturais das nanofibrilas de celulose, mantendo seu tamanho em escala nanométrica mesmo após a fase de secagem (SOLHI et al., 2023). Isso é crucial para evitar a agregação das fibras, um desafio comum em outros métodos de secagem, como a secagem por

congelamento ou secagem em forno. Em estudos anteriores, foi observado que o uso de temperaturas de entrada de 150-240°C no spray dryer garante uma boa dispersibilidade do pó resultante, facilitando sua utilização em aplicações como compósitos poliméricos ou biomateriais. Além disso, foi demonstrado que a secagem por aspersão melhora a estabilidade térmica e a cristalinidade da nanocelulose, superando outras técnicas de secagem, como a liofilização e secagem em forno, em termos de eficiência e controle da morfologia (PENG; GARDNER; HAN, 2012). Apesar das vantagens, o processo requer um controle preciso de fatores como a concentração de sólidos na suspensão e a velocidade de atomização para evitar bloqueios nos cabeçotes de atomização e garantir a qualidade do pó seco (HWANG et al., 2024; PENG; GARDNER; HAN, 2012). Esses estudos demonstram que a secagem por aspersão é uma das técnicas mais promissoras para a produção de nanocelulose bacteriana com aplicações industriais em larga escala.

2.6.3. Secagem convectiva (ar ou forno)

Este é o método mais simples, mas induz uma forte hornificação. Ao evaporar a água por aquecimento, as fibrilas colapsam devido às tensões capilares e formam redes densas irreversíveis. De fato, como mencionado, os nanomateriais liofilizados têm menor energia superficial do que os secos ao ar ou por pulverização (SOLHI et al., 2023), o que demonstra maior aglomeração na secagem convencional. Em geral, a secagem ao ar ou em estufa é utilizada apenas quando a dispersão não é importante, pois deteriora as propriedades originais do nanomaterial.

2.6.4. Liofilização

Este processo é baseado na congelamento do material e na posterior remoção da água por sublimação, evitando as tensões superficiais capilares. Ao aplicar a secagem supercrítica (CO₂), as dimensões nanométricas originais das nanofibras são preservadas, enquanto a liofilização forma estruturas em fita com espessura nanométrica (PENG; GARDNER; HAN, 2012). De forma análoga, em aerogéis de celulose bacteriana, utiliza-se a liofilização (ou a secagem supercrítica) para manter a estrutura microporosa, o que resulta em materiais de baixa densidade e alto volume específico (REVIN et al., 2020).

2.6.5. Métodos emergentes

Tem sido desenvolvidas estratégias inovadoras para melhorar a secagem. ONYIANTA et al., (2023) conseguiram secar fibras de CNF sem aditivos por meio de uma troca de fase líquida: substituíram a água por isopropanol e depois secaram rapidamente ao ar, obtendo pós

secos de CNF facilmente dispersáveis com propriedades praticamente inalteradas (ONYIANTA et al., 2023). (SANDERS et al., 2023) Empregaram secagem por electrospray para CNC, utilizando atomização eletrohidrodinâmica (EHDA) para gerar gotas extremamente finas; obtiveram pó de CNC em escala nanométrica (10–500 nm de largura) que melhorou significativamente a resistência de compósitos com PLA (GHASEMI; BEHROOZ; RAHIMI, 2023). Outras técnicas em estudo incluem o spray-freeze-drying (primeiro congela, depois liofiliza) e métodos de fluxo através de membranas para desidratar a suspensão. A escolha da técnica ideal depende do tipo de nanocelulose (CNF, CNC ou NCB) e do produto final desejado, sempre buscando preservar a nanoestrutura e favorecer uma eventual reidratação no processo downstream (HWANG et al., 2024).

2.7. Caracterização de nanocelulose

A caracterização estrutural, morfológica, térmica e mecânica da nanocelulose bacteriana (NCB) é essencial para compreender como os processos físicos, como ultrassom, homogeneização ou secagem por aspersão, afetam suas propriedades. A celulose bacteriana é um biopolímero de origem microbiana com alta pureza e cristalinidade, mas a desintegração física pode modificar tanto sua morfologia quanto sua estrutura cristalina e funcionalização superficial. Por isso, emprega-se um conjunto de técnicas analíticas complementares que permitem avaliar de forma integral as nanoestruturas obtidas.

2.7.1. Técnicas de caracterização estrutural

A difração de raios X (DRX) é fundamental para avaliar a cristalinidade da nanocelulose. Ela permite calcular o índice de cristalinidade (CrI) e distinguir fases polimórficas (celulose I β , I α , II, etc.), já que os picos de difração correspondem a distâncias interplanares cristalinas. Um estudo onde se produziu BC com suco de melão como fonte de carbono, mostrou um CrI de 79,6%, evidenciando que até substratos alternativos permitem obter BC altamente cristalina (EL-NAGGAR; MOHAMMED; EL-MALKEY, 2023). Além disso, reafirma-se que a nanocelulose bacteriana apresenta um CrI alto (70–90%) devido à sua estrutura ordenada e à ausência de lignina e hemicelulose (GIRARD; CHAUSSÉ; VERMETTE, 2024) Processos como o ultrassom costumam diminuir o CrI devido à fragmentação das fibrilas (ABRAL et al., 2018).

Da mesma forma, a espectroscopia Raman pode revelar a orientação das microfibrilas e seu grau de ordenação; AGARWAL, (2017), e mais recentemente TOFANICA et al., (2025) Destacam seu uso para identificar a ordem molecular e a interação na nanocelulose (por exemplo, distinguir mudanças anisotrópicas sob tensão). Na celulose bacteriana, o Raman

permite distinguir as bandas vibracionais associadas ao esqueleto glicosídico, assim como as diferenças entre regiões cristalinas e amorfas.

Por outro lado, a espectroscopia no infravermelho (FTIR) identifica grupos funcionais característicos da celulose e detecta impurezas. Observam-se bandas de estiramento O–H ($\sim 3330\text{--}3350\text{ cm}^{-1}$) e C–H ($\sim 2900\text{ cm}^{-1}$), além de picos na região de $1000\text{--}1100\text{ cm}^{-1}$ (C–O e C–O–C da celulose) (ROSTAMABADI et al., 2024). A presença de bandas adicionais indica impurezas: em particular, a banda em $\sim 1731\text{ cm}^{-1}$ (carbonilo de hemicelulose) desaparece após a remoção completa da hemicelulose (ROSTAMABADI et al., 2024). A ausência de lignina (que gera bandas em $\sim 1510\text{ cm}^{-1}$) também é confirmada por FTIR em nanoceluloses bem purificadas (MENEGUIN et al., 2020). Essas técnicas estruturais complementares (DRX, Raman, FTIR, ssNMR) oferecem informações sobre a composição cristalina e química de CNC, CNF e CB (TOFANICA et al., 2025).

2.7.2. Técnicas morfológicas

Para examinar a morfologia da nanocelulose, são utilizadas principalmente microscopia de alta resolução. A microscopia eletrônica de varredura (MEV) fornece imagens da superfície das nanofibrilas e nanocristais; permite medir comprimentos e diâmetros em escala nanométrica e observar agregados ou dispersão do material em uma matriz. Como apontam várias revisões, o SEM é ideal para visualizar a fibrilação: as imagens revelam fibrilas flexíveis e entrelaçadas ou nanocristais mais rígidos e aciculares (ROSTAMABADI et al., 2024).

A microscopia eletrônica de transmissão (MET) oferece ainda maior resolução espacial, sendo capaz de mostrar a estrutura interna e a seção transversal dos nanomateriais (MENEGUIN et al., 2020). A MET oferece maior resolução, sendo ideal para avaliar a seção transversal das partículas e confirmar sua ordem cristalina (MENEGUIN et al., 2020). A microscopia de força atômica (MFA) é utilizada para caracterizar a topografia 3D de fibras individuais: mede alturas (espessura das fibras) e rugosidade da superfície da celulose em escala nanométrica. Técnicas combinadas, como MFA-Raman, são especialmente úteis para correlacionar a resposta mecânica com deformações moleculares em nanofibras sob carga.

2.7.3. Técnicas térmicas

A análise térmica permite avaliar a estabilidade térmica, a degradação e a compatibilidade da nanocelulose com processos industriais, como a secagem por aspersão, a encapsulação ou a incorporação em materiais compostos. As duas técnicas mais utilizadas para

essa finalidade são a análise termogravimétrica (TGA) e a calorimetria diferencial de varredura (DSC) (FOSTER et al., 2018).

A TGA permite estudar a perda de massa dos materiais em função da temperatura, o que informa sobre a degradação térmica, a presença de água adsorvida ou ligada e a quantidade de resíduos carbonosos. De acordo com o estudo de JORDAN et al., (2019), os CNCs obtidos de resíduos de algodão mostraram um intervalo principal de degradação entre 200–350 °C, e diferenças claras entre amostras oxidativas, branqueadas e parcialmente dessulfuradas, dependendo de seus grupos funcionais e métodos de extração aplicados. A TGA pode ser complementada com a DTG (termogravimetria derivada), que calcula a derivada da perda de massa em relação à temperatura e permite identificar com maior precisão os picos de degradação térmica do material. Por sua vez, MENEGUIN et al., (2020) estudaram BCNF secas por secagem por atomização, observando que as curvas de TGA e DTG permitiram identificar um perfil térmico estável, com decomposição térmica iniciada em torno de 290-310 °C. A incorporação de excipientes como manitol ou maltodextrina alterou o perfil térmico, com deslocamentos das temperaturas de degradação, o que indicou interações entre os componentes do sistema (MENEGUIN et al., 2020).

Em outro estudo, TRACHE et al., (2020) revisaram o uso de técnicas como TGA, DTG e DSC para caracterizar diferentes tipos de nanocelulose (CNC, CNF e BNC). Destaca-se que a TGA é sensível a variações estruturais, enquanto a DSC permite identificar transições térmicas, como fusão, reordenamento cristalino ou eventos exotérmicos derivados de decomposição ou interação química. Adicionalmente, FOSTER et al., (2018) descrevem a importância de ambas as técnicas dentro do conjunto de ferramentas de caracterização para nanomateriais celulósicos. Destaca-se que a análise térmica não apenas fornece informações fundamentais sobre os processos de degradação, como também contribui para a otimização de etapas como secagem, formulação e compatibilidade com polímeros.

2.6. Aplicações agrícolas e em bioinsumos

A BCN se destaca por sua alta cristalinidade, pureza, biocompatibilidade e estrutura tridimensional porosa, o que a torna um biopolímero versátil para múltiplas aplicações. Sua capacidade de reter água, sua elevada superfície específica e a facilidade para ser funcionalizada permitem que a NCB atue como matriz em diversos sistemas bioativos (DITTA; ARSHAD; IBRAHIM, 2015).

O uso de BCN como matriz para a formulação de bioinsumos agrícolas tem ganhado atenção devido à sua capacidade de imobilizar microrganismos, protegê-los frente a condições adversas e permitir sua liberação gradual no solo. Sua estrutura porosa, alta retenção de umidade e superfície funcionalizável a tornam especialmente atraente como suporte para rizobactérias promotoras do crescimento vegetal, fungos benéficos ou consórcios microbianos. Segundo ZHANG et al., (2011), a imobilização de células microbianas em estruturas nanométricas permite melhorar a taxa de reação, facilita a manipulação no campo e oferece proteção contra o estresse ambiental, prolongando a viabilidade celular. Além disso, a CNF pode competir com outras matrizes naturais, como alginato ou quitina, permitindo modificações químicas que ajustem sua interação com os microrganismos. O uso de nanopartículas funcionais ou recobrimentos nanométricos tem sido proposto como estratégia para preservar a atividade de bioinoculantes durante o armazenamento. O uso de matrizes poliméricas em formulações de biofertilizantes protege as células vivas da dessecação, o que melhora a eficácia agrônômica desses produtos (DITTA; ARSHAD; IBRAHIM, 2015).

2.6.1. Bioformulação e liberação controlada

Em sistemas de liberação controlada, a BCN atua como uma plataforma biopolimérica que pode incorporar nutrientes ou compostos bioativos e liberá-los de forma sustentada em resposta a estímulos ambientais (como umidade, pH ou temperatura). Essa característica é chave para o desenvolvimento de fertilizantes inteligentes ou pesticidas de liberação lenta. O uso de recobrimentos nanométricos sobre fertilizantes químicos permite uma dosagem mais eficiente e reduz a perda por lixiviação ou volatilização. Os recobrimentos com nanopartículas e nanopolímeros contribuem para uma liberação sustentada, melhorando a disponibilidade do nutriente ao longo do tempo e diminuindo o impacto ambiental (DITTA; ARSHAD; IBRAHIM, 2015). A NCB pode cumprir essa função, por ser biodegradável, biocompatível e ajustável em sua composição superficial.

Por outro lado, estratégias de liberação gradual para compostos bioativos também foram desenvolvidas a partir de matrizes baseadas em biopolímeros funcionalizados, como celulose ou quitosana. Isso permite uma administração direcionada de insumos agrícolas, como fertilizantes NPK ou pesticidas encapsulados, otimizando seu uso e reduzindo seu impacto ecológico (DITTA; ARSHAD; IBRAHIM, 2015).

2.7. Biossíntese e funcionalização de nanomateriais para aplicações bioativas

A nanotecnologia é uma disciplina transversal que transformou diversos setores

científicos e industriais, desde a medicina até a agricultura. As nanopartículas (NPs), com tamanhos entre 1 e 100 nm, apresentam propriedades físico-químicas e morfologias que diferem significativamente dos seus materiais de origem em escala macroscópica (CHEN; YADA, 2011). Isso estimulou sua incorporação em biomateriais funcionais, como a nanocelulose bacteriana.

A síntese de nanopartículas pode ser abordada por dois enfoques principais: bottom-up, baseado no autoencaixe molecular; e top-down, no qual materiais em escala macro são reduzidos por meios físicos ou químicos. Enquanto o enfoque ascendente permite maior homogeneidade e menor presença de defeitos, o descendente geralmente gera mais imperfeições na superfície, o que pode afetar sua funcionalização posterior. Ambos os enfoques foram aplicados na síntese de NPs metálicas, inorgânicas, orgânicas e híbridas com propriedades ópticas, elétricas ou biológicas incomuns (PANPATTE; JHALA, 2019).

2.8. Biossíntese de nanopartículas por rotas microbianas

Organismos como bactérias e fungos demonstraram uma capacidade notável de reduzir íons metálicos a nanopartículas, aproveitando enzimas redutoras e moléculas estabilizantes presentes em seu metabolismo. Esse processo pode ser realizado tanto intracelular quanto extracelularmente, dependendo do organismo e das condições do meio de cultivo (NARAYANAN; SAKTHIVEL, 2010). Em particular, fungos como *Aspergillus niger*, *Fusarium oxysporum* ou *Trichoderma harzianum* têm sido utilizados para a produção de nanopartículas de prata (AgNPs), óxido de zinco (ZnO-NPs) e óxido de ferro, com propriedades antimicrobianas, fertilizantes ou catalíticas (CHHIPA, 2018).

O uso de rotas biológicas não só é mais seguro ambientalmente, mas também permite controlar o tamanho e a morfologia das partículas obtidas. Além disso, as nanopartículas biossintetizadas geralmente estão recobertas por compostos orgânicos (proteínas, polissacarídeos etc.) secretados pelos microrganismos, o que melhora sua estabilidade coloidal e compatibilidade biológica.

2.9. Funcionalização de nanomateriais com propriedades bioativas

Uma vez obtidas, as nanopartículas podem ser funcionalizadas com moléculas específicas para aumentar sua reatividade, seletividade ou integração com matrizes biológicas. Essa funcionalização pode envolver a adsorção, conjugação covalente ou dopagem dos nanomateriais com polímeros, agentes bioativos (como extratos de plantas ou peptídeos antimicrobianos) ou biomacromoléculas (como proteínas, DNA ou polissacarídeos) (DITTA;

ARSHAD; IBRAHIM, 2015).

No contexto agrícola, essas nanopartículas funcionalizadas demonstraram potencial como transportadoras de nutrientes, inibidores de patógenos ou estimuladores do crescimento vegetal. Por exemplo, as nanopartículas de óxido de zinco dopadas com compostos orgânicos podem liberar zinco de forma gradual, reduzindo a toxicidade por acúmulo e melhorando a eficiência do fertilizante (PANPATTE; JHALA, 2019). Além disso, foram desenvolvidos nanomateriais híbridos que combinam propriedades antimicrobianas e de liberação controlada, como as AgNPs encapsuladas em matrizes de celulose bacteriana ou quitosana, capazes de liberar agentes ativos em resposta a condições ambientais como umidade ou pH (CHHIPA, 2018). Essa sinergia entre biossíntese e funcionalização é fundamental para o desenvolvimento de plataformas inteligentes aplicáveis na agricultura de precisão.

Em conjunto, os avanços recentes na biossíntese e funcionalização de nanomateriais abriram novas possibilidades para o desenvolvimento de formulações bioativas aplicadas na agricultura, medicina e biotecnologia. Particularmente no campo dos bioinsumos, o uso de matrizes como a nanocelulose bacteriana, junto com nanopartículas funcionais de origem biológica, oferece plataformas versáteis para a imobilização de microrganismos, a liberação controlada de compostos e a criação de sistemas inteligentes adaptados a condições ambientais variáveis. Essas abordagens, respaldadas por estratégias verdes e sustentáveis, representam uma mudança de paradigma na forma de projetar soluções biotecnológicas. A partir dessa base conceitual, propõe-se o desenvolvimento experimental de uma nanoformulação baseada em nanocelulose funcionalizada com microrganismos antagonistas, cujo desempenho será avaliado frente a condições de estresse e patógenos agrícolas relevantes.

3. METODOLOGIA

3.1. Produção do SCOBY

Para produzir o SCOBY, foi utilizado um cultivo iniciador de um consórcio simbiótico de bactérias e leveduras (Symbiotic Culture of Bacteria and Yeast: SCOBY), o qual foi inoculado em um meio de cultivo composto por uma infusão de chá verde e sacarose. Para isso, dissolveram-se 10 g L⁻¹ de chá verde e 80 g L⁻¹ de açúcar de mesa (sacarose) em água destilada (AMARASEKARA; WANG; GRADY, 2020). Posteriormente, foram colocados 250 mL do meio em frascos cilíndricos de vidro previamente lavados, que foram cobertos com panos porosos para permitir uma adequada aeração e seguros com um barbante. Os frascos contendo o meio de cultivo foram esterilizados em autoclave a 121°C durante 20 minutos a uma pressão

padrão de 1 atm sobre pressão (≈ 15 psi) e deixados esfriar à temperatura ambiente. Após o processo de esterilização, os frascos foram inoculados com o cultivo iniciador de SCOBY fornecido pelo Laboratório de Microbiologia de Fermentações. O processo de fermentação foi realizado sob condições estáticas em uma incubadora, à temperatura ambiente ($\sim 30^\circ\text{C}$), protegida da luz, durante um período de 10 a 14 dias, até a formação de uma película gelatinosa visível de celulose bacteriana na superfície do líquido.

Em seguida, com o objetivo de aumentar a biomassa e a espessura da celulose, como mostrado na Figura 6, as películas obtidas foram mantidas em incubação estática prolongada, para o que, periodicamente (aproximadamente a cada mês), o meio esgotado foi substituído por meio fresco com o propósito de nutrir o SCOBY e promover seu crescimento contínuo.

Figura 6. Etapas do cultivo e multiplicação do SCOBY para produção de celulose bacteriana, incluindo recâmbio periódico de meio para aumento da biomassa.



Fonte: Elaborado pela autora (2025)

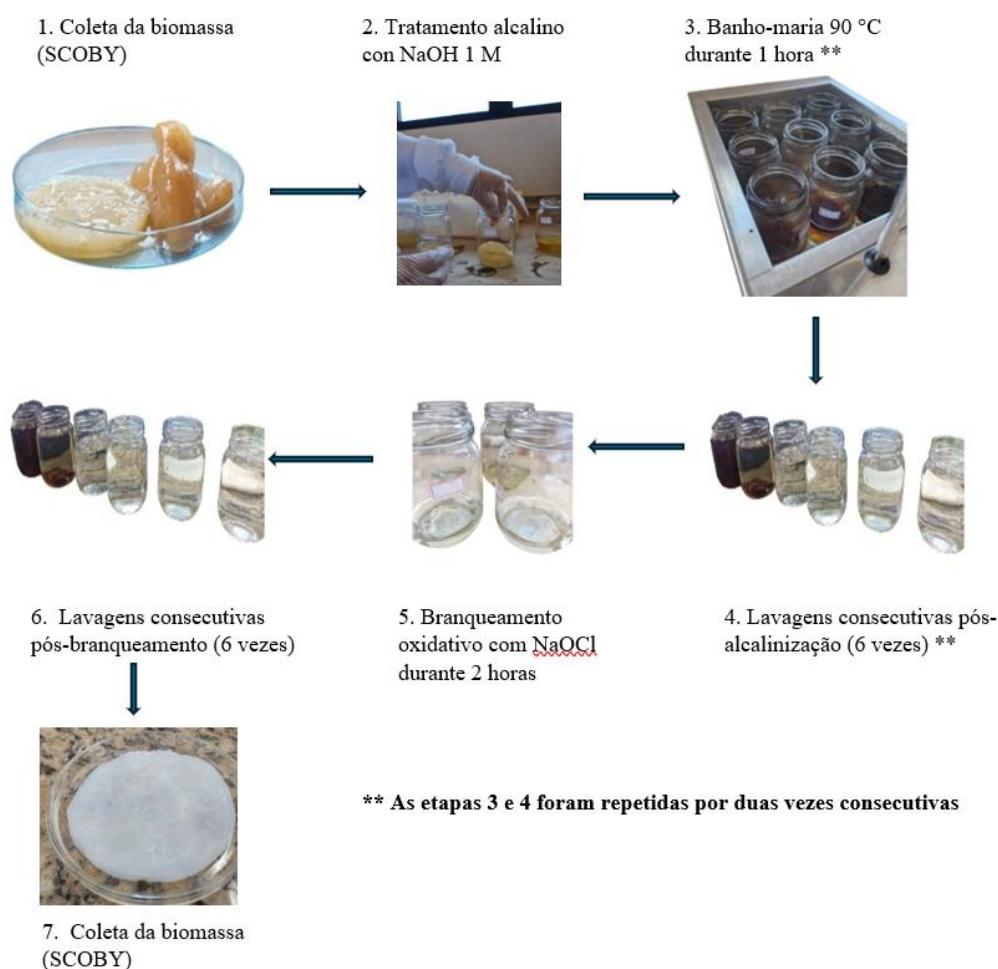
3.2. Purificação da celulose bacteriana

Para eliminar completamente a comunidade microbiana associada ao SCOBY, foi aplicado um processo de purificação em duas etapas: tratamento alcalino seguido de branqueamento oxidativo.

Na primeira etapa, as películas formadas foram submetidas a um tratamento alcalino com hidróxido de sódio (NaOH 1 mol L^{-1}) em banho-maria a 90°C durante uma hora. Em seguida, foram realizadas seis lavagens consecutivas com água destilada. Essa sequência foi repetida duas vezes para garantir a remoção eficiente de proteínas, resíduos celulares e compostos solúveis. Na segunda etapa, foi realizado o branqueamento oxidativo utilizando hipoclorito de sódio a 1,5% (v/v), preparado a partir de cloro comercial, durante duas horas à temperatura ambiente. Esse procedimento promoveu o clareamento das películas de celulose, indicando a remoção de pigmentos residuais e compostos fenólicos que poderiam interferir em análises posteriores. Após o branqueamento, as amostras foram novamente submetidas a seis lavagens consecutivas com água destilada e posteriormente armazenadas até seu processamento.

(Ver Figura 7).

Figura 7. Purificação da celulose bacteriana a partir de SCOBY.



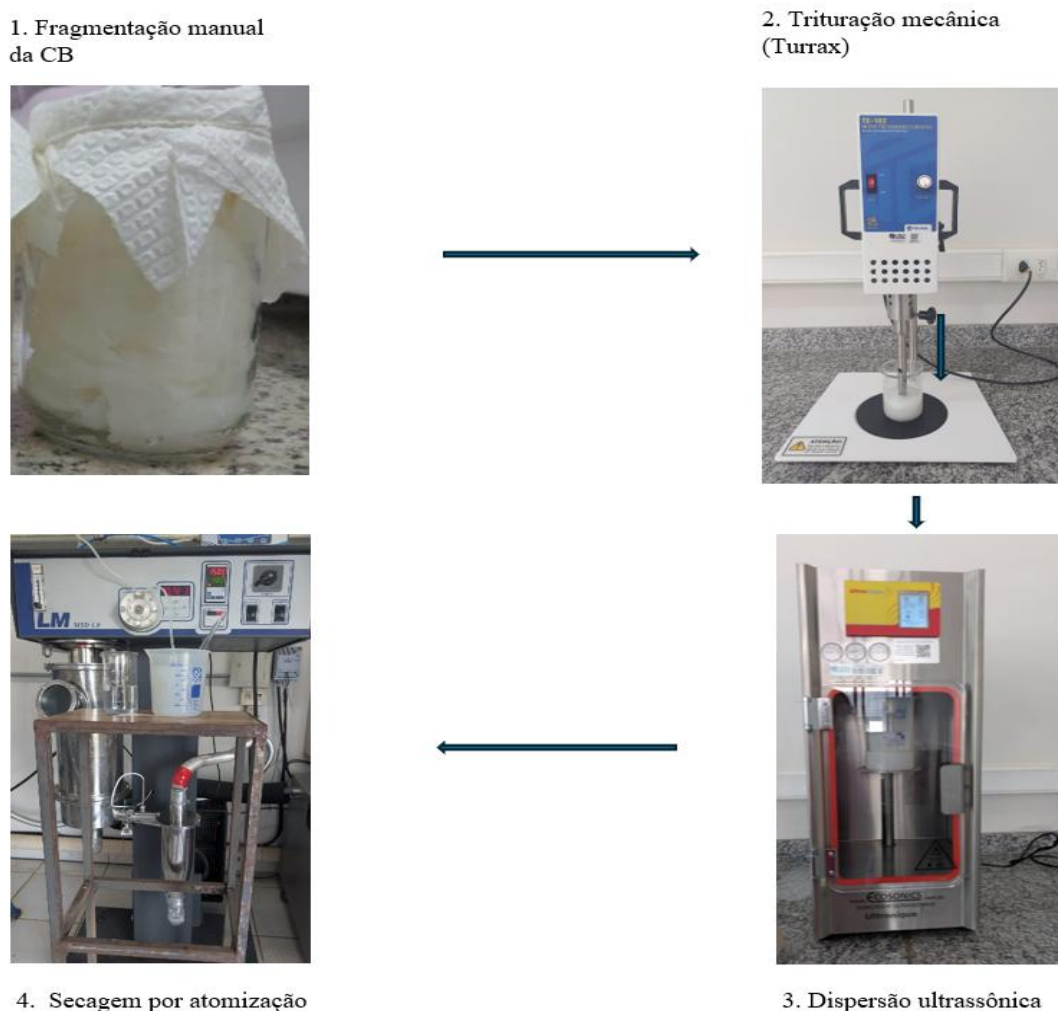
Fonte: Elaborado pela autora (2025)

Esse protocolo de purificação foi adaptado do método descrito por AMARASEKARA; WANG; GRADY, (2020), o qual demonstrou eficácia na obtenção de celulose bacteriana com elevado grau de pureza, adequada para aplicações funcionais.

3.3. Processamento físico para obtenção de nanomateriais

O processamento físico da celulose bacteriana purificada foi realizado em três etapas consecutivas: pré-trituração mecânica, dispersão ultrassônica e secagem por atomização, com o objetivo de obter nanomateriais funcionais na forma de pó fino. (Ver figura 8).

Figura 8. Processamento físico da celulose bacteriana para obtenção de nanomateriais.



Fonte: Elaborado pela autora (2025)

Primeiramente, foi realizada uma homogeneização mecânica utilizando um microtriturador de alta velocidade (modelo TE-102, marca Tecnal®, Brasil), localizado no

Laboratório de Operações e Sistemas Térmicos da Engenharia Química (UFLA). Foram utilizados 250 mL de suspensão aquosa de celulose (aproximadamente 1% p/v), previamente cortada em fragmentos manuais. O processamento foi realizado a uma velocidade de 20.000 rpm durante 5 minutos, em intervalos de 1 minuto, para evitar o sobreaquecimento. A amostra resultante apresentou uma consistência fluida com partículas visivelmente reduzidas. Em seguida, a suspensão foi submetida a uma etapa de sonicação utilizando um disruptor ultrassônico digital de sonda (modelo QR-350W, marca Ultronique®), operado a uma potência de 70% e com uma frequência de trabalho de 20 kHz. O tratamento ultrassônico foi realizado durante 5 minutos (300 segundos), com a ponta tipo MACRO completamente submersa, para garantir a dispersão das nanofibras. Esta etapa permitiu a desagregação das microfibrilas e a redução do tamanho das partículas para a escala nanométrica.

Finalmente, a suspensão tratada foi processada por secagem por atomização utilizando um secagem por atomização LM MSD 1.0 (Labmaq do Brasil®), localizado no Laboratório de Embalagens e Encapsulação, da UFLA. Trabalhou-se com uma concentração de entrada de 20 g de sólidos dissolvidos por litro, utilizando uma bomba peristáltica com fluxo de alimentação ajustado para 0,30 L h⁻¹. A temperatura de entrada foi fixada em 150°C e a temperatura de saída oscilou entre 105 e 110°C. O fluxo de ar foi mantido em 30 L min⁻¹. Sob essas condições, obteve-se um pó branco fino, seco, com alta dispersibilidade e baixo teor de umidade.

3.4. Caracterização físico-química do nanomaterial obtido

3.4.1. Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A caracterização funcional dos nanomateriais obtidos foi realizada por espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), utilizando um espectrômetro de transmissão *IRAffinity-1* (Shimadzu, Japão). Para a análise, foi utilizado o método de pastilha com brometo de potássio (KBr), numa proporção de 1% m/m (0,0020 g de amostra + 0,1980 g de KBr seco), alcançando uma massa total de 0,2000 g por pastilha. A mistura foi homogeneizada em um pilão de ágata e, em seguida, transferida para um molde de 13 mm de diâmetro, onde foi prensada a uma pressão de 6 toneladas durante 15 minutos em uma prensa hidráulica Bovenau ST-15, até formar pastilhas translúcidas. Como referência, foi preparada uma pastilha de KBr puro com as mesmas condições de massa e prensagem. Esta técnica foi escolhida por sua capacidade de identificar grupos funcionais presentes na superfície da celulose bacteriana processada, informação chave para avaliar seu potencial em aplicações biotecnológicas, como matrizes de recobrimento, sistemas de liberação e compatibilidade química com biomoléculas.

Os espectros foram obtidos na Central de Análise e Prospecção Química da Universidade Federal de Lavras, em uma faixa espectral de 400 a 4000 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} e 32 varreduras por amostra.

3.4.2. Espectroscopia Raman

A caracterização vibracional por espectroscopia Raman foi realizada com o objetivo de identificar os modos vibracionais característicos da celulose e detectar possíveis alterações estruturais induzidas pelos processos físicos aplicados. Esta técnica, complementar à espectroscopia no infravermelho (FTIR) e à difração de raios X (DRX), permite observar mudanças sutis na organização molecular, como variações na cristalinidade relativa, defeitos estruturais ou o surgimento de novos modos vibracionais, contribuindo para uma melhor compreensão do efeito do ultraturrax, ultrassom e secagem por atomização sobre a rede celulósica.

As análises foram realizadas pelo Departamento de Física do Instituto de Ciências Exatas (ICE) da Universidade Federal de Juiz de Fora (MG), utilizando um espectrômetro *Bruker MultiRAM FT-Raman* com excitação a laser Nd:YAG de 1064 nm, em modo de reflexão. Os espectros foram adquiridos na faixa de 400 a 4000 cm^{-1} .

3.4.3. Difração de Raios X (DRX)

A difração de raios X (DRX) foi utilizada para avaliar a cristalinidade e a organização estrutural da nanocelulose obtida após o processamento físico da celulose bacteriana biossintetizada a partir de SCOPY. Esta técnica permite determinar a presença e proporção de regiões cristalinas e amorfas no material, o que é crucial para inferir suas propriedades mecânicas, térmicas e seu potencial de interação superficial em futuras aplicações biotecnológicas.

A amostra seca em pó foi embalada em um suporte de análise e enviada ao Centro Regional para o Desenvolvimento Tecnológico e Inovação (CRTI), localizado em Goiânia (GO). A medida de difração de raios X (DRX) foi realizada em um difratômetro *Bruker D8 Discover*, utilizando radiação $\text{K}\alpha$ de um tubo com ânodo de cobre operando a 40 kV e 40 mA, configuração Bragg-Brentano (θ - θ), detector pontual de cintilação. A medida foi adquirida no intervalo angular de 2θ entre 2° a 80° , com passo de $0,02^\circ$, e tempo de contagem de 6 segundos.

Os dados obtidos foram utilizados para calcular o índice de cristalinidade e comparar a assinatura estrutural do nanomaterial com padrões relatados para celulose bacteriana nativa e modificada, a fim de estabelecer a eficácia do método de ruptura e secagem sobre a estrutura interna do polímero.

3.5. Micrografia por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As amostras de celulose bacteriana seca foram processadas no Laboratório de Microscopia Eletrônica da Universidade Federal de Lavras (UFLA). Para a preparação, pequenas quantidades do material em pó foram depositadas sobre stubs metálicos previamente recobertos com fita adesiva condutora de carbono. Em seguida, as amostras foram submetidas à metalização com ouro, a fim de tornar a superfície condutora e adequada para análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV). As amostras foram então analisadas em microscópio eletrônico de varredura de emissão de campo (FEG-SEM, modelo Tescan Clara), operando sob condições adequadas de aceleração e vácuo para obtenção de imagens com alta resolução. As micrografias obtidas foram posteriormente analisadas utilizando o software ImageJ, com o objetivo de realizar medições morfológicas e estimar o diâmetro equivalente das partículas.

3.6. Análise de estabilidade térmica: TGA

Para a análise, foi utilizada aproximadamente 10,177 mg de amostra de celulose bacteriana em pó seco. As amostras foram submetidas a aquecimento controlado em faixa de temperatura de aproximadamente 25 a 900 °C, com taxa de aquecimento constante. Durante o ensaio, foram registradas as variações de massa em função da temperatura, permitindo a identificação dos eventos térmicos associados à degradação do material. Adicionalmente, foi realizada análise térmica diferencial (DTA) para auxiliar na interpretação dos eventos endotérmicos e exotérmicos observados ao longo do aquecimento.

A análise termogravimétrica (TGA) foi realizada na Central de Análise e Prospecção Química da Universidade Federal de Lavras.

3.7. Considerações finais sobre a metodologia

O conjunto de procedimentos descritos permitiu a obtenção de um nanomaterial funcional a partir de celulose bacteriana, integrando etapas de biossíntese, purificação, processamento físico e caracterização estrutural. A estratégia adotada, que combinou técnicas mecânicas de ruptura com secagem por aspersão, foi projetada para preservar as propriedades físico-químicas da celulose enquanto favorecia a obtenção de partículas em escala nanométrica. As metodologias empregadas foram selecionadas não apenas por sua acessibilidade, mas também pelo seu potencial de escalabilidade, o que é particularmente relevante considerando as aplicações biotecnológicas previstas para esses materiais. As análises de caracterização física foram escolhidas por sua capacidade de fornecer informações complementares sobre a

composição química, as interações moleculares e a cristalinidade dos nanomateriais obtidos. Em conjunto, esta etapa experimental estabelece as bases para investigações futuras voltadas para a funcionalização e aplicação desses materiais no desenvolvimento de bioinsumos.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção, são apresentados e analisados os principais resultados obtidos ao longo do processo experimental, desde a produção e purificação da celulose bacteriana biossintetizada por SCOPY, até a obtenção e caracterização dos nanomateriais resultantes. São integradas observações dos resultados, assim como interpretações baseadas na literatura científica, com o propósito de validar a viabilidade do protocolo proposto. Além disso, discute-se o potencial do material obtido para aplicações biotecnológicas, com base em suas propriedades estruturais, químicas e funcionais reveladas pelas técnicas analíticas aplicadas.

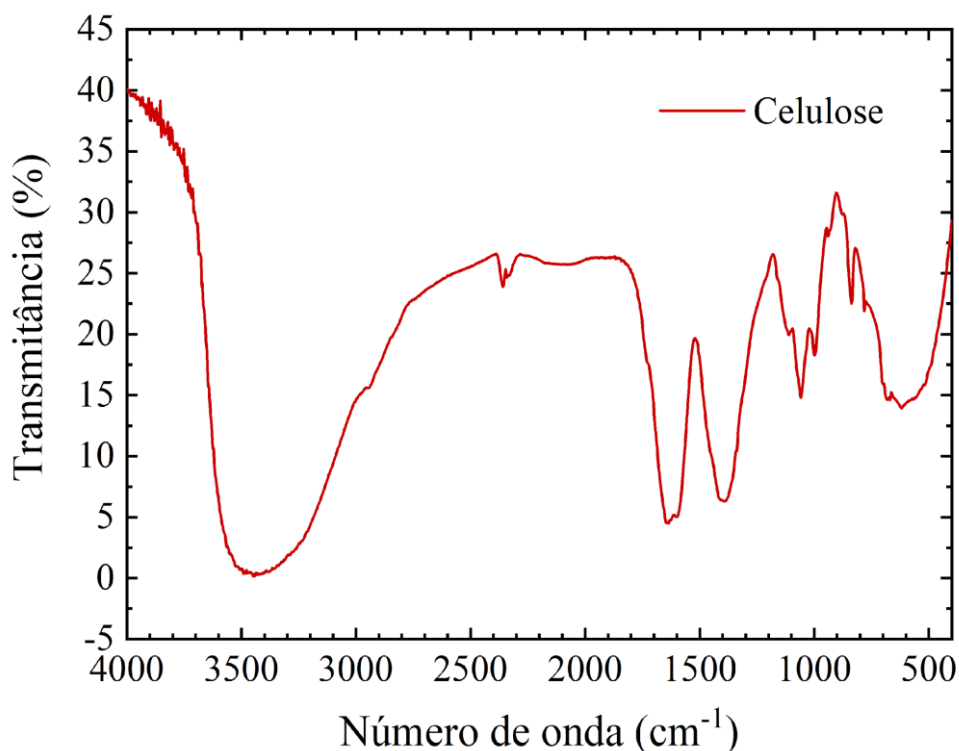
4.1. Análise por Espectroscopia no infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) foi empregada com o objetivo de investigar a integridade química da nanocelulose bacteriana (NCB) obtida a partir de SCOPY purificado, após tratamento físico com turrax, ultrassonicação e secagem por atomização. A análise foi realizada a partir de pastilhas de KBr, na faixa espectral de 4000 a 400 cm^{-1} .

A banda larga centrada em 3444 cm^{-1} corresponde à vibração de estiramento dos grupos hidroxila ($-\text{OH}$), abundantemente presentes na estrutura da celulose. A largura desta banda está relacionada à extensa rede de ligações de hidrogênio intra e interfibrilares, responsável pela elevada higroscopicidade do material (PORTELA et al., 2019; WANG et al., 2017). A manutenção dessa absorção indica que as interações moleculares observadas são compatíveis com a estrutura típica da celulose tipo I, mesmo após os tratamentos físicos aplicados. A absorção em 1620 cm^{-1} é atribuída à deformação angular das moléculas de água adsorvidas, um fenômeno comum em materiais celulósicos devido à afinidade com água, mesmo após a secagem. Alternativamente, essa banda pode refletir traços de grupos carbonila ($\text{C}=\text{O}$), possivelmente resultantes de oxidações superficiais durante as etapas alcalinas de purificação (ADITIAWATI et al., 2023). O sinal observado em 1402 cm^{-1} é classicamente associado à deformação dos grupos metileno (CH_2 , *scissoring*) da cadeia celulósica. No entanto, não se descarta uma possível sobreposição com bandas de grupos carboxílicos ($-\text{COO}^-$), que podem se originar de resíduos de ácidos orgânicos microbianos, como ácido acético ou ácido

glucônico, presentes no meio de cultivo do SCOPY (SURMA-ŚLUSARSKA; PRESLER; DANIELEWICZ, 2008). A região entre 1200 e 900 cm^{-1} constitui a chamada “região fingerprint” da celulose. Destaca-se a banda intensa em 1100 cm^{-1} , atribuída ao estiramento assimétrico das ligações C–O–C dos enlaces $\beta(1\rightarrow4)$, principal assinatura da cadeia glucopiranósica. Essa absorção, combinada com bandas em 1055 cm^{-1} e 999 cm^{-1} , relacionadas aos estiramentos dos grupos alcoólicos primários e secundários, confirma a preservação da estrutura polimérica fundamental da celulose (KLEMM et al., 2011; WANG et al., 2017). Um pico adicional observado em 822 cm^{-1} é frequentemente associado a vibrações fora do plano dos grupos C–H da celulose tipo Ia. Ainda que a presença dessa forma alotrópica não possa ser confirmada exclusivamente por FTIR, esse sinal é compatível com a morfologia predominante em celulose bacteriana (OH et al., 2005). O pico em 623 cm^{-1} , por sua vez, é atribuído a deformações do anel glucopiranósico e flexões de grupos –OH, completando a região de baixa frequência do espectro. O espectro resultante (Figura 9) revelou a presença de bandas vibracionais características da estrutura celulósica, indicando que os principais grupos funcionais foram preservados mesmo após os processos de ruptura mecânica e purificação.

Figura 9. Espectro de transmitância infravermelha (FTIR) da nanocelulose obtida a partir de celulose bacteriana produzida por SCOPY. Destacam-se as bandas características dos grupos funcionais próprios da estrutura celulósica



Fonte: Elaborado pela autora (2025)

De forma geral, o espectro obtido apresenta as principais bandas características da celulose do tipo I, sem evidência de bandas atribuíveis à lignina, hemiceluloses ou outras impurezas típicas da biomassa vegetal. Embora a espectroscopia FTIR não permita quantificar a pureza do material, a ausência de sinais relevantes de compostos não celulósicos sugere a eficácia do protocolo de purificação adotado. Esses resultados também estão em concordância com as análises complementares de DRX e espectroscopia Raman, reforçando que a NCB obtida manteve sua identidade química e integridade estrutural após o processamento físico.

4.2. Análise de espectroscopia Raman

A espectroscopia Raman foi empregada como técnica complementar para a caracterização estrutural da nanocelulose bacteriana (NCB) obtida a partir do SCOPY, devido à sua sensibilidade às interações moleculares, modos vibracionais específicos de ligação e características conformacionais da cadeia polimérica. As análises foram realizadas com laser de excitação em 1064 nm, potência de 50 mW e 1024 varreduras acumuladas. A escolha do comprimento de onda visou minimizar interferências de fluorescência, comuns em materiais biológicos, ainda que com leve comprometimento da resolução espectral em comparação com fontes de menor comprimento de onda.

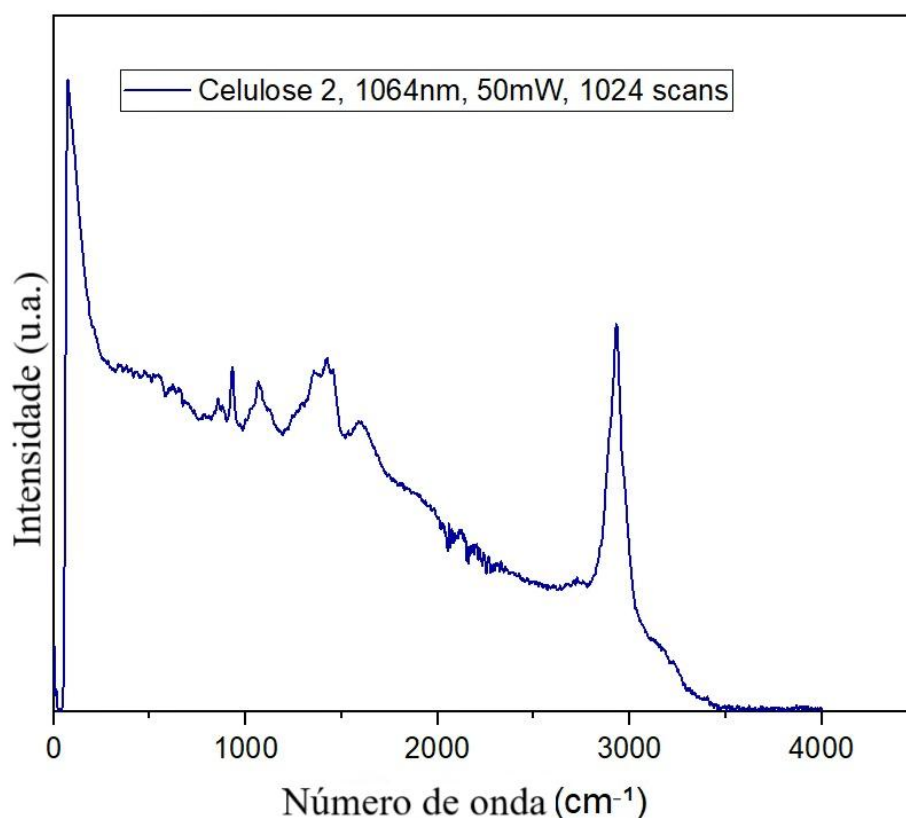
A banda larga e intensa registrada na região de 2900 cm^{-1} é atribuída ao estiramento simétrico e assimétrico dos grupos metileno ($-\text{CH}_2$) e das ligações C–H de grupos alquila. Essa absorção é típica das cadeias polissacarídicas e reflete a presença de unidades de glicose na forma anidra. Embora não permita confirmar diretamente a integridade completa dessas unidades, a intensidade e a forma dessa banda são compatíveis com a manutenção das principais ligações da matriz celulósica (AGARWAL, 2017). Na região de 1300 a 1500 cm^{-1} , destacam-se bandas em aproximadamente 1460, 1375 e 1335 cm^{-1} , associadas principalmente às vibrações de deformação de grupos CH_2 e C–H presentes na estrutura da celulose. Essas bandas são amplamente descritas como características do esqueleto celulósico e aparecem consistentemente em materiais lignocelulósicos e celulose bacteriana (AGARWAL, 2017).

Embora essas bandas estejam relacionadas à organização molecular da celulose, sua interpretação isolada não permite a distinção inequívoca entre diferentes formas cristalinas ou graus de cristalinidade, sendo necessária a combinação com técnicas complementares, como difração de raios X (AGARWAL, 2019; BOUKIR; HAJJI; ZGHARI, 2018). A região conhecida como fingerprint vibracional da celulose, entre 1200 e 900 cm^{-1} , apresentou dois picos proeminentes em 1120 e 1095 cm^{-1} , esses sinais são atribuídos ao estiramento assimétrico das ligações C–O–C e às vibrações do anel piranose, respectivamente. Sua presença indica a

preservação da rede glicosídica e está de acordo com os perfis espectrais descritos para celulose do tipo I (AGARWAL, 2017). Outro sinal diagnóstico relevante foi registrado em 893 cm^{-1} , amplamente descrito como marcador das ligações $\beta(1\rightarrow4)$ glicosídicas entre unidades de glicose. A presença deste pico reforça a conservação da conectividade polimérica característica da celulose nativa, mesmo após os tratamentos físicos aplicados (ŠTURCOVÁ; DAVIES; EICHHORN, 2005). Na região de menor energia, foi observado um pico em torno de 435 cm^{-1} , comumente associado a modos de torção do anel glucopiranósico e interações entre cadeias vizinhas. Embora a atribuição desta banda como indicadora de coerência tridimensional tenha sido relatada em sistemas altamente organizados, sua interpretação deve ser considerada qualitativa, devido à sensibilidade dessa região à resolução espectral e ao ruído instrumental.

O espectro resultante (Figura 10) revelou bandas características atribuídas à estrutura da celulose, sugerindo elevada pureza e preservação de elementos estruturais essenciais do polímero analisado.

Figura 10. Espectro Raman da NCB processada por métodos físicos.



Fonte: Elaborado pela autora (2025)

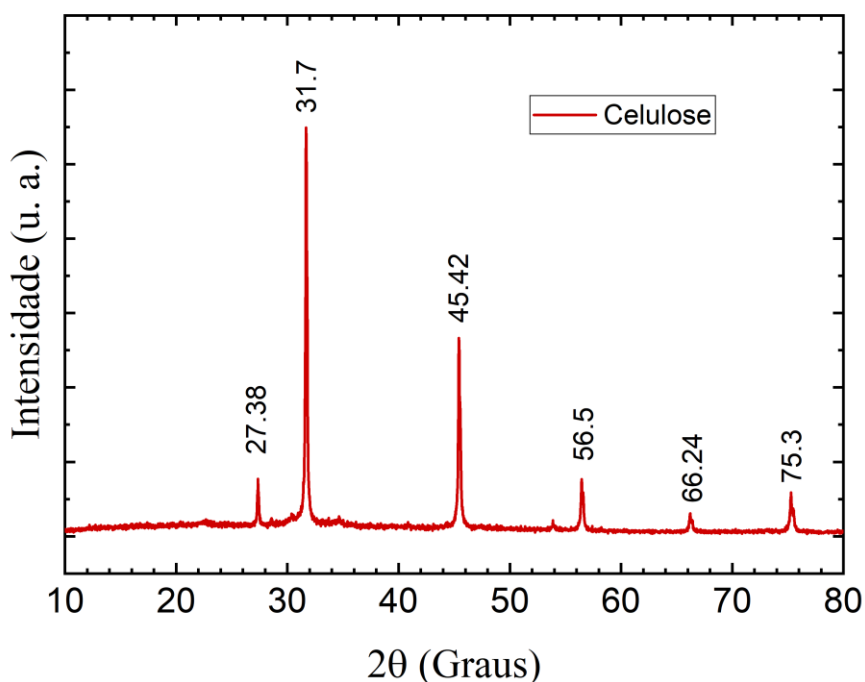
De modo geral, os resultados obtidos por espectroscopia Raman indicam que a NCB analisada apresenta bandas vibracionais compatíveis com a celulose bacteriana purificada, com preservação das principais ligações químicas e ausência de sinais atribuíveis a lignina, hemicelulose ou compostos aromáticos. Embora a espectroscopia Raman não permita inferir diretamente o grau de cristalinidade, o perfil espectral obtido reforça a integridade química do material e corrobora os resultados obtidos por FTIR e DRX, validando a eficiência do protocolo de purificação e processamento físico adotado neste estudo.

4.3. Difração por raios X (DRX)

A análise por difração de raios X (DRX) foi empregada para investigar a organização estrutural do material nanocelulósico processado obtida a partir de SCOPY purificado, após processamento físico envolvendo desagregação mecânica com turrax, ultrassonicação e secagem por secagem por atomização. Os dados foram obtidos em um intervalo angular de 2θ de 2° a 80° , com passo de $0,02^\circ$ e tempo de contagem de 6 segundos por ponto, utilizando um difratômetro Bruker D8 Discover com radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), sob configuração Bragg-Brentano e tensão/corrente de 40 kV e 40 mA.

O difratograma registrado (Figura 11) revelou picos de difração em regiões superiores a 25° , com máximos em $2\theta \approx 27,4^\circ, 31,7^\circ, 45,4^\circ, 56,5^\circ, 66,2^\circ$ e $75,3^\circ$. A ausência dos sinais clássicos atribuídos à celulose tipo I (como os localizados em $14,8^\circ, 16,6^\circ$ e $22,6^\circ$) indica que o tratamento físico intenso promoveu uma reorganização significativa da estrutura cristalina da NCB, resultando em um padrão de difração atípico, característico de materiais semicristalinos reorganizados. Devido à modificação no padrão de difração, o cálculo do índice de cristalinidade pelo método de SEGAL et al., (1952) foi considerado inadequado. Em vez disso, a interpretação foi conduzida de forma qualitativa com base na distribuição e intensidade dos picos observados, que sugerem a presença de regiões parcialmente ordenadas, intercaladas com domínios amorfos. A reorganização estrutural com caráter semicristalino sugerida pelos resultados pode ser potencialmente vantajosa em determinadas aplicações tecnológicas, como encapsulamento e liberação controlada, nas quais o equilíbrio entre rigidez estrutural e flexibilidade funcional é desejável. As regiões cristalinas conferem estabilidade térmica e mecânica, enquanto as regiões amorfas aumentam a difusividade e a reatividade superficial (KOLAKOVIC et al., 2012). Assim, os resultados obtidos indicam que o processamento físico adotado não apenas fragmentou a rede polimérica, como também contribuiu para a formação de uma estrutura potencialmente funcional em contextos biotecnológicos.

Figura 11. Difratoograma de raios X da nanocelulose bacteriana (NCB) processada por métodos físicos.



Fonte: Elaborado pela autora (2025)

O padrão de difração obtido não apresentou sinais atribuíveis à lignina, hemicelulose ou outras impurezas típicas da biomassa vegetal, o que é consistente com a elevada pureza da celulose bacteriana, reconhecida por ser naturalmente livre desses componentes (FRENCH, 2014). Além disso, não foram identificados picos associados à forma cristalina tipo II, frequentemente observada após tratamentos alcalinos intensos, como aqueles localizados em torno de $2\theta \approx 12,2^\circ$ e $20,1^\circ$ (FRENCH, 2014). A ausência desses sinais indica que o tratamento alcalino aplicado não promoveu a conversão da celulose tipo I para celulose tipo II, fenômeno normalmente associado a condições mais agressivas de alcalinização (O'SULLIVAN, 1996). Esses resultados reforçam a eficácia do protocolo de purificação adotado ($\text{NaOH } 1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ a 90°C , seguido de $\text{NaOCl } 1,5\%$) na remoção de impurezas, preservando simultaneamente a estrutura cristalina característica da celulose bacteriana.

Por fim, os dados obtidos por DRX estão em consonância com os resultados espectroscópicos de FTIR e Raman, que confirmam a preservação da identidade celulósica do material, mesmo após os tratamentos físicos aplicados. As bandas características observadas nos espectros de FTIR, atribuídas às vibrações de O–H, C–H e C–O–C, juntamente com o perfil Raman típico de celulose bacteriana, indicam que o biopolímero manteve suas principais ligações químicas. Assim, a rota de processamento adotada neste trabalho mostrou-se eficiente

em preservar a composição estrutural e a funcionalidade da NCB para futuras aplicações tecnológicas.

4.4. Caracterização morfológica: Micrografia por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) revelou que a celulose bacteriana processada apresenta morfologia irregular, caracterizada pela formação de estruturas lamelares e agregados de diferentes tamanhos, com superfícies enrugadas e aspecto colapsado, conforme observado na Figura 12.

Figura 12. Micrografia por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da celulose bacteriana processada por secagem por atomização, evidenciando a formação de agregados com morfologia lamelar e estrutura colapsada (escala: 10 μm).



Fonte: Elaborado pela autora (2026)

Esse comportamento pode ser atribuído ao processamento físico aplicado ao material, especialmente à secagem por atomização, que promove rápida remoção de água e favorece o colapso da rede nanofibrilar, com consequente formação de estruturas densificadas e de difícil redispersão. Esse efeito foi descrito por MENEGUIN et al., (2020), que observaram colapso das nanofibras de celulose bacteriana após a secagem por atomização, dificultando sua reidratação.

Além disso, a presença de partículas com dimensões micrométricas e distribuição heterogênea sugere a ocorrência de aglomeração durante o processamento. A literatura indica que a secagem da nanocelulose favorece a aproximação irreversível entre fibrilas, com formação de novas interações por ligações de hidrogênio, fenômeno conhecido como hornificação (agregação irreversível de fibrilas), resultando na perda da individualização nanométrica (PENG; GARDNER; HAN, 2012; SOLHI et al., 2023).

A análise quantitativa das imagens de MEV, realizada com auxílio do software ImageJ, indicou que as partículas apresentam diâmetro equivalente médio de $4,14 \pm 0,78 \mu\text{m}$ ($n = 10$), com valores variando entre 3,04 e 5,34 μm . Esses resultados confirmam a formação de agregados micrométricos, indicando que as estruturas nanocelulósicas não permaneceram individualizadas após o processo de secagem. Esses resultados indicam que, embora a estrutura original da celulose bacteriana seja nanofibrilar, o processamento físico e a secagem por atomização promoveram a reagregação das estruturas, resultando na perda da individualização nanométrica e na formação de partículas micrométricas. Morfologias heterogêneas em nanocelulose processada são amplamente reportadas na literatura, dependendo da rota de obtenção e das condições de secagem (HWANG et al., 2024; JONOOBI et al., 2015).

Dessa forma, os resultados obtidos indicam que o processamento por secagem por atomização alterou significativamente a organização morfológica da celulose bacteriana, promovendo a formação de partículas agregadas. Embora isso implique perda da dispersão nanométrica original, essa morfologia pode ser vantajosa para aplicações que requerem materiais em forma de pó, como formulações sólidas e sistemas de liberação controlada (HWANG et al., 2024; MENEGUIN et al., 2020).

4.5. A análise termogravimétrica (TGA)

Inicialmente, observou-se uma perda de massa em torno de 98,9 °C, atribuída à remoção de água livre e adsorvida na superfície do material, comportamento associado à presença de grupos hidroxila capazes de interagir com moléculas de água (TRACHE et al., 2020; YANG et al., 2007). Na faixa de aproximadamente 215 °C, foi identificado um segundo evento térmico, relacionado à decomposição inicial de frações menos estáveis, frequentemente associadas a regiões menos organizadas (YANG et al., 2007).

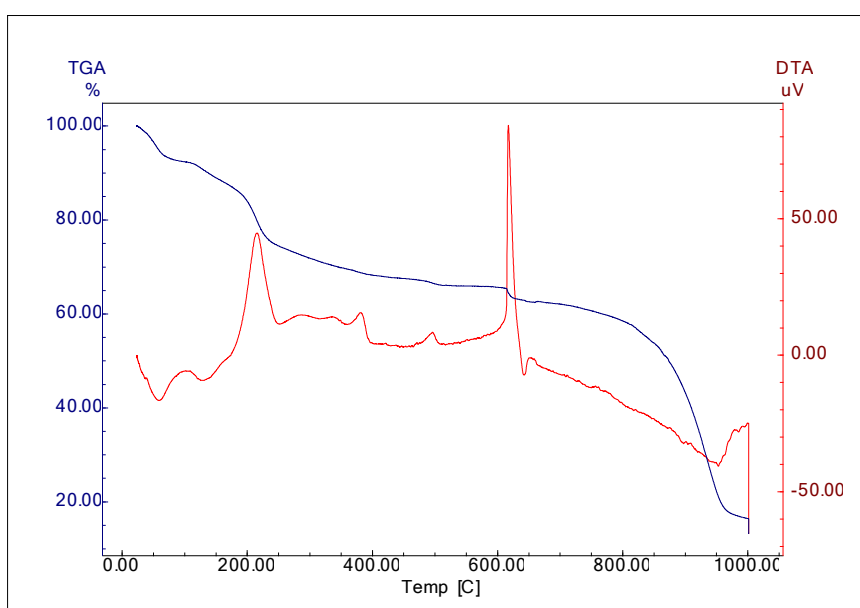
O principal evento de degradação térmica foi observado em torno de 381,6 °C, correspondendo à decomposição da cadeia principal da celulose, com ruptura das ligações $\beta(1 \rightarrow 4)$ glicosídicas e formação de produtos voláteis. Esse comportamento está em concordância com a literatura, que indica que a degradação da celulose ocorre

predominantemente entre 315 e 400 °C (POLETTTO; ORNAGHI JÚNIOR; ZATTERA, 2014; YANG et al., 2007). Posteriormente, em torno de 496,4 °C, observou-se um estágio adicional de perda de massa, associado à degradação de resíduos carbonáceos formados durante a etapa anterior. Esse processo está relacionado à carbonização parcial do material e à decomposição de estruturas mais estáveis (POLETTTO; ZATTERA; FORTE, 2012).

Por fim, na faixa de aproximadamente 617,6 °C, foi identificado um evento térmico associado à decomposição final do resíduo sólido, indicando a presença de frações altamente resistentes à degradação térmica, possivelmente relacionadas à formação de carvão. De maneira geral, o perfil térmico observado é consistente com o comportamento típico da celulose. Variações nas temperaturas características podem ser atribuídas às modificações estruturais induzidas pelo processamento físico do material, especialmente à formação de agregados e à redução da organização estrutural, evidenciadas pelas análises de MEV (TRACHE et al., 2020).

A TGA associada à análise térmica diferencial (DTA) da celulose bacteriana processada (Figura 13) evidenciou diferentes etapas de perda de massa em função do aumento da temperatura, indicando a ocorrência de eventos térmicos característicos de materiais celulósicos.

Figura 13: Curvas termogravimétrica (TGA) e análise térmica diferencial (DTA) da celulose bacteriana processada por secagem por atomização (massa inicial: 10,177 mg).



Fonte: Elaborada pela autora (2026)

Os resultados obtidos ao longo das análises estruturais, morfológicas e térmicas indicam que o material resultante do processamento físico da celulose bacteriana não corresponde a nanocristais isolados, mas sim a um sistema reorganizado derivado de nanocelulose, no qual ocorre perda da individualização nanométrica e formação de agregados micrométricos. Esse comportamento está associado principalmente aos efeitos combinados de cisalhamento mecânico, cavitação ultrassônica e secagem por atomização, que favorecem a hornificação e a reaproximação irreversível das fibrilas.

5. CONCLUSÕES

A caracterização estrutural da nanocelulose bacteriana (NCB) obtida a partir de SCOB^Y purificado e submetida a rotas físicas de processamento indicou, com base nas análises de DRX, FTIR e espectroscopia Raman, que o material apresenta alta pureza química e preservação das principais ligações estruturais da cadeia celulósica.

Os resultados de DRX evidenciaram um padrão de difração atípico, com ausência dos picos clássicos da celulose tipo Ia e surgimento de novos sinais em ângulos superiores, sugerindo uma reorganização estrutural com caráter semicristalino induzida pelos processos de cisalhamento mecânico, cavitação ultrassônica e secagem térmica por atomização. Essa reorganização, embora implique perda parcial do ordenamento original, pode ser potencialmente vantajosa em aplicações tecnológicas que requerem um equilíbrio entre estabilidade estrutural e reatividade superficial.

A análise por FTIR indicou a presença dos grupos funcionais típicos da celulose, como as ligações O–H, C–H, C–O e C–O–C, sem evidência de bandas atribuíveis a lignina, hemicelulose ou compostos aromáticos. A integridade vibracional do material também foi corroborada por espectroscopia Raman, que revelou bandas diagnósticas associadas às ligações $\beta(1\rightarrow4)$ glicosídicas, ao anel glucopiranosico e à região fingerprint da celulose, indicando a manutenção da estrutura polimérica após os tratamentos aplicados.

A análise morfológica por microscopia eletrônica de varredura (MEV) evidenciou a formação de agregados com dimensões micrométricas e morfologia lamelar colapsada, resultantes do processo de secagem por secagem por atomização. Esses resultados indicam a perda da organização nanofibrilar original da celulose bacteriana e a formação de estruturas agregadas, o que pode influenciar diretamente suas propriedades físico-químicas e aplicações.

A análise termogravimétrica (TGA) revelou um perfil de degradação térmica compatível com materiais celulósicos, com múltiplos eventos associados à perda de água, degradação de regiões menos organizadas, decomposição da cadeia celulósica e formação de resíduos carbonáceos. As temperaturas observadas indicam que o material apresenta estabilidade térmica característica de sistemas celulósicos processados, sendo influenciada pelas alterações estruturais induzidas durante o processamento.

Em conjunto, os dados obtidos indicam que a rota de processamento físico proposta neste trabalho foi eficaz na conversão da biomassa microbiana em um material nanocelulósico com potencial funcional, apresentando alta pureza química e preservação das principais características estruturais da celulose. No entanto, o processamento aplicado promoveu a perda

parcial da individualização nanométrica e a formação de agregados micrométricos decorrentes da reagregação das estruturas durante a secagem. Ainda assim, o material resultante mantém propriedades estruturais e térmicas que o tornam promissor para aplicações em bioinsumos, formulações sustentáveis e sistemas de liberação controlada.

6. REFERÊNCIAS

- ABRAL, Hairul; LAWRENSIUS, Vincent; HANDAYANI, Dian; SUGIARTI, Eni. Preparation of nano-sized particles from bacterial cellulose using ultrasonication and their characterization. **Carbohydrate Polymers**, [S. l.], v. 191, p. 161–167, 2018. DOI: 10.1016/j.carbpol.2018.03.026.
- ADITIAWATI, P. .; TAUFIK, I.; JONATHAN GILBERT ALEXIS; DUNGANI, R. Bacterial nanocellulose from symbiotic culture of bacteria and yeast kombucha prepared with lemongrass tea and sucrose_Optimization and characterization. **BioResources**, [S. l.], 2023.
- AGARWAL, Umesh P. Raman Spectroscopy in the Analysis of Cellulose Nanomaterials. *Em: ACS Symposium Series*. [s.l.] : American Chemical Society, 2017. v. 1251p. 75–90. DOI: 10.1021/bk-2017-1251.ch004.
- AGARWAL, Umesh P. **Analysis of cellulose and lignocellulose materials by raman spectroscopy: A review of the current status**. **Molecules**MDPI AG, , 2019. DOI: 10.3390/molecules24091659.
- ALMEIDA, Tânia; SILVESTRE, Armando J. D.; VILELA, Carla; FREIRE, Carmen S. R. **Bacterial nanocellulose toward green cosmetics: Recent progresses and challenges**. **International Journal of Molecular Sciences**MDPI AG, , 2021. DOI: 10.3390/ijms22062836.
- ALVARADO-ROJAS, Milena; CASTRO-BRENES, Josué; ORIAS-OBANDO, Fabian. Celulosa bacteriana: el biopolímero de la naturaleza. **Revista Tecnología en Marcha**, [S. l.], 2024. DOI: 10.18845/tm.v37i4.6945.
- AMARASEKARA, Ananda S.; WANG, Deping; GRADY, Tony L. A comparison of kombucha SCOBY bacterial cellulose purification methods. **SN Applied Sciences**, [S. l.], v. 2, n. 2, 2020. DOI: 10.1007/s42452-020-1982-2.
- AMIN, Mohd Cairul Iqbal Mohd; ABADI, Abadi Gumah; KATAS, Haliza. Purification, characterization and comparative studies of spray-dried bacterial cellulose microparticles. **Carbohydrate Polymers**, [S. l.], v. 99, p. 180–189, 2014. DOI: 10.1016/j.carbpol.2013.08.041.
- ARSERIM-UÇAR, Dilhun Keriman; KOREL, Figen; LIU, Lin Shu; YAM, Kit L. Characterization of bacterial cellulose nanocrystals: Effect of acid treatments and neutralization. **Food Chemistry**, [S. l.], v. 336, 2021. DOI: 10.1016/j.foodchem.2020.127597.
- BOUKIR, A.; HAJJI, L.; ZGHARI, B. Effect of Moist and Dry Heat Weathering Conditions on Cellulose Degradation of Historical Manuscripts exposed to Accelerated Ageing: 13 C NMR and FTIR Spectroscopy as a non-Invasive Monitoring Approach. **J. Mater. Environ. Sci**, [S. l.], v. 9, n. 2, p. 641–654, 2018. DOI: 10.26872/jmes.2018.9.2.71. Disponível em: <https://doi.org/10.26872/jmes.2018.9.2.71!http://www.jmaterenvirosci.com>.

CHEN, Hongda; YADA, Rickey. **Nanotechnologies in agriculture: New tools for sustainable development**. *Trends in Food Science and Technology*, 2011. DOI: 10.1016/j.tifs.2011.09.004.

CHEN, Peng; CHO, Se Youn; JIN, Hyoung Joon. **Modification and applications of bacterial celluloses in polymer science**. *Macromolecular Research*, 2010. DOI: 10.1007/s13233-010-0404-5.

CHHIPA, Hemraj. Mycosynthesis of nanoparticles for smart agricultural practice: A green and eco-friendly approach. *Em: Green Synthesis, Characterization and Applications of Nanoparticles*. [s.l.] : Elsevier, 2018. p. 87–109. DOI: 10.1016/B978-0-08-102579-6.00005-8.

CHOI, Soon Mo; SHIN, Eun Joo. **The nanofication and functionalization of bacterial cellulose and its applications**. *Nanomaterials* MDPI AG, , 2020. DOI: 10.3390/nano10030406.

CRUZ, María Alejandra; FLOR-UNDA, Omar; AVILA, Alec; GARCIA, Mario D.; CERDA-MEJÍA, Liliana. **Advances in Bacterial Cellulose Production: A Scoping Review**. *Coatings* Multidisciplinary Digital Publishing Institute (MDPI), , 2024. DOI: 10.3390/coatings14111401.

DIMA, Stefan Ovidiu et al. Bacterial nanocellulose from side-streams of kombucha beverages production: Preparation and physical-chemical properties. *Polymers*, [S. l.], v. 9, n. 8, 2017. DOI: 10.3390/polym9080374.

DITTA, Allah; ARSHAD, Muhammad; IBRAHIM, Muhammad. Nanoparticles in sustainable agricultural crop production: Applications and perspectives. *Em: Nanotechnology and Plant Sciences: Nanoparticles and Their Impact on Plants*. [s.l.] : Springer International Publishing, 2015. p. 55–75. DOI: 10.1007/978-3-319-14502-0_4.

EL-NAGGAR, Noura El Ahmady; MOHAMMED, A. B. Abeer; EL-MALKEY, Sahar E. Bacterial nanocellulose production using Cantaloupe juice, statistical optimization and characterization. *Scientific Reports*, [S. l.], v. 13, n. 1, 2023. DOI: 10.1038/s41598-022-26642-9.

FENG, Xue; GE, Zhiwen; WANG, Ying; XIA, Xiudong; ZHAO, Baomin; DONG, Mingsheng. Production and characterization of bacterial cellulose from kombucha-fermented soy whey. *Food Production, Processing and Nutrition*, [S. l.], v. 6, n. 1, 2024. DOI: 10.1186/s43014-023-00188-3.

FOSTER, E. Johan et al. **Current characterization methods for cellulose nanomaterials**. *Chemical Society Reviews* Royal Society of Chemistry, , 2018. DOI: 10.1039/c6cs00895j.

FRENCH, Alfred D. Idealized powder diffraction patterns for cellulose polymorphs. *Cellulose*, [S. l.], v. 21, n. 2, p. 885–896, 2014. DOI: 10.1007/s10570-013-0030-4.

GHASEMI, Somayeh; BEHROOZ, Rabi; RAHIMI, Maryam. **Using spray dried nanofibrillated Cellulose as an alternative to upgrading its effect in PLA nanocomposite**Spring 2023 *J. Nano Dimens.* [s.l: s.n.].

GIRARD, Vincent Daniel; CHAUSSÉ, Jérémie; VERMETTE, Patrick. **Bacterial cellulose: A comprehensive review.** *Journal of Applied Polymer Science*John Wiley and Sons Inc, , 2024. DOI: 10.1002/app.55163.

GORBUNOVA, Marina; GRUNIN, Leonid; MORRIS, Robert H.; IMAMUTDINOVA, Arina. **Nanocellulose-Based Thermoplastic Polyurethane Biocomposites with Shape Memory Effect.** *Journal of Composites Science*MDPI, , 2023. DOI: 10.3390/jcs7040168.

GORGIEVA, Selestina; TRČEK, Janja. **Bacterial cellulose: Production, modification and perspectives in biomedical applications.** *Nanomaterials*MDPI AG, , 2019. DOI: 10.3390/nano9101352.

HWANG, Sungjun; WALKER, Colleen C.; OZCAN, Soydan; TEKINALP, Halil; HAN, Yousoo; GARDNER, Douglas J. Characterization of spray dried cellulose nanofibrils produced by a disk refining process at different fineness levels. *Cellulose*, [S. l.], v. 31, n. 1, p. 263–277, 2024. DOI: 10.1007/s10570-023-05613-x.

JONOOBI, Mehdi; OLADI, Reza; DAVOUDPOUR, Yalda; OKSMAN, Kristiina; DUFRESNE, Alain; HAMZEH, Yahya; DAVOODI, Reza. **Different preparation methods and properties of nanostructured cellulose from various natural resources and residues: a review.** *Cellulose*Kluwer Academic Publishers, , 2015. DOI: 10.1007/s10570-015-0551-0.

KLEMM, Dieter; KRAMER, Friederike; MORITZ, Sebastian; LINDSTRÖM, Tom; ANKERFORS, Mikael; GRAY, Derek; DORRIS, Annie. **Nanocelluloses: A new family of nature-based materials.** *Angewandte Chemie - International Edition*, 2011. DOI: 10.1002/anie.201001273.

KOLAKOVIC, Ruzica; PELTONEN, Leena; LAUKKANEN, Antti; HIRVONEN, Jouni; LAAKSONEN, Timo. Nanofibrillar cellulose films for controlled drug delivery. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, [S. l.], v. 82, n. 2, p. 308–315, 2012. DOI: 10.1016/j.ejpb.2012.06.011.

LAHIRI, Dibyajit et al. **Bacterial cellulose: Production, characterization and application as antimicrobial agent.** *International Journal of Molecular Sciences*MDPI, , 2021. DOI: 10.3390/ijms222312984.

LIU, Xin; CAO, Liang; WANG, Shenao; HUANG, Li; ZHANG, Yu; TIAN, Miaoyi; LI, Xuejiao; ZHANG, Jinyou. Isolation and characterization of bacterial cellulose produced from soybean whey and soybean hydrolyzate. *Scientific Reports*, [S. l.], v. 13, n. 1, 2023. DOI: 10.1038/s41598-023-42304-w.

MACHFIDHO, Aliffiya et al. Characteristics of bacterial nanocellulose composite and its application as self-cooling material. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, [S. l.], v. 6, 2023. DOI: 10.1016/j.carpta.2023.100371.

MENEGUIN, Andréia Bagliotti; DA SILVA BARUD, Hernane; SÁBIO, Rafael Miguel; DE SOUSA, Paula Zanin; MANIERI, Karyn Fernanda; DE FREITAS, Luís Alexandre Pedro; PACHECO, Guilherme; ALONSO, Jovan Duran; CHORILLI, Marlus. Spray-dried bacterial cellulose nanofibers: A new generation of pharmaceutical excipient intended for intestinal drug delivery. **Carbohydrate Polymers**, [S. l.], v. 249, 2020. DOI: 10.1016/j.carbpol.2020.116838.

MISHRA, Snehasish; SINGH, Puneet Kumar; PATTNAIK, Ritesh; KUMAR, Subrat; OJHA, Sanjay Kumar; SRICHANDAN, Haragobinda; PARHI, Pankaj Kumar; JYOTHI, Rajesh Kumar; SARANGI, Prakash Kumar. **Biochemistry, Synthesis, and Applications of Bacterial Cellulose: A Review. Frontiers in Bioengineering and Biotechnology** Frontiers Media S.A., , 2022. DOI: 10.3389/fbioe.2022.780409.

MORGAN, Jacob L. W.; MCNAMARA, Joshua T.; ZIMMER, Jochen. Mechanism of activation of bacterial cellulose synthase by cyclic di-GMP. **Nature Structural and Molecular Biology**, [S. l.], v. 21, n. 5, p. 489–496, 2014. DOI: 10.1038/nsmb.2803.

MUHAJIR, Muhamad; SURYANTO, Heru; PRADANA, Yanuar Rohmat Aji; YANUHAR, Uun. Effect of Homogenization Pressure on Bacterial Cellulose Membrane Characteristic Made from Pineapple Peel Waste. **Journal of Mechanical Engineering Science and Technology (JMEST)**, [S. l.], v. 6, n. 1, p. 34, 2022. DOI: 10.17977/um016v6i12022p034.

NARAYANAN, Kannan Badri; SAKTHIVEL, Natarajan. **Biological synthesis of metal nanoparticles by microbes. Advances in Colloid and Interface Science**, 2010. DOI: 10.1016/j.cis.2010.02.001.

OH, Sang Youn; DONG, Il Yoo; SHIN, Younsook; HWAN, Chul Kim; HAK, Yong Kim; YONG, Sik Chung; WON, Ho Park; JI, Ho Youk. Crystalline structure analysis of cellulose treated with sodium hydroxide and carbon dioxide by means of X-ray diffraction and FTIR spectroscopy. **Carbohydrate Research**, [S. l.], v. 340, n. 15, p. 2376–2391, 2005. DOI: 10.1016/j.carres.2005.08.007.

OLIVER-ORTEGA, Helena; GENG, Shiyu; ESPINACH, Francesc Xavier; OKSMAN, Kristiina; VILASECA, Fabiola. Bacterial cellulose network from kombucha fermentation impregnated with emulsion-polymerized poly(Methyl methacrylate) to form nanocomposite. **Polymers**, [S. l.], v. 13, n. 4, p. 1–17, 2021. DOI: 10.3390/polym13040664.

ONYIANTA, Amaka J.; XU, Guofan; ETALE, Anita; ELOI, Jean Charles; EICHHORN, Stephen J. Tackling the challenge of drying and redispersion of cellulose nanofibrils via membrane-facilitated liquid phase exchange. **Carbohydrate Polymers**, [S. l.], v. 314, 2023. DOI: 10.1016/j.carbpol.2023.120943.

O’SULLIVAN, Antoinette C. **Cellulose: the structure slowly unravels**. [s.l: s.n.].

PANPATTE, Deepak G.; JHALA, Yogeshvari K. **Nanotechnology for agriculture: Advances for sustainable agriculture**. [s.l.] : Springer Singapore, 2019. DOI: 10.1007/978-981-32-9370-0.

PENG, Yucheng; GARDNER, Douglas J.; HAN, Yousoo. Drying cellulose nanofibrils: In search of a suitable method. **Cellulose**, [S. l.], v. 19, n. 1, p. 91–102, 2012. DOI: 10.1007/s10570-011-9630-z.

POLETTTO, Matheus; ORNAGHI JÚNIOR, Heitor L.; ZATTERA, Ademir J. Native cellulose: Structure, characterization and thermal properties. **Materials**, [S. l.], v. 7, n. 9, p. 6105–6119, 2014. DOI: 10.3390/ma7096105.

PORTELA, Raquel; LEAL, Catarina R.; ALMEIDA, Pedro L.; SOBRAL, Rita G. **Bacterial cellulose: a versatile biopolymer for wound dressing applications**. **Microbial Biotechnology** John Wiley and Sons Ltd, , 2019. DOI: 10.1111/1751-7915.13392.

R. REBELO, Ana; ARCHER, Andrew J.; CHEN, Xiuli; LIU, Changqing; YANG, Guang; LIU, Yang. Dehydration of bacterial cellulose and the water content effects on its viscoelastic and electrochemical properties. **Science and Technology of Advanced Materials**, [S. l.], v. 19, n. 1, p. 203–211, 2018. DOI: 10.1080/14686996.2018.1430981.

RAHMADIWAN, Dieter et al. A Novel Highly Conductive, Transparent, and Strong Pure-Cellulose Film from TEMPO-Oxidized Bacterial Cellulose by Increasing Sonication Power. **Polymers**, [S. l.], v. 15, n. 3, 2023. DOI: 10.3390/polym15030643.

REVIN, Viktor V.; LIYASKINA, Elena V.; PARCHAYKINA, Marina V.; KUZMENKO, Tatyana P.; KURGAEVA, Irina V.; REVIN, Vadim D.; ULLAH, Muhammad Wajid. **Bacterial Cellulose-Based Polymer Nanocomposites: A Review**. **Polymers** MDPI, , 2022. DOI: 10.3390/polym14214670.

RÖMLING, Ute; GALPERIN, Michael Y. **Bacterial cellulose biosynthesis: Diversity of operons, subunits, products, and functions**. **Trends in Microbiology** Elsevier Ltd, , 2015. DOI: 10.1016/j.tim.2015.05.005.

ROSTAMABADI, Hadis; BIST, Yograj; KUMAR, Yogesh; YILDIRIM-YALCIN, Meral; CEYHAN, Tugce; FALSAFI, Seid Reza. Cellulose nanofibers, nanocrystals, and bacterial nanocellulose: Fabrication, characterization, and their most recent applications. **Future Postharvest and Food**, [S. l.], v. 1, n. 1, p. 5–33, 2024. DOI: 10.1002/fpf2.12001.

SANDERS, J. Elliott; WANG, Lu; BRINKLEY, Gabriella; GARDNER, Douglas J. Production of nano-scale cellulose nanocrystal powder via electrospray drying (ESD) for sustainable composites. **Cellulose**, [S. l.], v. 30, n. 10, p. 6303–6315, 2023. DOI: 10.1007/s10570-023-05217-5.

SEGAL, L.; CREELY, J. J.; MARTIN, A. E.; CONRAD, C. M. **opportunity for new developments in all phases of textile manufacturing.** ' Literature Cited An Empirical

Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer *Apparel Manufacturing*. [s.l.: s.n.].

SOLHI, Laleh et al. **Understanding Nanocellulose-Water Interactions: Turning a Detriment into an Asset**. *Chemical Reviews* American Chemical Society, , 2023. DOI: 10.1021/acs.chemrev.2c00611.

SONG, Ji Eun; SU, Jing; LOUREIRO, Ana; MARTINS, Madalena; CAVACO-PAULO, Artur; KIM, Hye Rim; SILVA, Carla. Ultrasound-assisted swelling of bacterial cellulose. *Engineering in Life Sciences*, [S. l.], v. 17, n. 10, p. 1108–1117, 2017. DOI: 10.1002/elsc.201700085.

ŠTURCOVÁ, Adriana; DAVIES, Geoffrey R.; EICHHORN, Stephen J. Elastic modulus and stress-transfer properties of tunicate cellulose whiskers. *Biomacromolecules*, [S. l.], v. 6, n. 2, p. 1055–1061, 2005. DOI: 10.1021/bm049291k.

SUMINI, Mirian; ANDRADE, Gabriel Jonathan Sousa; TISCHER, César Augusto; KOBAYASHI, Renata Katsuko Takayama; NAKAZATO, Gerson. **Production of bacterial cellulose by Komagataeibacter xylinus: biochemistry, synthesis and applications**. *Cellulose* Springer Science and Business Media B.V., , 2025. DOI: 10.1007/s10570-024-06179-y.

SURMA-ŚLUSARSKA, B.; PRESLER, S.; DANIELEWICZ, D. **Introduction Characteristics of Bacterial Cellulose Obtained from Acetobacter Xylinum Culture for Application in Papermaking**. [s.l.: s.n.].

TOFANICA, Bogdan Marian; MIKHAILIDI, Aleksandra; FORTUNĂ, Maria E.; ROTARU, Răzvan; UNGUREANU, Ovidiu C.; UNGUREANU, Elena. **Cellulose Nanomaterials: Characterization Methods, Isolation Techniques, and Strategies**. *Crystals* Multidisciplinary Digital Publishing Institute (MDPI), , 2025. DOI: 10.3390/cryst15040352.

TRACHE, Djalal; TARCHOUN, Ahmed Fouzi; DERRADJI, Mehdi; HAMIDON, Tuan Sherwyn; MASRUCHIN, Nanang; BROSSE, Nicolas; HUSSIN, M. Hazwan. **Nanocellulose: From Fundamentals to Advanced Applications**. *Frontiers in Chemistry* Frontiers Media S.A., , 2020. DOI: 10.3389/fchem.2020.00392.

WANG, Shan Shan; HAN, Yong He; YE, Yu Xuan; SHI, Xiao Xia; XIANG, Ping; CHEN, Deng Long; LI, Min. Physicochemical characterization of high-quality bacterial cellulose produced by Komagataeibacter sp. strain W1 and identification of the associated genes in bacterial cellulose production. *RSC Advances*, [S. l.], v. 7, n. 71, p. 45145–45155, 2017. DOI: 10.1039/c7ra08391b.

WANG, Xiaoyu; ZHANG, Yang; JIANG, Hua; SONG, Yuxuan; ZHOU, Zhaobing; ZHAO, Hua. Fabrication and characterization of nano-cellulose aerogels via supercritical CO₂ drying technology. *Materials Letters*, [S. l.], v. 183, p. 179–182, 2016. DOI: 10.1016/j.matlet.2016.07.081.

WEI, Bin; YANG, Guang; HONG, Feng. Preparation and evaluation of a kind of bacterial cellulose dry films with antibacterial properties. **Carbohydrate Polymers**, [S. l.], v. 84, n. 1, p. 533–538, 2011. DOI: 10.1016/j.carbpol.2010.12.017.

YANG, Haiping; YAN, Rong; CHEN, Hanping; LEE, Dong Ho; ZHENG, Chuguang. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. **Fuel**, [S. l.], v. 86, n. 12–13, p. 1781–1788, 2007. DOI: 10.1016/j.fuel.2006.12.013.

ZHANG, Xiaolei; YAN, Song; TYAGI, R. D.; SURAMPALLI, R. Y. **Synthesis of nanoparticles by microorganisms and their application in enhancing microbiological reaction rates**. ChemosphereElsevier Ltd, , 2011. DOI: 10.1016/j.chemosphere.2010.10.023.