

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS (UFSCar)**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS MESTRADO**  
**EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS**

**EVELIN THAYNÁ BARBOSA SERPA**

**SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE HIDROGÉIS DE CELULOSE**  
**BACTERIANA DA KOMBUCHA**

**SOROCABA**

**2026**

EVELIN THAYNÁ BARBOSA SERPA

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE HIDROGÉIS DE CELULOSE  
BACTERIANA DA KOMBUCHA

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais para obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

**Orientação:** Prof. Dra. Maira de Lourdes Rezende.

**Coorientação:** Prof. Dr. Aparecido Junior de Menezes

**Financiamento:** O presente trabalho foi realizado com apoio do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) – **Processo:** 131619/2024-1.

SOROCABA

2026

Serpa., Evelin Thayná Barbosa

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE HIDROGÉIS DE  
CELULOSE BACTERIANA DA KOMBUCHA / Evelin  
Thayná Barbosa Serpa. -- 2026.  
131f.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de São  
Carlos, campus Sorocaba, Sorocaba  
Orientador (a): Maíra de Lourdes Rezende  
Banca Examinadora: Paulo José de Sousa Maia, Hernane  
da Silva Barud  
Bibliografia

1. Hidrogéis . 2. Celulose Bacteriana. 3. Kombucha. I.  
Serpa., Evelin Thayná Barbosa. II. Título.

Ficha catalográfica desenvolvida pela Secretaria Geral de Informática  
(SIn)

DADOS FORNECIDOS PELO AUTOR

Bibliotecário responsável: Maria Aparecida de Lourdes Mariano -  
CRB/8 6979

---

## Folha de Aprovação

---

Defesa de Dissertação de Mestrado da candidata **Evelin Thayna Barbosa Serpa**, realizada em 05 de fevereiro de 2026.

### Comissão Julgadora:

Prof(a). Dr(a). Maíra de Lourdes Rezendes (FATEC)

Prof(a). Dr(a). Hernane da Silva Barud (UNIARA)

Prof(a). Dr(a). Paulo José de Sousa Maia (UFSCar)

Dedico este trabalho a todos que contribuíram direta e indiretamente para o meu progresso, fazendo de mim a pessoa que sou hoje.

## AGRADECIMENTO

Primeiramente, agradeço a Deus por ter me sustentado até aqui, concedendo-me forças e, acima de tudo, saúde para continuar.

De forma simples, gostaria de agradecer a todos aqueles que contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho.

Agradeço imensamente ao meu namorado/marido, por não me deixar desistir nos momentos de fraqueza e ansiedade, pelo amor, incentivo e dedicação.

Ao meu amigo e ex-chefe, Josué, que se tornou um segundo pai para mim, por sempre apoiar meus estudos. Mesmo sendo apenas uma entre tantos funcionários que passaram por sua vida, nunca me deixou desistir. Sempre encontramos formas de nos ajudar e, mesmo após a minha saída, sua presença continuou tão constante quanto antes.

À minha avó, que sempre foi minha mãezinha, e à minha tia, por me apoiarem em minhas decisões, mesmo sem compreender totalmente o objetivo final, mas sempre presentes.

À minha querida orientadora, Maíra, que, além de professora, se tornou uma grande amiga. Sem seus incentivos e sua confiança em mim, eu não teria chegado até aqui. Sou imensamente grata por sua presença em minha vida, pelos ensinamentos, apoio e incentivo que levarei para sempre. Obrigada pela orientação indispensável, pelos risos, conselhos e por todo o tempo dedicado a este trabalho.

Ao meu coorientador, Aparecido Júnior, por todo o suporte e ensinamentos, que levarei para a vida toda.

Aos docentes da UFSCar e da FATEC, que me acolheram como aluna e que, mesmo em tempos difíceis, se dedicam e lutam por um ensino de qualidade. À PUC, especialmente ao Rodrigo, pela ajuda com minhas caracterizações, mesmo que em curto prazo.

Aos meus amigos e colegas, Poliana Zava, Lucas Repecka e Giovani, por todo o apoio e ajuda.

Não menos importante, a mim mesma. Por tudo o que passei e pela forma que me deixei fortalecer. Por nunca ter desistido, mas por ter consciência que as quedas foram necessárias. Por me aceitar não ser forte o tempo todo, e retirar pesos e pressões sobre meus ombros sozinha. Por me amar a ponto de conquistar meus sonhos. Por estar comigo mesmo sempre que precisei.

A todos que direta, ou indiretamente, participaram deste trabalho e se fizeram presentes em minha vida para a realização e conquista deste sonho!

“São precisamente as perguntas para as quais não existem respostas que marcam os limites das possibilidades humanas e que traçam as fronteiras de nossa existência.”

**Milan Kundera**

## RESUMO

A crescente preocupação ambiental tem impulsionado o uso de biopolímeros como alternativas sustentáveis aos materiais convencionais, destacando-se a celulose bacteriana (CB) devido à sua elevada pureza, biodegradabilidade, biocompatibilidade e ausência de citotoxicidade. Diferentemente da celulose vegetal, seu processo de obtenção não requer etapas agressivas, como a remoção de lignina e hemicelulose com o uso de ácidos e álcalis fortes. Além disso, sua estrutura composta por uma rede de nanofibrilas altamente hidratada permite classificá-la como um tipo de hidrogel, embora haja divergências na literatura quanto a essa definição. Nesse contexto, este trabalho teve como objetivo utilizar o resíduo proveniente da produção de Kombucha para a obtenção de CB e sua aplicação na produção de hidrogéis biodegradáveis. A produção da CBK foi realizada por meio de um planejamento fatorial  $2^3$ , avaliando-se a concentração de açúcar, o tipo de açúcar e o tempo de cultivo, sendo a espessura das membranas a variável resposta. Os resultados indicaram que o tempo de cultivo (21 dias) foi o fator mais significativo, com 89.68%, enquanto as variáveis relacionadas ao açúcar não apresentaram efeito relevante nessa etapa. A CBK foi utilizada para a produção de hidrogéis ambientalmente amigáveis, os quais foram reticulados com carboximetilcelulose e cloreto de cálcio (CMC/CaCl<sub>2</sub>) e com ácido cítrico (AC), por duas rotas: desfibrilada e íntegra. As amostras de CBK e dos hidrogéis foram submetidas a análises de espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), termogravimetria (TG), difração de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os hidrogéis também foram submetidos ao ensaio de intumescimento e tiveram suas densidades de ligações cruzadas determinadas. As análises de FTIR e TG confirmaram a ocorrência da reticulação e a formação de ligações químicas, o DRX indicou a preservação da estrutura cristalina da celulose. As imagens de MEV evidenciaram que a concentração de açúcar influencia a densidade da rede polimérica, refletindo diretamente nas propriedades de inchamento. Os ensaios de intumescimento e a análise da densidade de ligações cruzadas demonstraram que o comportamento de absorção de água está diretamente relacionado ao tipo de açúcar utilizado. Os melhores resultados foram obtidos com açúcar demerara, especialmente na concentração de 10%, com valores de intumescimento de 3.900% para o hidrogel reticulado com ácido cítrico (HAC) e 30.000% para o hidrogel reticulado com CMC/CaCl<sub>2</sub> (HCMC), indicando a formação de redes menos densamente reticuladas e com maior capacidade de absorção. Os resultados obtidos demonstram o potencial da CBK e dos hidrogéis desenvolvidos para aplicações ambientais, especialmente no tratamento de efluentes, remoção de metais pesados e sistemas superabsorventes sustentáveis.

**Palavras-chave:** Biopolímero; Hidrogéis biodegradáveis; Kombucha.

## RESUMO EM LÍNGUA ESTRANGEIRA

The growing environmental concern has driven the use of biopolymers as sustainable alternatives to conventional materials, with bacterial cellulose (BC) standing out due to its high purity, biodegradability, biocompatibility, and absence of cytotoxicity. Unlike plant-derived cellulose, its production does not require harsh processing steps, such as the removal of lignin and hemicellulose using strong acids and alkalis. Furthermore, its structure, composed of a highly hydrated nanofibrillar network, allows it to be classified as a type of hydrogel, although there are divergences in the literature regarding this definition. In this context, this study aimed to utilize waste from Kombucha production to obtain bacterial cellulose (KBC) and apply it in the production of biodegradable hydrogels. KBC production was carried out using a 2<sup>3</sup> factorial design, evaluating sugar concentration, sugar type, and cultivation time, with membrane thickness as the response variable. The results indicated that cultivation time (21 days) was the most significant factor (89.68%), while sugar-related variables did not show a significant effect at this stage. KBC was used to produce environmentally friendly hydrogels, which were crosslinked with carboxymethylcellulose and calcium chloride (CMC/CaCl<sub>2</sub>) and with citric acid (CA), using two approaches: defibrillated and intact structures. The KBC and hydrogel samples were characterized by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), thermogravimetric analysis (TG), X-ray diffraction (XRD), and scanning electron microscopy (SEM). The hydrogels were also subjected to swelling tests, and their crosslinking densities were determined. FTIR and TG analyses confirmed the occurrence of crosslinking and the formation of chemical bonds, while XRD indicated the preservation of the cellulose crystalline structure. SEM images revealed that sugar concentration influences the density of the polymeric network, directly affecting swelling properties. Swelling tests and crosslinking density analysis demonstrated that water absorption behavior is directly related to the type of sugar used. The best results were obtained with demerara sugar, especially at a concentration of 10%, with swelling values of 3,900% for the citric acid-crosslinked hydrogel (HCA) and 30,000% for the CMC/CaCl<sub>2</sub>-crosslinked hydrogel (HCMC), indicating the formation of less densely crosslinked networks with higher absorption capacity. The results demonstrate the potential of KBC and the developed hydrogels for environmental applications, particularly in wastewater treatment, heavy metal removal, and sustainable superabsorbent systems.

**Keywords:** Biopolymer; Biodegradable hydrogels; Kombucha

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> - Estrutura da celulose. ....	16
<b>Figura 2</b> - <b>A)</b> Representação das ligações de hidrogênio intramoleculares e intermoleculares das cadeias de celulose e <b>B)</b> Interação entre as fibrilas na formação da região cristalina e amorfa das microfibrilas de celulose. ....	17
<b>Figura 3</b> - Estrutura da CB. ....	18
<b>Figura 4</b> - <b>a)</b> <i>Komagataeibacter xylinus</i> no momento em que excreta fibrilas elementares; <b>b)</b> rede tridimensional que a bactéria produz. ....	19
<b>Figura 5</b> - Comparação estrutural entre celulose vegetal e celulose bacteriana: organização, composição e escala das fibras. ....	25
<b>Figura 6</b> - Representação da estrutura de hidrogel: <b>A)</b> químico; <b>B)</b> físico. ....	32
<b>Figura 7</b> - Classificação de hidrogéis com base em diferentes propriedades. ....	34
<b>Figura 8</b> - Representação esquemática referente a obtenção das membranas de celulose bacteriana da kombucha. ....	53
<b>Figura 9</b> - Processo de purificação das CBK. ....	53
<b>Figura 10</b> - <b>A)</b> Preparo da suspensão da CBK; <b>B)</b> Processo de secagem dos filmes obtidos da CBK. ....	55
<b>Figura 11</b> - Hidrogéis de ácido cítrico, antes <b>(A)</b> e após <b>(B)</b> a estufa. ....	56
<b>Figura 12</b> - Hidrogéis de CMC/CaCl <sub>2</sub> , antes <b>(A)</b> e após <b>(B)</b> a lavagem. ....	56
<b>Figura 13</b> - Gráfico de Pareto dos Efeitos. ....	63
<b>Figura 14</b> - Gráfico de probabilidade. ....	63
<b>Figura 15</b> - Espectroscopia de FTIR dos <b>(A)</b> açúcares (demerara e refinado) e das <b>(B)</b> CBKs produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar demerara e refinado, secas em estufa. ....	65
<b>Figura 16</b> - Espectroscopia de FTIR das amostras produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar demerara e refinado, trituradas e secas em estufa. ....	67
<b>Figura 17</b> - Espectroscopia de FTIR da carboximetilcelulose (CMC), do cloreto de cálcio (CaCl <sub>2</sub> ) <b>(A)</b> e dos hidrogéis HCMC/CaCl <sub>2</sub> <b>(B)</b> . ....	68
<b>Figura 18</b> - Espectroscopia de FTIR do Ácido Cítrico <b>(A)</b> e dos Hidrogéis AC <b>(B)</b> . ....	70
<b>Figura 19</b> - Curvas TG <b>(A)</b> e DTG <b>(B)</b> das amostras de açúcar demerara e refinado e das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10% dos açúcares. ....	72
<b>Figura 20</b> - Curvas TG <b>(A)</b> e DTG <b>(B)</b> das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar demerara e refinado, triturados e secas em estufa. ....	76

<b>Figura 21</b> - Curvas TG <b>(A)</b> e DTG <b>(B)</b> carboximetilcelulose (CMC) do Cloreto de Cálcio (CaCl <sub>2</sub> ) e das amostras de HCMC/CaCl <sub>2</sub> .....	<b>79</b>
<b>Figura 22</b> - Curvas TG <b>(A)</b> e DTG <b>(B)</b> do ácido cítrico e das amostras de HAC.....	<b>82</b>
<b>Figura 23</b> - Espectroscopia de DRX das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10% de açúcar demerara e refinado. ....	<b>85</b>
<b>Figura 24</b> - Espectroscopia de DRX das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10% de açúcar demerara e refinado, trituradas. ....	<b>86</b>
<b>Figura 25</b> - Espectroscopia de DRX das amostras de HCMC/CaCl <sub>2</sub> .....	<b>87</b>
<b>Figura 26</b> - Espectroscopia de DRX das amostras de HAC.....	<b>88</b>
<b>Figura 27</b> - Microscopia eletrônica de varredura para amostras da CBK produzidas com 2,5% <b>(A)</b> e 10 % <b>(B)</b> de açúcar demerara.....	<b>90</b>
<b>Figura 28</b> - Microscopia eletrônica de varredura das amostras de CBK produzidas com 2,5% <b>(A)</b> e 10 % <b>(B)</b> de açúcar refinado, ampliadas 450x e 2.000x após a liofilização. ....	<b>91</b>
<b>Figura 29</b> - Microscopia eletrônica de varredura para amostras dos HCMC/CaCl <sub>2</sub> produzidas com 2,5% <b>(A)</b> e 10 % <b>(B)</b> de açúcar demerara, ampliadas 450x e 2.000x após a liofilização. ....	<b>92</b>
<b>Figura 30</b> - Microscopia eletrônica de varredura para amostras dos HCMC/CaCl <sub>2</sub> produzidas com 2,5% <b>(A)</b> e 10 % <b>(B)</b> de açúcar refinado, ampliadas 450x e 2.000x após a liofilização. ....	<b>93</b>
<b>Figura 31</b> - Microscopia eletrônica de varredura para amostras dos HAC produzidas com 2,5% <b>(A)</b> e 10 % <b>(B)</b> de açúcar demerara, ampliadas 450x e 2.000x após a liofilização.....	<b>94</b>
<b>Figura 32</b> - Microscopia eletrônica de varredura para amostras dos HAC produzidas com 2,5% <b>(A)</b> e 10 % <b>(B)</b> de açúcar refinado, ampliadas 450x e 2.000x após a liofilização. ....	<b>95</b>
<b>Figura 33</b> - Intumescimento das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar demerara e refinado <b>(A)</b> seguido do ensaio de dessorção <b>(B)</b> .....	<b>97</b>
<b>Figura 34</b> - Intumescimento dos HCMC/CaCl <sub>2</sub> <b>(A)</b> seguido do ensaio de dessorção <b>(B)</b> . ....	<b>99</b>
<b>Figura 35</b> - Intumescimento dos HAC <b>(A)</b> seguido do ensaio de dessorção <b>(B)</b> . ....	<b>102</b>

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> - Potenciais aplicações da CB.....	<b>26</b>
<b>Tabela 2</b> - Proporções de chá, açúcar, SCOBY e starter utilizados na preparação do chá da Kombucha. ....	<b>28</b>
<b>Tabela 3</b> - Descrição das diversas aplicações dos hidrogéis. ....	<b>36</b>
<b>Tabela 4</b> - Denominação das amostras analisadas nesse trabalho.....	<b>50</b>
<b>Tabela 5</b> - Delineamento Fatorial 2 <sup>3</sup> .....	<b>51</b>
<b>Tabela 6</b> - Identificação das amostras. ....	<b>51</b>
<b>Tabela 7</b> - Resultado do Cálculo dos Efeitos Principais e Interações. ....	<b>61</b>
<b>Tabela 8</b> - Resultado das espessuras obtidas durante o período de 7 e 21 dias.....	<b>64</b>
<b>Tabela 9</b> - Valores de $T_{onset}$ e $T_{endset}$ para as amostras de açúcar demerara e refinado e das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10% dos açucares. ....	<b>73</b>
<b>Tabela 10</b> - Valores de $T_{onset}$ e $T_{endset}$ para amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10% de açúcar demerara e refinado, triturados e secas em estufa. ....	<b>77</b>
<b>Tabela 11</b> - Valores de $T_{onset}$ e $T_{endset}$ para carboximetilcelulose (CMC), Cloreto de Calcio ( $CaCl_2$ ) e das amostras de HCMC/ $CaCl_2$ . ....	<b>80</b>
<b>Tabela 12</b> - Valores de $T_{onset}$ e $T_{endset}$ do ácido cítricos e das amostras de HAC.....	<b>83</b>
<b>Tabela 13</b> - Densidade de Ligações cruzadas das amostras CBK determinada pela teoria de Flory-Rehner. ....	<b>104</b>
<b>Tabela 14</b> - Densidade de Ligações cruzadas dos HCMC/ $CaCl_2$ determinada pela teoria de Flory-Rehner. ....	<b>105</b>
<b>Tabela 15</b> - Densidade de Ligações cruzadas das amostras HAC determinada pela teoria de Flory-Rehner. ....	<b>107</b>

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

<b>CB</b>	Celulose bacteriana
<b>NaOH</b>	Hidróxido de sódio
<b>SCOBY</b>	<i>Symbiotic culture of bacteria and yeast</i>
<b>CMC</b>	Carboximetilcelulose
<b>CaCl<sub>2</sub></b>	Cloreto de calcio
<b>HCBK</b>	Hidrogéis de celulose bacteriana de Kombucha
<b>HCMC</b>	Hidrogéis de carboximetilcelulose
<b>HAC</b>	Hidrogéis de ácido cítrico
<b>a.C</b>	Antes de Cristo
<b>atm</b>	Pressão atmosférica
<b>p/v</b>	Peso/Volume
<b>D/N</b>	Dados não disponíveis
<b>t/ano</b>	Tonelada por ano
<b>nm</b>	Nanômetro
<b>mL</b>	Mililitro
<b>UV</b>	Ultravioleta
<b>UDPG</b>	Difosfato de uridina glicose
<b>NaCl</b>	Cloreto de sódio
<b>PVA</b>	Acetato de Polivinilo
<b>CBK</b>	Celulose bacteriana da kombucha
<b>3D</b>	Tridimensional
<b>FTIR</b>	Espectroscopia De Infravermelho Com Transformada Por Fourier
<b>TG</b>	Análise Termogravimétrica
<b>DRX</b>	Difração De Raio-X
<b>MEV</b>	Microscopia Eletrônica De Varredura

## Sumário

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	13
<b>CAPÍTULO 1</b> .....	15
<b>2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA</b> .....	16
2.1 CELULOSE.....	16
2.2 CELULOSE BACTERIANA.....	18
<b>2.2.1 Síntese da Celulose Bacteriana</b> .....	19
<b>2.2.2 Parâmetros que Influenciam a Produção da CB</b> .....	21
2.2.2.1 Influência do pH.....	21
2.2.2.2 Influência da Temperatura.....	21
2.2.2.3 Influência do Oxigênio.....	22
<b>2.2.3 Fontes de Obtenção</b> .....	23
<b>2.2.4 Propriedades e Aplicações</b> .....	24
<b>2.2.5 Purificação da Celulose Bacterina</b> .....	27
2.3 KOMBUCHA.....	27
<b>2.3.1 Processo de Fermentação</b> .....	29
2.5 HIDROGÉIS.....	31
<b>2.5.1 Classificação dos Hidrogéis</b> .....	32
2.5.1.1 Hidrogéis Naturais.....	32
2.5.1.2 Hidrogéis Sintéticos.....	33
2.5.1.3 Hidrogéis Híbridos.....	33
<b>2.5.2 Aplicações</b> .....	35
<b>2.5.3 Classificação da CB como hidrogel, de acordo com a literatura</b> .....	37
2.5.3.1 Hidrogel de CB a Partir de Modificações.....	37
2.5.3.2 Hidrogel a Partir da Obtenção da CB.....	37
2.6 REAGENTES UTILIZADOS.....	39
<b>2.6.1 Açúcar Demerara</b> .....	39
<b>2.6.2 Açúcar Refinado</b> .....	40
<b>2.6.3 Ácido Cítrico</b> .....	40
<b>2.6.4 Cloreto de Calcio</b> .....	42
<b>2.6.5 Carboximetilcelulose</b> .....	43
<b>CAPÍTULO 2</b> .....	45
<b>3 MOTIVAÇÃO</b> .....	46
<b>4 OBJETIVOS</b> .....	47

4.1 GERAL.....	46
74.2 ESPECÍFICOS.....	4
67	
<b>CAPÍTULO 3.....</b>	<b>48</b>
<b>5 MATERIAIS E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....</b>	<b>49</b>
5.1 MATERIAIS.....	49
5.2. NOMENCLATURA DAS AMOSTRAS.....	50
5.3 PLANEJAMENTO FATORIAL PARA PRODUÇÃO DOS HIDROGÉIS.....	50
5.4 ANÁLISES DOS DADOS.....	52
5.5 METODOLOGIA PARA OBTENÇÃO DAS MEMBRANAS DE CELULOSE BACTERIANA.....	52
5.6 PURIFICAÇÃO DAS CBK EM NaOH.....	533
5.7 PRODUÇÃO DOS HIDROGÉIS DE CELULOSE BACTERIANA DA KOMBUCHA..	54
<b>5.7.1 Preparo dos Hidrogéis.....</b>	<b>54</b>
<b>5.7.2 Processo de Reticulação dos Hidrogéis.....</b>	<b>55</b>
4.7.2.1 Reticulação da CBK com Ácido Cítrico.....	55
5.7.2.2 Reticulação da CBK com CMC + CaCl <sub>2</sub> .....	56
5.7.3 Teste de Intumescimento e Determinação da Densidade de Ligações Cruzadas.....	57
<b>5.8 CARACTERIZAÇÕES.....</b>	<b>58</b>
<b>5.8.1 Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada por Fourier (FTIR).....</b>	<b>58</b>
<b>5.8.2 Termogravimetria (TG).....</b>	<b>58</b>
<b>5.8.3 Difração de Raios-X (DRX).....</b>	<b>58</b>
<b>5.8.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....</b>	<b>59</b>
<b>CAPÍTULO 4.....</b>	<b>60</b>
<b>6 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....</b>	<b>61</b>
6.1 ANÁLISES DOS DADOS DO PLANEJAMENTO FATORIAL.....	61
<b>6.1.1 Gráfico de Pareto dos Efeitos.....</b>	<b>62</b>
6.2 ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....	65
6.3 TERMOGRAVIMETRIA (TG).....	71
6.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX).....	84
6.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	90
6.6 INTUMESCIMENTO E DESSORÇÃO.....	96

6.7 DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE DE LIGAÇÕES CRUZADAS.....	104
<b>CAPÍTULO 5</b> .....	109
<b>7 CONSIDERAÇÕES FINAIS.</b> .....	110
<b>8 DESENVOLVIMENTO PROSPECTIVO</b> .....	112
<b>9 REFERÊNCIAS</b> .....	113

## 1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, a crescente preocupação com os impactos ambientais tem impulsionado a busca por alternativas sustentáveis, tais como os biopolímeros. Estes são materiais poliméricos derivados de fontes naturais, incluindo plantas, resíduos agrícolas, materiais florestais e microrganismos. Diferentemente dos plásticos petroquímicos, os biopolímeros destacam-se por sua origem renovável, biodegradabilidade e menor impacto ambiental, alinhando-se às exigências regulatórias e às demandas dos consumidores por produtos ecologicamente corretos (Gregory *et al.*, 2021; Liu *et al.*, 2025).

Entre esses materiais, a celulose bacteriana (CB) tem ganhado destaque por sua pureza, biodegradabilidade, biocompatibilidade e ausência de citotoxicidade (Gregory *et al.*, 2021; Liu *et al.*, 2025). Ao contrário da celulose vegetal, que exige processos químicos agressivos para remoção de lignina e hemicelulose, resultando em alterações estruturais e impactos ambientais, a CB é produzida de forma mais limpa ambientalmente, sem necessidade de purificação complexa. Seus resíduos, compostos por microrganismos, nutrientes e subprodutos metabólicos, podem ser facilmente eliminados com soluções diluídas de hidróxido de sódio e água destilada (Chunshom *et al.*, 2018; Cubas *et al.*, 2022; Daus *et al.*, 2025; Martinez *et al.*, 2025).

A CB apresenta propriedades notáveis, como alta resistência mecânica, elevada cristalinidade (84–89%), porosidade, capacidade de absorção de água e origem renovável, tornando-se uma alternativa promissora aos materiais derivados do petróleo e de origem animal (Costa *et al.*, 2017; Daus *et al.*, 2025; Paronyan *et al.*, 2025; Zorila *et al.*, 2025).

Estudos recentes têm explorado estratégias bem-sucedidas para superar as limitações de escalabilidade e custo na produção de celulose bacteriana CB. Uma dessas estratégias envolve o uso do chá de kombucha como fonte de baixo custo para a fermentação. Além disso, pesquisas têm demonstrado a viabilidade de utilizar resíduos agroindustriais, tais como cascas de frutas, resíduos de fermentação e subprodutos do biodiesel, como substratos econômicos para a produção industrial de CB, contribuindo tanto para a redução de custos quanto para a diminuição dos impactos ambientais (Costa *et al.*, 2017; De Carvalho *et al.*, 2025; Jafari *et al.*, 2025; Kadier *et al.*, 2021).

Um exemplo relevante de resíduo com potencial valor agregado é o SCOBY, subproduto da fermentação da Kombucha que consiste em fonte renovável de CB que pode ser aplicada em filmes antimicrobianos, curativos, membranas de filtração e na

indústria têxtil (De Melo *et al.*, 2024; Aung & Kim, 2024). Pesquisas sobre sua viabilidade em escala industrial são essenciais para ampliar seu aproveitamento, considerando que este material é também frequentemente classificado como um tipo de hidrogel, devido à sua estrutura de rede de nanofibrilas altamente hidratada. No entanto, há divergências na literatura quanto à sua definição: enquanto alguns autores a consideram hidrogel em sua forma natural (Liao *et al.*, 2024; Pan *et al.*, 2023), outros defendem que modificações são necessárias para que adquira propriedades específicas (De Carvalho *et al.*, 2025; Rodrigues *et al.*, 2024). Essa controvérsia reforça a importância de uma análise aprofundada sobre sua classificação e aplicações.

Assim, a investigação sobre o aproveitamento do SCOBY como fonte de celulose bacteriana apresenta dupla relevância: ambiental e econômica. Do ponto de vista ambiental, promove a valorização de um resíduo pouco aproveitado, contribuindo para a redução de descartes e para o fortalecimento da economia circular. Sob a perspectiva econômica, possibilita a obtenção de um material de alto valor agregado a partir de um processo de baixo custo. Além disso, a ausência de consenso na literatura quanto à definição e caracterização da CB evidencia a necessidade de estudos que aprofundem seu entendimento e explorem seu potencial como hidrogel. Dessa forma, este estudo busca preencher uma lacuna científica ao mesmo tempo em que propõe soluções alinhadas às demandas globais por materiais sustentáveis.

Sendo assim, este trabalho tem como objetivo aproveitar o coproduto proveniente da produção de Kombucha para a obtenção de celulose bacteriana e hidrogéis biodegradáveis, explorando seu potencial em aplicações ambientais, como a adsorção de metais potencialmente tóxicos.

**CAPÍTULO 1**

---

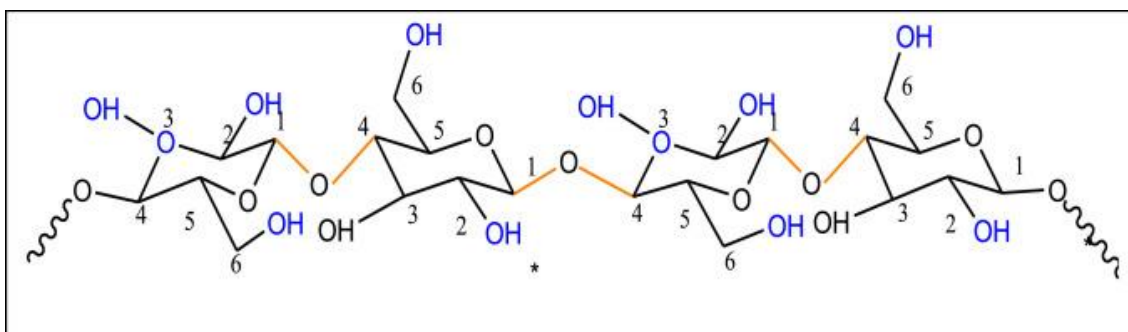
*Referencial Teórico*

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1 CELULOSE

A celulose, de fórmula molecular  $C_6H_{10}O_5$ , é um homopolissacarídeo de cadeia longa, formado por unidades lineares e não ramificadas (Figura 1), constitui de um importante componente estrutural das paredes celulares das plantas e desempenha um papel fundamental no fornecimento de resistência mecânica e rigidez aos tecidos vegetais (Abdullah *et al.*, 2025), compostas por moléculas de  $\beta$ -glicose unidas por ligações  $\beta$ -1,4-glicosídicas. A unidade estrutural de repetição da celulose é a glicose. Esse biopolímero é o mais abundante na natureza e apresenta uma taxa de regeneração superior a 1000 t/ano. Embora seja encontrada principalmente em plantas, a celulose também pode ser encontrada, em menor proporção, em alguns animais marinhos, além de fungos, algas, bactérias e até em protozoários (French 2017; Gottschalk *et al.*, 2021; Joseph *et al.*, 2024; Junior *et al.*, 2021).

**Figura 1** - Estrutura da celulose.

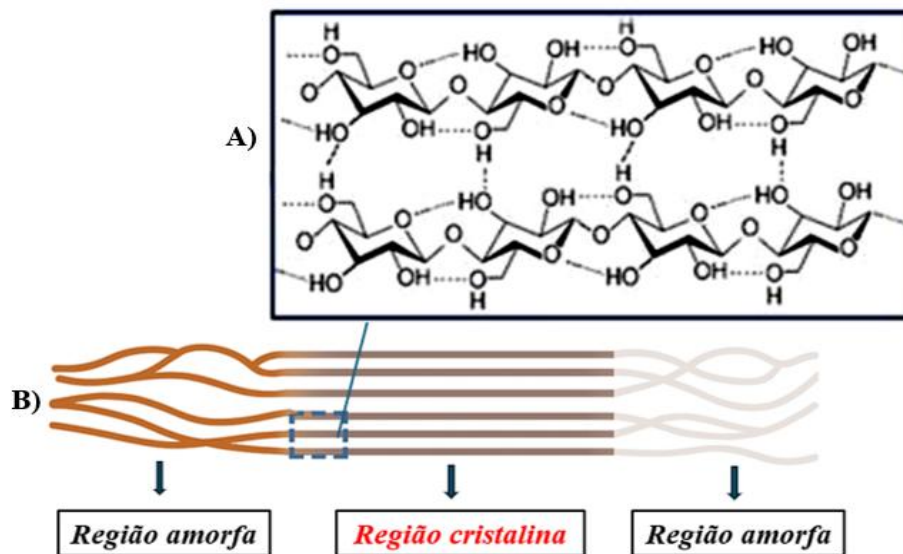


**Fonte:** Mondal *et al.*, 2025.

Os grupos hidroxilas livres nas moléculas de celulose formam ligações de hidrogênio intramoleculares (grupos hidroxila da mesma molécula), e intermoleculares (grupos hidroxila de cadeias adjacentes). Essas ligações são responsáveis pela rigidez do polímero e pela formação das suas estruturas tridimensionais (Figura 2a). As cadeias formadas pela ligação dos monômeros de glicose são denominadas fibrilas elementares. Essas fibrilas se agregam por meio das ligações de hidrogênio, formando microfibrilas, cujas dimensões transversais variam entre 2 e 20 nm, dependendo da fonte celulósica. Essas microfibrilas se agrupam, para formar as fibras celulósicas. Durante a formação das microfibrilas, surgem regiões nas quais as cadeias de celulose estão dispostas de maneira altamente ordenada (regiões cristalinas) e outras que são desordenadas (regiões amorfas) (Figura 2b). A proporção entre as regiões cristalina e amorfa determina o índice de 22

crystalinidade do polímero, o qual influencia diretamente as propriedades mecânicas das fibras de celulose. A fase cristalina tende a aumentar a rigidez e resistência à tração (Chagas 2018; Cheng *et al.*, 2023; Junior *et al.*, 2021).

**Figura 2 - A)** Representação das ligações de hidrogênio intramoleculares e intermoleculares das cadeias de celulose e **B)** Interação entre as fibrilas na formação da região cristalina e amorfa das microfibrilas de celulose.



Fonte: Adaptado Zhou; Wu (2012).

Devido às suas propriedades únicas, a celulose apresenta aplicações em uma ampla gama de indústrias, incluindo papel e celulose, têxteis, produtos farmacêuticos e energias renováveis. A escolha da matéria-prima e do método de extração influencia significativamente tanto a qualidade quanto o rendimento da celulose, uma vez que ela se encontra fortemente associada à hemicelulose e à lignina, tornando o isolamento a partir da biomassa lignocelulósica um desafio (Aziz *et al.*, 2022).

Os métodos tradicionais frequentemente envolvem tratamentos químicos agressivos, solventes práticos e reagentes tóxicos, o que gera preocupações ambientais, afeta a qualidade da celulose extraída, reduz sua dispersibilidade e demanda etapas adicionais de purificação. Para superar essas limitações, pesquisadores têm investigado métodos alternativos de extração e a utilização de diversas fontes de biomassa (Abdullah *et al.*, 2025).

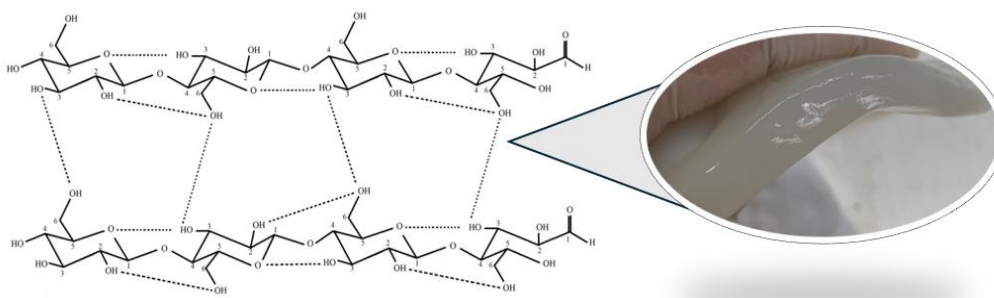
Como mencionado anteriormente, a celulose é um dos materiais mais abundantes da natureza e amplamente utilizada em diversas aplicações. Há uma variedade de plantas que contêm grandes quantidades de celulose, como o cânhamo, madeira, palma, algodão. Além dessas fontes vegetais, a celulose pode ser produzida por algas marinhas, musgos, animais marinhos, como os tunicados, e por algumas espécies de bactérias, como as do gênero *Komagataeibacter* (Cheng *et al.*, 2023; De Melo *et al.*, 2023; Zhou *et al.*, 2025).

## 2.2. CELULOSE BACTERIANA

A celulose bacteriana (CB), também denominada biocelulose ou celulose microbiana (Figura 3), apresenta uma fórmula molecular igual à da celulose vegetal, contudo, apresenta características físico-químicas e mecânicas diferentes, como maior cristalinidade, maior capacidade de absorção e retenção de água, maior resistência mecânica, alto grau de polimerização, adaptabilidade biológica e principalmente maior pureza, caracterizada pela ausência de lignocelulose, lignina e hemicelulose em sua composição (De Melo *et al.*, 2024; Meng *et al.*, 2025; Oliveira *et al.*, 2022).

A rede fibrosa da CB é constituída por três nanofibrilas dimensionais que, bem-organizadas, resultam na formação da folha de hidrogel com elevada área de superfície específica e porosidade (Amorin *et al.*, 2022).

**Figura 3** - Estrutura da CB.



**Fonte:** Estrutura adaptada de Amorin *et al.* (2022) e imagem de autoria própria.

A CB foi descrita pela primeira vez por Brown (1886), quando uma membrana gelatinosa cresceu ocasionalmente sobre a superfície de um caldo de fermentação de vinagre. A estrutura identificada era quimicamente semelhante à celulose vegetal e, por meio de uma análise microscópica, observou-se que havia presença de bactérias por toda área de superfície da película.

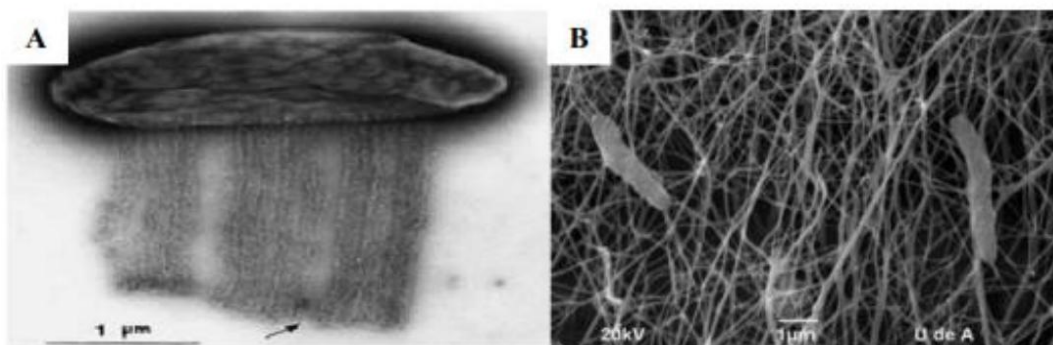
Atualmente sabe-se que essa membrana gelatinosa é sintetizada por várias espécies de bactérias dos gêneros *Agrobacterium*, *Aerobacter*, *Achromobacter*, *Escherichia*, *Pseudomonas*, *Rhizobium*, *Sarcina* e *Gluconacetobacter hansenii* (anteriormente conhecida como *Acetobacter xylinum*). *Komagataeibacter hansenii*, é o mais estudado, uma vez que sua produção de celulose é significativamente elevada, podendo ser sintetizada a partir de diferentes fontes de carbono (glicose, frutose, melão, glicerol ou outros substratos orgânicos) e nitrogênio, tornando-se de grande interesse econômico (Brandão *et al.*, 2022). A bactéria usa a CB produzida como um mecanismo de flotação, fazendo com que a bactéria permaneça na interface meio de cultura/ar, onde o oxigênio está mais disponível, favorecendo seu crescimento (Daus *et al.*, 2025; Joseph *et al.*, 2024; Palácio *et al.*, 2024; Sathianathan *et al.*, 2025).

Algumas explicações possíveis para a formação da celulose por esses microrganismos são que a membrana formada na interface ar/líquido serve como um mecanismo de autodefesa para proteger as bactérias dos efeitos nocivos da luz UV (Rajwade *et al.*, 2015; Reiniati *et al.*, 2017).

### 2.2.1 Síntese da Celulose Bacteriana

A CB é sintetizada através da metabolização de açúcares como glicose. No caso da *Komagataeibacter xylinus*, principal bactéria produtora de CB relatada na literatura (Figura 4), a síntese envolve muitos complexos de proteínas catalíticas e regulatórias, cuja estrutura supramolecular ainda não está bem definida, e vai depender do tipo de carboidrato consumido.

**Figura 4 - a)** *Komagataeibacter xylinus* no momento em que excreta fibrilas elementares; **b)** rede tridimensional que a bactéria produz.



Fonte: Campano *et al.* (2015); b) Castro *et al.* (2011).

Quando a glicose é usada como substrato, quatro etapas enzimáticas essenciais ocorrem na via de síntese: (1) transporte da glicose através da membrana da bactéria e fosforilação em glicose-6-fosfato pela glicose quinase; (2) isomerização pela fosfoglicomutase: glicose-6-fosfato torna-se glicose-1-fosfato; (3) conversão da glicose-1-fosfato em uridina 5-difosfato glicose (UDPG) pela UDPG pirofosforilase, e por fim, (4) polimerização da UDPG pela celulase sintase da celulose (Du *et al.*, 2025; Lee *et al.*, 2014).

A UDPG é um precursor direto da celulose e é encontrado em vários organismos. Já a enzima UDPG pirofosforilase apresenta atividade 100 vezes maior em bactérias produtoras de celulose do que em bactérias que não a produzem. Por isso, considera-se que ela desempenhe uma função importante quando se trata da produção de celulose (Gottschalk *et al.*, 2021).

A produção de CB a partir da frutose envolve a enzima hexoquinase que fosforila a frutose para frutose-6-fosfato e, posteriormente, a isomerização da frutose-6-fosfato para glicose-6-fosfato pela enzima fosfoglicose isomerase. A partir desse ponto a via metabólica para produção de CB segue o mesmo caminho da síntese do biopolímero utilizando a glicose. Já para produção de CB a partir de dissacarídeos, tal como a sacarose, a biossíntese do biopolímero inicia-se no periplasma da célula com a hidrólise dos dissacarídeos em monossacarídeos, como glicose e frutose (Lee *et al.*, 2014).

Portanto, a celulose é sintetizada em duas etapas intermediárias: na primeira ocorre a formação das cadeias de 1,4- $\beta$ -glucano (cadeias lineares que formam ligações de hidrogênio inter e intramoleculares, altamente regulares) na membrana citoplasmática, enquanto na segunda ocorre a montagem, cristalização das cadeias de celulose e entrelaçamento da estrutura. A segunda etapa é a limitante do processo (Gottschalk *et al.*, 2021).

A CB começa a ser sintetizada quando a bactéria origina cadeias que se agregam, gerando nanofibrilas com largura de, aproximadamente, 1,5 nm, as quais se agrupam com outras 36 iguais a elas, formando uma microfibrila elementar com um diâmetro variando de 3 a 3,5 nm. Aproximadamente 46 fibrilas adjacentes se juntam por meio de ligações de hidrogênio, formando um ribbon, que é o nome dado às fibras de CB. A membrana formada por CB é o resultado de uma matriz de fitas interligadas, que caracterizam a sua rede nanoestruturada de fibras de celulose. A celulose formada apresenta diversos grupos hidroxila dispostos na superfície, o que explica suas características de biodegradabilidade,

hidrofilicidade e alta capacidade de modificação química para as mais diversas aplicações industriais (Castro *et al.*, 2011; Gottschalk *et al.*, 2021).

### **2.2.2 Parâmetros que Influenciam a Produção da CB.**

A fermentação é influenciada por diversos fatores, tais como temperatura, pH, quantidade de oxigênio, CO<sub>2</sub> dissolvido, sistema operacional, fornecimento de precursores, bem como a natureza e composição do meio (Villarreal-Soto *et al.*, 2018).

Qualquer variação nesses fatores pode afetar a taxa de fermentação, o desempenho outras propriedades físico-químicas do produto. Assim como, variedades de plantas, concentrações de açúcar, tempo de fermentação podem ser responsáveis por diferenças na composição e, portanto, as atividades biológicas também seriam afetadas (Villarreal-Soto *et al.*, 2018).

#### **2.2.2.1 Influência do pH**

Variações no pH durante o processo fermentativo podem resultar em aumento ou diminuição no consumo de açúcares, devido as alterações na atividade e síntese enzimática, consequentemente afetando a divisão celular e quantidade de nutrientes disponíveis. Meios de cultura com diferentes condições iniciais de pH conduzem a respostas diferentes quanto a produção de CB (Panesar *et al.*, 2012).

Yassine *et al.* (2016) estudaram a produção de CB nas faixas de pH compreendidas entre 4,5 e 7,5 e observaram que a maior produção ocorreu em pH 6,5.

Sabe-se que a redução do pH ao longo da fermentação é resultado do metabolismo respiratório das bactérias do gênero *Komagataeibacter*, que oxidam etanol a ácido acético e convertem a glicose em ácido glucônico, no entanto valores de pH baixos não são adequados para o crescimento de bactérias. Segundo Wang *et al.* (2019) a biossíntese de CB cessou quando o valor de pH estava fora da faixa adequada para a formação da CB, sendo o ideal entre  $4 < \text{pH} < 7$ .

#### **2.2.2.2 Influência da Temperatura**

Em relação a temperatura, dados reportados na literatura demonstram alterações significativas na produção de CB quando esse parâmetro sofre variação. Segundo Azeredo *et al.* (2019), a temperatura ideal para o crescimento celular e a produção da CB está entre 28 e 30 °C, dependendo do estado do inóculo e do resultado desejado.

O trabalho publicado por Watawana *et al.* (2016) sugere uma temperatura de 24  $\pm 3$  °C como ideal, dependendo da cultura inicial. Neffe-Skocinska *et al.* (2017) realizaram testes em diferentes temperaturas (20, 25 e 30 °C), e constataram que a condição ideal foi de 25 °C, a qual levou à obtenção de um produto microbiologicamente estável.

Trabalhos como o de Popa *et al.* (2022), sugerem o uso de temperatura na faixa de 20 e 30° C, além do uso de sacarídeo como fonte de carbono, indicando a obtenção de uma grande quantidade de microfibrilas de celulose.

Ahmed *et al.* (2020) verificaram que as cepas que produzem a CB normalmente apresentam um ótimo desempenho em temperaturas entre 28 e 30 °C, e quando cultivadas em temperaturas acima de 40 °C, observa-se incapacidade de se produzir a CB.

Segundo Erbas *et al.* (2015) e Zeng *et al.* (2011), além do rendimento, a estrutura morfológica do cristal da CB também pode ser afetada pela temperatura de cultivo.

#### 2.2.2.3 Influência do Oxigênio

A influência do oxigênio é um ponto importante para o metabolismo da respiração celular, podendo interferir tanto no aumento do rendimento, como também nas propriedades do polímero final (Shirai *et al.*, 1994).

É importante destacar que a produção da CB pode ser realizada em duas condições: estático e sob agitação, sendo que no cultivo estático há baixa disponibilidade de oxigênio dissolvido, fazendo com que a síntese da CB ocorra na interface ar /líquido, proporcionando maior facilidade em separar e coletar a celulose produzida, uma vez que a produção se dá na superfície do cultivo. Por outro lado, no cultivo sob agitação, o oxigênio dissolvido está presente em maiores concentrações, favorecendo a produção do ácido glucônico, que por sua vez, minimiza a produção da CB (Gottschalk *et al.*, 2021).

Nessa condição, formam-se estruturas irregulares de celulose em suspensão fibrosa, como esferas e pellets, além de tornar o meio mais viscoso devido à presença de estruturas gelatinosas. Já no meio estático, a biomembrana permanece na superfície, interface líquido/ar formando uma película, que aumenta a espessura com o tempo de cultivo (Duarte *et al.*, 2019).

Aspectos relevantes para a produção de CB estão relacionados ao pH, à temperatura e ao suprimento de oxigênio. Todos esses aspectos afetam a produção de celulose, bem como as propriedades da membrana, seja em cultura de células estática ou

sob agitação. Além disso, diferenças nas estirpes de bactérias desempenham um papel importante na taxa de produção e na microestrutura da celulose obtida.

### 2.2.3 Fontes de Obtenção

O elevado custo dos meios de cultura ainda representa um dos principais obstáculos à produção de CB, motivando pesquisadores a buscarem alternativas mais acessíveis para fontes de carbono e nitrogênio. Nesse contexto, a comunidade científica tem explorado abordagens ecologicamente sustentáveis voltadas ao reaproveitamento de resíduos de biomassa, alinhando eficiência produtiva à redução de impactos ambientais (Yildirim *et al.*, 2026).

Com o objetivo de viabilizar a produção industrial de CB, estudos recentes têm investigado fontes alternativas de nutrientes, bem como o uso de aditivos, visando ao desenvolvimento de meios de cultura economicamente viáveis que assegurem elevados rendimentos. Apesar de amplamente empregado, o meio Hestrin–Schramm (HS) apresenta limitações significativas, sobretudo devido ao seu alto custo e à dependência de componentes suplementares, como glicose, levedura e peptona. Consequentemente, a análise dos custos de produção e do potencial de ampliação de escala é crucial para apoiar o uso mais amplo da CB (Almihyawi *et al.*, 2024).

Nesse cenário, pesquisas têm se concentrado tanto na seleção de cepas bacterianas altamente eficientes na síntese de celulose quanto na substituição de nutrientes convencionais por fontes alternativas de baixo custo, incluindo resíduos industriais e agrícolas. Essa estratégia tem se mostrado promissora para o aumento do rendimento da CB e a redução dos custos do processo produtivo.

Diversos subprodutos já foram investigados como matérias-primas alternativas para a produção de biocelulose, destacando-se o melaço de cana-de-açúcar, resíduos da indústria de azeite, levedura residual de cervejarias, açúcares derivados da madeira, resíduos das indústrias de confeitaria e de processamento de frutas, cascas de arroz, subprodutos da fermentação lipídica, resíduos têxteis de algodão, pó de konjac e cascas de grãos de café (Quiñones-Cerna *et al.*, 2024).

Além disso, resíduos da cana-de-açúcar e hidrolisados de diferentes cascas de frutas e vegetais, como pepino, tomate, maçã, melão e kiwi, têm sido amplamente utilizados. Resíduos da indústria do amido e hidrolisados de cascas de frutas cítricas, incluindo tangerina, limão, toranja e laranja, também se destacam como substratos

promissores em processos fermentativos para a produção de CB (Quiñones-Cerna *et al.*, 2024).

Liu Z. *et al.* Produziu-se com sucesso CB a partir de resíduos de pão sem a adição de nutrientes externos, observando-se um aumento no rendimento de CB à medida que os níveis de açúcar residual diminuam.

Avcioğlu (2024) explorou o potencial de utilização de resíduos vegetais de *Jasminum sambac* e *Camellia sinensis* como substratos econômicos para a produção de CB utilizando *Komagataeibacter intermedius*. Sob condições otimizadas de fermentação, ambos os substratos demonstraram reutilização e aumentaram significativamente o rendimento de CB em comparação com o meio HS tradicional.

#### **2.2.4 Propriedades e Aplicações**

A celulose é um dos biopolímeros naturais mais abundantes e ecológicos, sendo classificada em dois tipos principais de acordo com sua origem: a celulose vegetal (CV) e a celulose bacteriana (CB) (Mohamad *et al.*, 2024; Chen *et al.*, 2024a; Liu *et al.*, 2024).

Embora tradicionalmente associada às plantas, a celulose também pode ser secretada extracelularmente por algumas espécies bacterianas sob condições específicas de crescimento, além de ser biossintetizada por algas e diversos grupos procarióticos, como as cianobactérias (Araújo *et al.*, 2018).

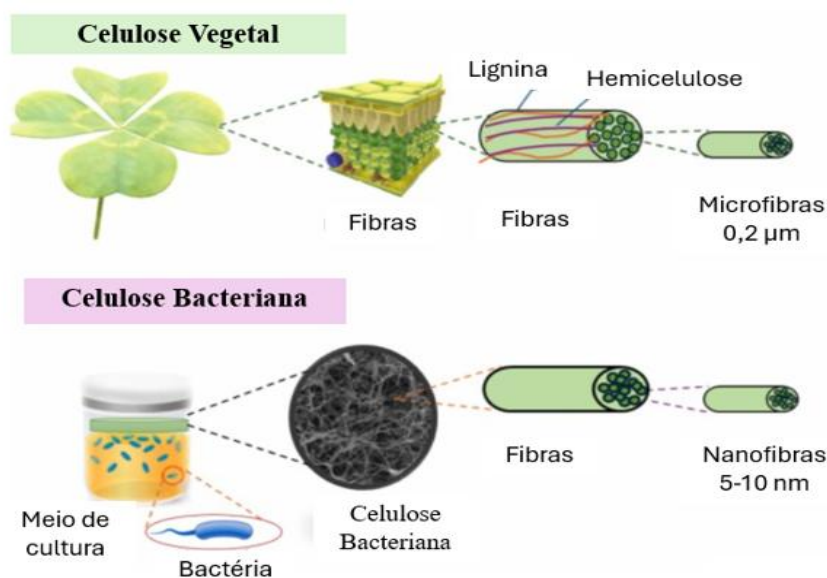
Nesse contexto, a CB se destaca como uma alternativa promissora à CV, especialmente em aplicações que exigem alta pureza, biocompatibilidade e uma estrutura tridimensional altamente hidratada. Entre suas principais vantagens em relação à CV, destacam-se a elevada pureza, uma vez que é produzida como único produto de seu processo biossintético, eliminando a necessidade de tratamentos químicos agressivos para purificação, além de ser naturalmente livre de lignina e hemicelulose. Adicionalmente, apresenta alta cristalinidade (podendo atingir até 90%) e elevada resistência mecânica, características essenciais para aplicações biomédicas e tecnológicas. A CB também possui elevada capacidade de absorção de água, conferindo-lhe propriedades hidrogelificantes naturais, além de apresentar biocompatibilidade e ausência de citotoxicidade, o que favorece seu uso em curativos, implantes e sistemas de liberação controlada. Outro aspecto relevante é sua produção sustentável, que pode ser realizada a partir de resíduos agroindustriais, em condições controladas e com menor impacto

ambiental (Ahmed *et al.*, 2020; Amarasekara *et al.*, 2024; Amorin *et al.*, 2022; Daus *et al.*, 2025; Sathianathan *et al.*, 2025; Wang *et al.*, 2024).

Apesar dessas vantagens, algumas limitações ainda estão associadas ao uso da CB. Entre elas, destacam-se o baixo rendimento produtivo quando comparado à extração de CV a partir de biomassa vegetal em larga escala, o custo elevado de produção, especialmente em processos fermentativos não otimizados, o tempo de cultivo prolongado (geralmente superior a sete dias), o que pode restringir sua produção em escala industrial, e a necessidade de controle rigoroso das condições de fermentação, como temperatura, pH e suprimento de oxigênio.

Embora a CB e a CV compartilhem composições químicas semelhantes, a CB é caracterizada por uma estrutura nanofibrosa auto-organizada, apresentando uma rede ultrafina com diâmetro entre 50 e 120 nm, alto grau de polimerização, pureza superior, excelente cristalinidade, elevada resistência à tração, além de notável capacidade de absorção e retenção de água (Figura 5). Essas propriedades físico-químicas conferem à CB características funcionais distintas e superiores em determinadas aplicações (Almihyawi *et al.*, 2024; Kumar *et al.*, 2024; Liu *et al.*, 2024; Mohamad *et al.*, 2024).

**Figura 5** - Comparação estrutural entre celulose vegetal e celulose bacteriana: organização, composição e escala das fibras.



Fonte: Traduzido de Yildirim *et al.*, 2026.

Em síntese, a escolha entre CB e CV depende da aplicação pretendida. Enquanto a CV apresenta maior viabilidade econômica para usos estruturais em larga escala, a CB

mostra-se mais adequada para aplicações que exigem materiais de alto desempenho, com elevada pureza, flexibilidade e funcionalidades específicas.

Na Tabela 1 são elencadas alguns de seus potenciais aplicações.

**Tabela 1** - Potenciais aplicações da CB.

<b>Área</b>	<b>Aplicações</b>	<b>Referências</b>
<b>Manufatura de papel</b>	Utiliza a celulose bacteriana a partir de resíduos de banana ( <i>Musa paradisiaca</i> ) para a fabricação de papel cartão.	Martínez <i>et al.</i> (2025)
<b>Cosméticos</b>	Máscara de biocelulose produzida a partir da fermentação da CB em água de coco, cremes antienvelhecimento, protetor solar.	Bienchet <i>et al.</i> (2020). Oprea & Panaitescu (2020)
<b>Eletrônicos</b>	Desenvolvimento de membranas com alta condutividade e aparatos emissores de luz por via da inclusão dos metais na estrutura da celulose.	Pineda <i>et al.</i> (2012)
<b>Biomédica</b>	Membranas para tratamento de feridas e queimaduras.	Rabelo <i>et al.</i> (2024)
<b>Alimentos</b>	Embalagens biodegradáveis, biofilme, emulsificantes	Dirpan <i>et al.</i> (2022)
<b>Indústria têxtil</b>	Vestuário, bolsas, tendas, equipamentos de camping.	Costa & Biz (2017)
<b>Design</b>	Base para bordado.	Benatti <i>et al.</i> (2024)
<b>Diagnóstico</b>	Biossensores para fins de diagnósticos médicos e monitoramento de doenças.	Pinho <i>et al.</i> (2020)
<b>Ambientais</b>	Hidrogéis de CB como biofloculantes e heteroagregadores de microplásticos para remoção de efluentes contaminados de estações de tratamento de esgoto.	Mendonça <i>et al.</i> (2023)

**Autor:** Autoria própria.

### 2.2.5 Purificação da Celulose Bacterina

Embora a CB seja produzida de forma extracelular, os filmes de CB obtidos a partir de meios de cultura, ao final da fermentação, apresentam a matriz impregnada por resíduos do próprio meio. Esses resíduos incluem bactérias, células de leveduras e diversos produtos metabólicos da fermentação, como ácidos orgânicos, açúcares, vitaminas, aminoácidos, polifenóis e lipídios, entre outros. Antes que a CB possa ser utilizada, principalmente em aplicações biomédicas, a purificação das películas é, portanto, uma etapa obrigatória para remover bactérias e meio de cultura, a fim de obter uma CB não tóxica (Daus *et al.*, 2025; Pigaleva *et al.*, 2019).

Ao longo dos anos, muitos protocolos foram investigados para a purificação de películas de CB. Os procedimentos mais empregados e consolidados incluem a imersão das amostras em uma solução alcalina, a fim de remover qualquer impureza biológica, por períodos que variam de 15 minutos a 24 horas à temperatura ambiente ou sob aquecimento. Como etapa adicional, a neutralização é realizada lavando-se exaustivamente as películas sob um fluxo contínuo de água destilada até que a última lavagem com água atinja um pH neutro (Daus *et al.*, 2025).

O hidróxido de sódio (NaOH) é frequentemente utilizado na purificação de membranas, e essa abordagem é denominada tratamento alcalino. No entanto, não há consenso científico sobre as condições ideais, havendo diversos relatos a respeito do tempo e da temperatura de exposição, da concentração de NaOH e do número de lavagens. O processo de purificação da celulose utilizando NaOH ocorre por meio da lise celular (ruptura da membrana celular) de todas as bactérias, gerando um aumento na viscosidade, cristalinidade e pureza dos filmes de celulose (Cubas *et al.*, 2022).

### 2.3 KOMBUCHA

Estudos *in vitro* frequentemente relatam que a presença de compostos como: aminoácidos, polifenóis do chá, açúcares, ácidos orgânicos, etanol, vitaminas e uma variedade de micronutrientes produzidos durante a fermentação confirmam os benefícios da kombucha (Coelho *et al.*, 2020).

Kombucha é uma bebida popular feita a partir de um chá fermentado com baixo teor alcoólico, tipicamente preparado com um chá adoçado e uma cultura simbiótica de bactérias do ácido acético (*Komagataeibacter*) bactérias do ácido láctico (*Lactobacillus*, *Lactococcus*) e leveduras (*Saccharomyces sp.*, *Zygosaccharomyces sp.*, *Lachancea sp.*, *Starterella sp.*, *Dekkera sp.*, *Pichia sp.*), conhecida como SCOBY (do inglês *symbiotic*

*culture of bacteria and yeast*). Acredita-se que o chá da kombucha tenha se originado na China, na região de Manchúria, cerca de 220 a.C., durante a Dinastia Tsin, sendo utilizada para tratar os problemas gástricos do Imperador Inkyo (Coelho *et al.*, 2020; Lau & Tang, 2025; Laureys *et al.*, 2020; Wang *et al.*, 2025).

O chá da kombucha tem sido associada a uma variedade de benefícios à saúde, incluindo efeitos antioxidantes e anti-inflamatórios, bem como melhor regulação metabólica (Phan-Van *et al.*, 2024; Vo *et al.*, 2024).

Embora as formulações possam variar, a proporção mais comum para a produção do chá de kombucha é de 0,5% (p/v) de chá, 5,0% a 7,0% (p/v) de açúcar e cerca de 10 a 20% (v/v) de kombucha previamente fermentada. Esta etapa é necessária para reduzir o pH da mistura e prevenir o crescimento de microrganismos indesejáveis (Coelho *et al.*, 2020; Vera-Guerrero *et al.*, 2025; Yong *et al.*, 2025).

A Tabela 2 apresenta algumas proporções do chá, açúcar, SCOBY e o starter utilizados para o cultivo, de acordo com trabalhos relatados na literatura.

**Tabela 2** - Proporções de chá, açúcar, SCOBY e starter utilizados na preparação do chá da Kombucha.

Chá (p/v)	Açúcar (p/v)	SCOBY	Start	Referências
0,8 g	8 g	30 g	100 mL	Gaggia <i>et al.</i> (2019)
D/N	5 – 15g	D/N	10 – 20 mL	Bishop <i>et al.</i> (2022)
10 g	60 g	D/N	150 mL	Balmaseda <i>et al.</i> (2024)
100 g	500 g	505 g	D/N	Mfopa <i>et al.</i> (2024)
0,4 – 0,5	5 – 15 g	3 g	10 mL	Ariff <i>et al.</i> (2023)
5 g	50 g	D/N	10 mL	Ikeda <i>et al.</i> (2024)

\*D/N = dados não disponíveis.

Fonte: Autoria própria.

Em razão disso, não há microbiota padronizada para a kombucha. A duração do processo afeta a estabilidade e a atividade biológica da composição de sua comunidade

microbiana, que depende das condições de fermentação, como temperatura, tempo e escolha do fermentador. Durante a fermentação, a comunidade microbiana exibe variabilidade significativa devido às diferenças na composição do substrato, parâmetros ambientais e localização geográfica. As condições de fermentação, matérias-primas, fontes de açúcar e disponibilidade de oxigênio, desempenham papéis cruciais na formação da comunidade microbiana da kombucha (Li *et al.*, 2024; Morales, 2020).

A *Camellia sinensis* é tipicamente usado na produção de chás verdes e pretos. Estes diferem principalmente no grau de oxidação: o chá preto é totalmente oxidado, resultando em uma cor mais escura e sabor intenso, enquanto o chá verde é minimamente oxidado, retendo um maior teor fenólico e conferindo um perfil sensorial mais suave (Chen *et al.*, 2023).

Além disso, outros tipos de chá, como chá branco ou vermelho (um chá produzido a partir de folhas grande da *Camellia sinensis* secas ao sol) estão se tornando cada vez mais disponíveis no mercado (Bortolomedi *et al.*, 2022; Zheng *et al.*, 2024).

### 2.3.1 Processo de Fermentação

As propriedades da kombucha são substancialmente modificadas ao longo do processo de fermentação. Nos estágios iniciais, a adição da cultura iniciadora estabelece condições aeróbias, levemente ácidas e com elevada concentração de sacarose. Com o desenvolvimento da película na superfície, ocorre uma redução progressiva da oxigenação do líquido, principalmente devido ao consumo de oxigênio pela microbiota presente. O metabolismo desses microrganismos resulta ainda na diminuição da concentração de substratos e no acúmulo de ácidos orgânicos, levando à queda do pH (Martínez Leal *et al.*, 2018). O estágio final da fermentação é caracterizado pela formação de um biofilme plenamente desenvolvido que recobre a superfície da bebida, elevada densidade de leveduras e bactérias acéticas, baixas concentrações de substratos, maior acidez e condições predominantemente anaeróbias (Laureys *et al.*, 2020).

As interações simbióticas entre bactérias e leveduras são fundamentais para a manutenção do processo fermentativo. As leveduras são principalmente responsáveis pela produção de etanol e dióxido de carbono. As bactérias ácido-acéticas participam da oxidação periplásmica de álcoois, aldeídos, açúcares e polióis em condições aeróbias. Já as bactérias ácido-láticas são importantes produtoras de ácido lático e de outros metabólitos, como etanol, ácido acético, dióxido de carbono, diacetil e manitol (Yong *et al.*, 2025).

A sacarose é hidrolisada em glicose e frutose pela ação da enzima invertase, localizada no periplasma das células de levedura. Esses monossacarídeos são então metabolizados via glicólise, resultando na formação de etanol, dióxido de carbono e glicerol. O etanol produzido é posteriormente oxidado pelas bactérias ácido-acéticas, por meio das enzimas álcool desidrogenase e aldeído desidrogenase, gerando principalmente ácido acético, além de água e dióxido de carbono (Yong *et al.*, 2025).

As bactérias ácido-acéticas também podem converter a glicose em ácidos orgânicos, como os ácidos glicônico e glicurônico. Nesse processo, a frutose é menos consumida, podendo permanecer em maior concentração ao final da fermentação. Em contrapartida, o ácido acético acumulado estimula as leveduras a intensificarem a produção de etanol, mantendo o equilíbrio metabólico do sistema (Yong *et al.*, 2025).

Em ambientes com baixa concentração de etanol, é desencadeada a produção de celulose pelas bactérias ácido-acéticas. O crescimento dessas bactérias é estimulado pelas vitaminas e pelos nutrientes liberados durante a autólise das células de levedura, o que, por sua vez, aumenta a taxa de formação de celulose (De Miranda *et al.*, 2022). Adicionalmente, a presença de cafeína e de outras xantinas na kombucha pode favorecer a biossíntese de celulose, especialmente por *Komagataeibacter xylinus* (Yong *et al.*, 2025).

Devido a intensa formação de ácidos orgânicos durante a fermentação da kombucha, é fundamental que os recipientes utilizados sejam feitos de vidro ou aço inoxidável, a fim de evitar a corrosão. Além disso, a toxicidade de certos materiais já foi documentada em estudos que relatam casos de migração de compostos tóxicos de recipientes de chumbo e cerâmica para a kombucha durante a fermentação (Coelho *et al.*, 2020).

A presença e as quantidades de certos compostos químicos dependem dos microrganismos encontrados no SCOBY, parâmetros de fermentação (tempo e temperatura), concentração de sacarose e tipo de chá usado. Se a sacarose for usada como a principal fonte de carbono para a fermentação, o ácido acético será o metabólito predominante produzido. Se o processo de fermentação continuar por muito tempo, o pH cairá muito e o líquido se tornará impróprio para consumo (Bishop *et al.*, 2022).

Paralelamente, durante o processo de fermentação da kombucha, ocorre a produção da CB, um subproduto da produção, sintetizada extracelularmente por várias bactérias, especialmente *Komagataeibacter hansenii*, e considerada um biomaterial que

supera a celulose derivada de plantas em termos de pureza, resistência à tração e capacidade de retenção de água (Vera-Guerrero *et al.*, 2025; Zhao *et al.*, 2025).

## 2.5 HIDROGÉIS

Hidrogéis são compostos majoritariamente por água (98–99%) e por uma pequena fração de polímeros reticulados (0,1–2%), que formam uma estrutura tridimensional com ligações cruzadas entre as cadeias poliméricas. Essa configuração permite que absorvam e retenham grandes volumes de água sem se dissolverem. Além disso, podem ser funcionalizados com diversos componentes, como células, fármacos, fatores de crescimento, nutrientes e adjuvantes (Patel & Thareja, 2022; Tavakoli & Klar, 2020).

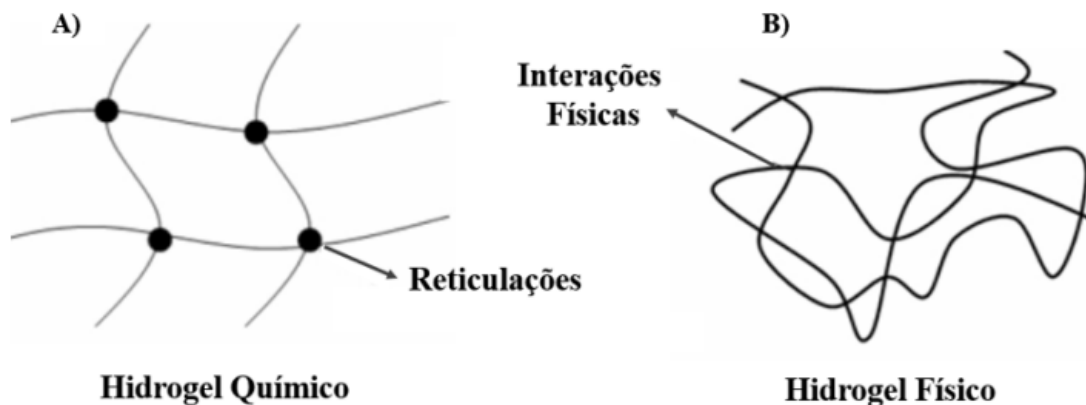
A insolubilidade dos hidrogéis em solução está relacionada à presença de micro e nanoporos em sua estrutura, os quais permitem a difusão de moléculas de diferentes 30 tamanhos através da matriz polimérica. Devido às suas propriedades notáveis, como flexibilidade, versatilidade de fabricação, ajuste de propriedades físico-químicas, memória de forma, excelente biocompatibilidade, biodegradabilidade e maciez semelhante à matriz extracelular, os hidrogéis têm despertado grande interesse na pesquisa científica e na indústria (Sharma *et al.*, 2025).

A reticulação ou crosslinking, é uma etapa na qual as ligações, reversíveis ou não, são estabelecidas entre moléculas poliméricas e agentes de reticulação. A densidade de ligações cruzadas, a composição química e a quantidade de grupos hidrofílicos do hidrogel definem suas propriedades, sendo classificados como físicos ou químicos, dependendo das ligações presentes entre as cadeias poliméricas (Pan *et al.*, 2023; Patel & Thareja, 2022).

As reticulações nos hidrogéis químicos (Figura 6A) ocorrem por meio das ligações covalentes e intermoleculares, enquanto os hidrogéis físicos (Figura 6B), ocorrem por meio de ligações iônicas ou de hidrogênio. Este método de reticulação é simples e fácil de implementar, e os hidrogéis obtidos são geralmente reversíveis e autocuráveis. Os hidrogéis modificados fisicamente são obtidos por processos como aquecimento ou resfriamento da solução polimérica, cristalização, interações iônicas, ligações de hidrogênio, maturação ou agregação induzida pelo calor, e podem ter sua estrutura em rede dissolvida quando submetido a um estímulo interno, como por exemplo, mudança de pH, mudança de temperatura, solução salina, entre outros. Por outro lado, os hidrogéis com reticulação química são sintetizados através de reações de adição, condensação, polimerização por radicais livres, radiação de alta energia ou reações

enzimáticas, e são responsáveis por impedir a dissolução de hidrogéis no solvente (Agrawal & Hussain, 2023; Chen *et al.*, 2025; Liao *et al.*, 2025).

**Figura 6** - Representação da estrutura de hidrogel: **A)** químico; **B)** físico.



Fonte: Aouada; Mattoso, 2009.

### 2.5.1 Classificação dos Hidrogéis

A classificação do hidrogel varia de acordo com sua composição, método de reticulação empregado, carga elétrica e interações intermoleculares. A composição desses materiais pode ser natural, sintética ou híbridos.

#### 2.5.1.1 Hidrogéis Naturais

Polímeros naturais como polissacarídeos e proteínas, possuem boa biocompatibilidade e biodegradabilidade, tornando-os uma escolha ideal para a fabricação de hidrogéis. Os polissacarídeos utilizados na fabricação de hidrogéis são, a quitosana, o alginato (Silva *et al.*, 2022), a celulose (Zainal *et al.*, 2021) e o ácido hialurônico (Wu *et al.*, 2025), bem como os seus derivados.

A abundância de grupos hidroxila e/ou outros grupos funcionais (amino, carboxila etc.) nas cadeias dos polissacarídeos oferece diversas oportunidades para a preparação de hidrogéis à base de polímeros por meio de reticulação química ou física. Proteínas, incluindo colágeno, gelatina e fibroína, são essencialmente polímeros de aminoácidos (Zhao *et al.*, 2023).

Acredita-se que as proteínas possam formar fibrilas com largura nanométrica e comprimento micrométrico por meio de forças intermoleculares e/ou intramoleculares (como ligações de hidrogênio, interações eletrostáticas e efeitos hidrofóbicos) e, além

disso, formar hidrogéis tridimensionais por meio de auto-organização e entrelaçamento sob condições apropriadas (Zhao *et al.*, 2023).

#### 2.5.1.2 Hidrogéis Sintéticos

Ao contrário dos hidrogéis naturais, os hidrogéis sintéticos podem ser obtidos a partir de polímeros sintéticos, como a poliacrilamida (Li & Chen, 2025), polietilenoglicol (Patel & Thareja, 2022) e o álcool polivinílico (Agrawal & Hussain, 2023) e, portanto, as propriedades dos hidrogéis sintéticos podem ser controladas com precisão por meio da síntese química.

A biocompatibilidade desses hidrogéis depende do polímero específico e da química de reticulação utilizada. Modificações podem ser feitas para aumentar a biocompatibilidade, e a biofuncionalização pode ser aplicada para melhorar as interações celulares. Além disso, eles também oferecem controle superior sobre as propriedades mecânicas, que podem ser projetadas para imitar uma ampla gama de rigidez tecidual, tornando-os adequados para aplicações onde o suporte mecânico é crucial (Agrawal & Hussain, 2023).

#### 2.5.1.3 Hidrogéis Híbridos

Além dos hidrogéis naturais e sintéticos, os hidrogéis híbridos também podem ser preparados combinando componentes de fontes naturais e sintéticas, aproveitando as vantagens de cada tipo de material. Os hidrogéis híbridos geralmente buscam um equilíbrio entre hidrogéis naturais e sintéticos, visando melhorar a imprimibilidade ao combinar as vantagens de ambos os tipos de materiais. Eles também podem aproveitar a biocompatibilidade dos componentes naturais, introduzindo elementos sintéticos controlados para aprimorar as propriedades mecânicas e a estabilidade. Além disso, esses hidrogéis visam combinar as vantagens mecânicas dos materiais sintéticos com a biocompatibilidade dos materiais naturais, oferecendo uma abordagem equilibrada para aplicações que exigem ambas as propriedades (Agrawal & Hussain, 2023).

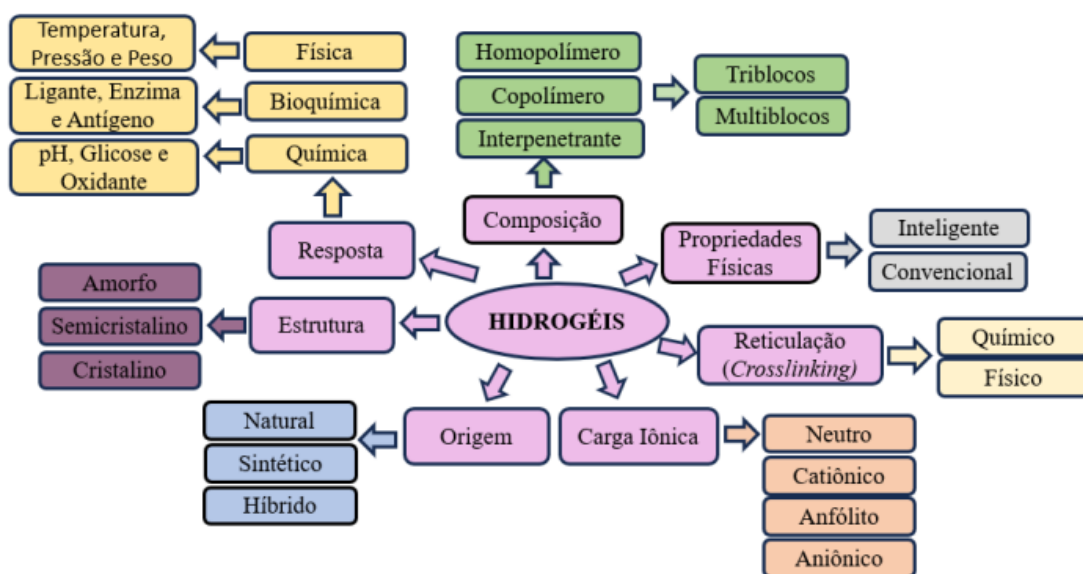
Tang *et al.* (2019) exploraram o domínio dos hidrogéis híbridos para cultura celular tridimensional e empregaram estereolitografia para criar estruturas de aerogel de nanocelulose/PEGDA, introduzindo assim a capacidade de ajuste do módulo dessas estruturas. Essa investigação é de notável importância nos campos da engenharia de tecidos e da medicina regenerativa, pois fornece uma plataforma para o cultivo celular 3D, emulando efetivamente ambientes de tecidos naturais.

Cao *et al.* (2021), também exploraram o potencial de hidrogéis híbridos antibacterianos como uma ferramenta robusta para combater infecções microbianas.

Já propriedades como maciez, tenacidade e elasticidade podem ser modificadas por meio da alteração de monômeros, das condições de reações, do grau de reticulação e o tipo de reticulador utilizado (Sharma *et al.*, 2025).

A Figura 7 apresenta a grande variedade de formas, nas quais o hidrogel pode ser classificado, seja por suas propriedades físicas, química ou biológicas.

**Figura 7** - Classificação de hidrogéis com base em diferentes propriedades.



Fonte: Adaptado de Almeida; Gimenez (2022).

Os hidrogéis sintéticos apresentam uma ótima propriedade mecânica, capacidade de reter maior quantidade de água e vida útil mais longa, entretanto, devido suas desvantagens como baixa biodegradabilidade e biocompatibilidade, apresenta um processo de síntese complexo e pode impactar o meio ambiente. Em virtude disso, os hidrogéis naturais vêm ganhando destaque, devido à sua biodegradabilidade, biocompatibilidade, toxicidade, uso de matérias-primas renováveis e baixo custo (Li *et al.*, 2024).

Em 1960, os cientistas Otto Wichterle e Drahoslav Lim foram pioneiros no estudo e na síntese dos hidrogéis, utilizando o poli (2-hidroxietil metacrilato), um material polimérico transparente com a capacidade de absorver até 40% de seu peso em água, formando um gel coloidal. Juntamente com o diacrilato de etileno, eles desenvolveram os primeiros materiais destinados ao uso em lentes de contato, estabelecendo assim um

marco no desenvolvimento dos biomateriais. O caráter hidrofílico dos hidrogéis é atribuído à presença de grupos funcionais em sua estrutura tridimensional, como OH, COOH, SO<sub>3</sub>H, CONH<sub>2</sub>, entre outros, que possuem grande afinidade com a água. As reticulações na cadeia polimérica podem ocorrer por diferentes tipos de ligações, como covalentes, dipolo-dipolo, van der Waals, eletrostáticas, entre outras (Almeida; Gimenez, 2022).

### **2.5.2 Aplicações**

Com suas características únicas, composições diversas e métodos de reticulação ajustáveis, os hidrogéis se tornaram materiais inestimáveis, com uma vasta gama de aplicações, compreendendo as indústrias farmacêutica e biomédica, além da agricultura, dentre outras, promovendo inovação e influenciando vários aspectos da vida contemporânea.

Em aplicações ecológicas e superabsorventes, tanto o alto teor de água quanto a elevada tenacidade são características essenciais dos hidrogéis. O alto teor de água contribui para a redução do uso de componentes poliméricos potencialmente prejudiciais ao meio ambiente ou de alto custo, enquanto a elevada tenacidade garante a capacidade dos hidrogéis de resistir à propagação de trincas (Wu *et al.*, 2025).

A seguir a Tabela 3, fornece um resumo das diversas propriedades dos hidrogéis, juntamente com suas respectivas aplicações.

**Tabela 3** - Descrição das diversas aplicações dos hidrogéis.

<b>Aplicações</b>	<b>Descrição</b>	<b>Referencias</b>
<b>Curativos para feridas</b>	Queimaduras, feridas com exsudação, enxertos de pele, úlceras superficiais.	Tavakoli e Klar, 2020
<b>Elétrico/condutividade</b>	Monitoramento, dispositivos elétricos flexíveis e vestíveis.	Zhuang <i>et al.</i> , 2026
<b>Remediação ambiental / Adsorção de metais</b>	Tratamento de água, remediação de solos.	Mia <i>et al.</i> , 2025
<b>Sensores</b>	Monitorar atividade motoras, detectar sinais fisiológicos.	Huang <i>et al.</i> , 2025
<b>Engenharia de tecidos</b>	Regeneração óssea e cartilaginosa	Tian <i>et al.</i> , 2025
<b>Fármacos</b>	Administração de fármacos e aplicações, liberação modificada de fármacos.	Habib <i>et al.</i> , 2026 An <i>et al.</i> , 2025
<b>Arcabouços</b>	Reparo de ligamentos.	Wang <i>et al.</i> , 2025

**Fonte:** Autoria própria.

Diante desse cenário, observa-se que os hidrogéis estão em ascensão e têm sido desenvolvidos e estudados para aplicação em diversas áreas como engenharias, liberação modificada de fármacos, biossensores, biocombustíveis, adesivos médicos, dentre outras (Taira *et al.*, 2018).

Todavia, faz-se necessário buscar alternativas que permitam o desenvolvimento de hidrogéis com boa capacidade de absorção, boas propriedades mecânicas, e que sejam biodegradáveis. A CB é uma excelente candidata para essa finalidade e, de acordo com algumas literaturas, é considerada um hidrogel (Deng *et al.*, 2024).

### 2.5.3 Classificação da CB como hidrogel, de acordo com a literatura

Os hidrogéis têm se expandido em diversas áreas, desde a biomedicina até à engenharia de materiais, devido às suas propriedades únicas, como a alta capacidade de retenção de água e a biocompatibilidade.

No entanto, a literatura apresenta controvérsias a respeito da classificação dos diferentes tipos. Enquanto alguns pesquisadores abordam os hidrogéis com base na sua composição e estrutura, outros consideram a funcionalidade e os métodos de obtenção. Essas divergências de critérios são evidentes quando se trata da celulose bacteriana. A seguir, são apresentadas algumas definições, segundo alguns autores.

#### 2.5.3.1 Hidrogel de CB a Partir de Modificações

Rodrigues *et al.* (2024) consideram a celulose bacteriana (CB) um tipo de hidrogel, obtido a partir de fragmentos residuais ou sobras de sua produção, que são submetidos a um processo de moagem para formar o material gelificado.

De Carvalho *et al.* (2025) também produziram hidrogel de CB, cortando o material em pequenos pedaços (2 cm<sup>2</sup>) e homogeneizando-os em um mixer, resultando em uma estrutura com características de hidrogel.

Shuangshuanghu *et al.* (2024) desenvolveram um hidrogel de CB incorporado com PVA e bórax, preparado em solução de NaCl. Utilizaram o efeito de salinização para auxiliar na estratégia de congelamento-degelo (direcional e não direcional), obtendo um hidrogel com alta resistência à tração, condutividade iônica e resistência ao congelamento.

Gao *et al.* (2025) sintetizaram CB biofuncionalizada com amônio quaternário e aldeído, utilizada na formulação de hidrogéis de rede dupla, incorporando tiol-alginato e carboximetilquitosana. O material resultante apresentou propriedades de autocicatrização, injetabilidade, excelente biocompatibilidade e eficiência antioxidante, demonstrando potencial para aplicações em reparo de feridas.

#### 2.5.3.2 Hidrogel a Partir da Obtenção da CB

Li *et al.* (2025), obtiveram o hidrogel da CB a partir de síntese com a bactéria *Acetobacter xylinum* em um meio de cultura estático, por um período de 14 dias a 30 °C.

Em suas pesquisas, Liao *et al.* (2025) cultivaram a bactéria *Komagataeibacter hansenii* ATCC 53582 em um meio de cultura contendo 2% de glicose, 0,5% de tripton, e

0,5% de extrato de levedura, 0,27% de fosfato de sódio dibásico e 0,115% ácido cítrico, mantido por 7 dias a 30 °C, em um recipiente de formato cilíndrico, para obtenção do hidrogel.

Saleh *et al.* (2024), prepararam um inóculo padronizado com a colônia *Lactiplantibacillus plantarum* AS.6, cultivada em meio padrão Hestrin e Schramm. Posteriormente, produziram a CB com 11% do inóculo padronizado, o qual foi transferido para um meio estéril otimizado contendo 15 g/L de glicose, 13 g/L de extrato de levedura, 1 g/L de sulfato de magnésio, 4 g/L de di-hidrogenofosfato de potássio e 7 mL/L de etanol, ajustado para pH 7,2, sob condições estáticas a 30°C por 8 dias. Após esse período, a CB foi colhida e submetida a múltiplas lavagens e tratada com uma solução de NaOH. Essa membrana colhida e purificada é considerada um hidrogel.

Takayama e Kondo (2023), consideram a CB como um hidrogel devido à sua semelhança com um gel produzido por microrganismo, caracterizado por sua estrutura de rede tridimensionais (3D) e por apresentar alta capacidade de retenção de água.

Li *et al.* (2023) definem a CB como um hidrogel de polímero natural, produzido por certos tipos de bactérias, devido à alta capacidade de retenção de água, alta pureza química e redes 3D de nanofibrilas.

Pan *et al.* (2023) também a consideram um hidrogel natural, possuindo fibras de alta resistência proporcionando propriedades mecânicas mais robustas, compensando as deficiências dos hidrogéis naturais tradicionais, como baixa resistência e tenacidade. Além disso, a CB possui um diâmetro de fibra menor (cerca de 10-100 nm) e uma alta cristalinidade, o que pode formar uma estrutura de rede 3D precisa e sólida.

Meng *et al.* (2024) desenvolveram um hidrogel à base de CB com propriedades antibacterianas. Essas características foram obtidas por meio do enxerto de um sal de amônio quaternário de midazol em uma dispersão de CB. Essa dispersão foi então adicionada ao meio de fermentação de bactérias produtoras de CB, resultando na formação de hidrogéis com propriedades antibacterianas aprimoradas.

Como demonstrado, alguns estudos consideram a CB um hidrogel em sua forma natural, devido à sua estrutura altamente hidratada. Outros, no entanto, a classificam como hidrogel apenas após modificações específicas que conferem propriedades desejadas.

Essa divergência, somada à variedade de critérios de classificação existentes, evidencia a necessidade de uma análise mais aprofundada para compreender as diferentes

abordagens no uso desse material. Nesse contexto, a metodologia a seguir descreve os procedimentos adotados para investigar e esclarecer essas distintas interpretações.

## 2.6 REAGENTES UTILIZADOS

### 2.6.1 Açúcar Demerara

O açúcar, ou sacarose, constitui um importante componente presente na formulação de geleias. Trata-se de um dissacarídeo formado pela união de dois monossacarídeos:  $\alpha$ -glicose e frutose. Esse composto pode ser encontrado naturalmente na cana-de-açúcar e também em outros vegetais, como beterraba, sorgo e milho sacarino. Na cana-de-açúcar madura, a sacarose encontra-se em elevada concentração, enquanto a  $\alpha$ -glicose e a frutose aparecem apenas em pequenas quantidades (Elias e Vasconcelos, 2017).

Entre os diferentes tipos de açúcar obtidos da cana-de-açúcar destaca-se o açúcar demerara, que apresenta coloração mais escura quando comparado ao açúcar cristal. Essa característica está relacionada ao seu processo de produção, que não inclui todas as etapas de refino. Durante o processamento, o açúcar demerara não passa pelo processo de sulfitação, utilizado para purificação e branqueamento, e também não é lavado com água na centrífuga. Como consequência, mantém parte dos compostos naturais da cana-de-açúcar, como vitaminas, sais minerais e resíduos de melaço (Elias e Vasconcelos, 2017).

Esse tipo de açúcar caracteriza-se por apresentar cristais envolvidos por uma película aderente de mel e melaço residual da própria cana-de-açúcar, o que influencia suas propriedades físicas e químicas. Essa película confere ao produto menor polarização, variando entre 96,5°S e 98,5°S, além de contribuir para sua coloração mais escura e textura levemente úmida. O teor de água do açúcar demerara, resultante do processo de centrifugação, situa-se geralmente entre 0,5% e 2% (Machado, 2016).

Outra característica marcante desse produto é sua textura mais firme, que dificulta sua dissolução rápida quando comparado a açúcares mais refinados. Além disso, os cristais não escoam com facilidade devido à presença de umidade e à camada de melaço que os envolve. Em termos de composição, o açúcar demerara deve conter, no mínimo, 96% de sacarose (Machado, 2016).

Assim, o açúcar demerara diferencia-se dos açúcares mais refinados por manter maior quantidade de compostos naturais da cana-de-açúcar e por apresentar características físico-químicas particulares decorrentes de seu processo de produção. Ele é amplamente utilizado no preparo de pães, biscoitos e doces e passa apenas por uma

clarificação leve, conhecida como caleagem, realizada com hidróxido de cálcio. Seus grãos apresentam coloração marrom-clara devido à camada de melado que envolve os cristais, e seu sabor é mais intenso em comparação com outros tipos de açúcar, em razão da presença de melaço (Elias e Vasconcelos, 2017).

### **2.6.2 Açúcar Refinado**

A sacarose é geralmente utilizada em sua forma refinada e/ou cristalina. Esse açúcar branco refinado é produzido industrialmente a partir da beterraba sacarina ou da cana-de-açúcar. Após a extração, purificação, evaporação e cristalização do caldo de cana, esse açúcar passa por diferentes estágios de refinação, nos quais pode perder alguns minerais. Em seguida, são adicionados aditivos como clarificantes e conservantes, que permanecem nos produtos e diminuem a qualidade nutricional (Arshad *et al.*, 2022).

A purificação do açúcar cristal branco resulta no açúcar branco refinado, que se caracteriza por grãos que se dissolvem facilmente em bebidas e outras preparações. Para torná-lo mais branco, são utilizados aditivos químicos como o enxofre durante o processamento (Curi *et al.*, 2017).

Na produção e refino em larga escala, produtos químicos como hidróxido de cálcio, cal, ácido fosfórico, agentes branqueadores e descolorantes em concentrações e consistências variáveis são geralmente responsáveis pelas impurezas do açúcar refinado branco (Arshad *et al.*, 2022).

O açúcar refinado de beterraba ou cana pode tipicamente conter quantidades significativas de impurezas solúveis e/ou insolúveis orgânicas e inorgânicas que alteram, no geral, sua qualidade e valor de mercado. A contribuição da matéria insolúvel em água no açúcar é bastante alta e é tipicamente afetada pelas condições locais dos processos tecnológicos, ou seja, auxiliares e aditivos. Os principais elementos dessa matéria insolúvel são Ca e Fe (cerca de 30% do total), que estão presentes como  $\text{CaCO}_3$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , respectivamente. Os 70% restantes da matéria insolúvel são presumidos como compostos por algumas impurezas orgânicas e/ou silicatos (Pohl e Steck, 2011).

### **2.6.3 Ácido Cítrico**

O ácido cítrico é um ácido tricarbóxico hidrossolúvel natural, amplamente utilizado devido à sua facilidade de extração e às suas diversas aplicações industriais. Na indústria alimentícia, atua como conservante, antioxidante e regulador de pH em alimentos congelados e processados. Além disso, seu baixo pH o torna apropriado para

formulações adstringentes em cosméticos e em outros produtos químicos. Devido às suas propriedades ecológicas e biodegradáveis, o ácido cítrico também tem sido reconhecido como um importante ingrediente verde em formulações de detergentes. Na aquicultura, é empregado como acidificante e intensificador de palatabilidade em rações, contribuindo para o crescimento de organismos aquáticos e para a melhoria do retorno econômico da produção (Dudeja *et al.* 2023).

Dados recentes de mercado indicam que a produção global de ácido cítrico atingiu cerca de 3 milhões de toneladas em 2024, com projeção de crescimento para aproximadamente 3,7 milhões de toneladas até 2033, representando uma taxa de crescimento anual composta (CAGR) de 2,5%. Esse cenário evidencia o elevado potencial econômico associado à produção e recuperação de ácido cítrico, especialmente a partir de resíduos e subprodutos agroindustriais (Lin *et al.*, 2026).

Quimicamente, o ácido cítrico (AC), também denominado ácido 2-hidroxi-1,2,3-propanotricarboxílico ( $C_6H_8O_7$ ), é um ácido tricarboxílico cristalino descoberto por Carl Wilhelm Scheele em 1784 a partir do suco de limão. Esse composto e seus sais desempenham papel fundamental em processos metabólicos celulares, especialmente no ciclo do ácido tricarboxílico, também conhecido como ciclo de Krebs, responsável pela produção de energia nas células vivas (Dudeja *et al.* 2023).

Devido às suas propriedades químicas, o ácido cítrico é amplamente utilizado na indústria alimentícia como acidulante, conservante, emulsificante, aromatizante, sequestrante de íons metálicos e agente tamponante. Além disso, estudos recentes indicam sua aplicação como agente de reticulação na produção de materiais biopoliméricos, incluindo filmes de polissacarídeos e outros sistemas poliméricos. Nesses materiais, o ácido cítrico apresenta a vantagem adicional de ser nutricionalmente aceitável e de atuar como plastificante quando parte do composto permanece não reagida (Mali *et al.*, 2018).

Mais recentemente, o ácido cítrico tem despertado grande interesse como agente de reticulação devido ao seu baixo custo, baixa toxicidade e elevada eficiência na modificação e estabilização de materiais polissacarídico. Atualmente, é produzido comercialmente principalmente por fermentação microbiana da glicose utilizando fungos (Dudeja *et al.* 2023).

O ácido cítrico tem sido amplamente explorado como agente de reticulação na formação de diversos materiais biopoliméricos baseados em polímeros de carboidratos, como amido, pectina e hemicelulose. Esses sistemas incluem bioplásticos, hidrogéis,

filmes e compósitos, os quais apresentam potencial aplicação em diferentes áreas, como embalagens biodegradáveis, biomateriais e sistemas de liberação controlada de substâncias (Dudeja *et al.* 2023).

#### 2.6.4 Cloreto de Calcio

O cloreto de cálcio ( $\text{CaCl}_2$ ) é um composto inorgânico amplamente utilizado em diversas áreas devido às suas propriedades físico-químicas singulares. Trata-se de um sal iônico formado por íons cálcio ( $\text{Ca}^{2+}$ ) e cloreto ( $\text{Cl}^-$ ), caracterizado por alta solubilidade em água e forte comportamento higroscópico, ou seja, capacidade de absorver umidade do ambiente. Essa característica está diretamente relacionada à sua estrutura e à elevada afinidade dos íons cálcio por moléculas de água, formando diferentes estados hidratados, o que contribui para sua ampla aplicabilidade industrial e tecnológica (Pradhan *et al.*, 2024).

Do ponto de vista físico-químico, o  $\text{CaCl}_2$  apresenta elevada solubilidade e libera calor durante sua dissolução em água, um processo exotérmico que favorece seu uso em sistemas térmicos e industriais. Além disso, suas propriedades como agente dessecante e sua capacidade de reduzir o ponto de congelamento da água tornam-no adequado para aplicações em refrigeração, armazenamento térmico e processos de desumidificação. Estudos recentes destacam que essas propriedades estão associadas à sua eficiência em sistemas de armazenamento de energia térmica e processos de sorção, sendo considerado um material de baixo custo e alta disponibilidade (N'Tsoukpoe *et al.*, 2015).

Pesquisas demonstram que soluções contendo  $\text{CaCl}_2$  promovem o fortalecimento da parede celular vegetal por meio da interação entre íons cálcio e pectinas, reduzindo o amolecimento e prolongando a vida útil dos alimentos. Além disso, sua aplicação contribui para a redução de danos fisiológicos e estresse oxidativo durante o armazenamento.

Além disso, o  $\text{CaCl}_2$  tem sido explorado em aplicações emergentes, como na produção de filmes biodegradáveis e biomateriais. Pesquisas recentes indicam que sua adição pode alterar propriedades microestruturais e mecânicas de matrizes poliméricas, como proteínas e polissacarídeos, promovendo maior estabilidade estrutural por meio de interações iônicas. Esse comportamento também é amplamente explorado em sistemas de encapsulação, como em hidrogéis de alginato, nos quais o cálcio atua como agente de reticulação (Kowalczyk; Kazimierczak 2024).

Dessa forma, o cloreto de cálcio destaca-se como um composto versátil, de baixo custo e elevada eficiência. Sua importância científica e tecnológica permanece crescente, especialmente em aplicações sustentáveis e inovadoras.

### 2.6.5 Carboximetilcelulose

A carboximetilcelulose (CMC), um dos primeiros e mais amplamente utilizados derivados da celulose, tem sido um material de grande relevância desde o século XX. Sua solubilidade em água, não toxicidade, biocompatibilidade e biodegradabilidade a tornam ideal para diversas aplicações (Zineb *et al.*, 2026).

A carboximetilcelulose (CMC) é um derivado aniônico da celulose amplamente utilizado em diversas áreas industriais, farmacêuticas e alimentícias devido às suas propriedades funcionais e versatilidade. Quimicamente, a CMC é obtida pela modificação da celulose natural por meio da introdução de grupos carboximetil ( $-\text{CH}_2\text{-COOH}$ ) em suas unidades de glicose, resultando em um polímero hidrossolúvel. Essa modificação ocorre geralmente pela reação da celulose com hidróxido de sódio e ácido monocloroacético, promovendo substituições nos grupos hidroxila da cadeia celulósica. O grau de substituição (GS), que indica o número médio de grupos carboximetil por unidade de glicose, é um dos principais fatores que influenciam suas propriedades físico-químicas e desempenho em aplicações específicas (Kong *et al.*, 2024).

Do ponto de vista estrutural, a CMC mantém a estrutura da celulose, composto por unidades de  $\beta$ -D-glicose ligadas por ligações glicosídicas  $\beta(1\rightarrow4)$ , mas apresenta maior desordem estrutural devido à introdução dos grupos carboximetil. Essa alteração reduz as interações intermoleculares entre cadeias, aumentando a solubilidade em água e permitindo a formação de soluções viscosas e estáveis. Além disso, a presença de grupos carregados negativamente confere à CMC comportamento polieletrólito, permitindo interações com íons e outras macromoléculas, o que amplia sua aplicabilidade em sistemas complexos (Rahman *et al.*, 2021).

A CMC apresenta propriedades reológicas importantes, como elevada capacidade de retenção de água, formação de géis e comportamento pseudoplástico, sendo amplamente utilizada como agente espessante, estabilizante e emulsificante. Em sistemas alimentícios, sua aplicação contribui para a melhoria da textura, estabilidade e vida útil de produtos, sendo comum em sorvetes, molhos e produtos panificados. Na indústria farmacêutica, é empregada como excipiente em formulações de comprimidos, atuando

como agente ligante, desintegrante e controlador de liberação de fármacos (De Lima *et al.*, 2023; Ramakrishnan *et al.*, 2024).

Dessa forma, a carboximetilcelulose destaca-se como um polímero funcional de ampla aplicabilidade, cujas propriedades podem ser ajustadas por modificações químicas e condições de processamento, consolidando seu papel em setores tradicionais e em tecnologias emergentes.

## **CAPÍTULO 2**

---

### *Motivação e Objetivos*

### **3 MOTIVAÇÃO**

A celulose bacteriana (CB), frequentemente descartada como resíduo, é um material de alto valor agregado com potencial para aplicações sustentáveis.

Sua produção biotecnológica e a ausência de lignina e hemicelulose resultam em elevada pureza, reduzindo a necessidade de purificação e ampliando suas aplicações.

O ácido cítrico (AC) e a carboximetilcelulose (CMC) foram escolhidos como modificadores por serem biodegradáveis, renováveis e não tóxicos, estando alinhados aos princípios da química verde.

Quanto às fontes de carbono, o açúcar refinado apresenta baixo custo, alta disponibilidade e favorece uma fermentação mais previsível.

O açúcar demerara, por ser menos processado, contém minerais e compostos que podem influenciar o metabolismo microbiano e afetar a produtividade ou a estrutura da celulose.

Assim, este trabalho propõe produzir hidrogéis à base de celulose bacteriana modificada com ácido cítrico e CMC, avaliando a influência do tipo de açúcar nas propriedades finais do material.

## 4 OBJETIVOS

### 4.1 GERAL

O objetivo geral desse trabalho consiste em realizar estudo de otimização de parâmetros para a obtenção de hidrogéis de celulose bacteriana derivada da kombucha (HCBK), por meio de planejamento fatorial.

### 4.2 ESPECÍFICOS

Objetivos específicos consistem:

- Estabelecer metodologia de obtenção de membranas de celulose bacteriana de kombucha a partir de um planejamento fatorial;
- Obter membranas de celulose bacteriana derivada da kombucha em meios de cultura contendo chá verde;
- Produzir hidrogéis de celulose bacteriana por reticulação iônica e reticulação química;
- Realizar teste de intumescimento e dessecção dos hidrogéis;
- Caracterizar os hidrogéis por meio de FTIR, MEV, DRX e TG;

**CAPÍTULO 3**

---

*Materiais e Procedimento Experimental*

## 5 MATERIAIS E PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

### 5.1 MATERIAIS

Para o preparo do meio de cultura utilizado na obtenção da celulose bacteriana da kombucha, utilizou-se chá verde (folhas e brotos) da marca *Yamamotoyama*, água mineral da marca @Crystal, da empresa Coca-Cola Company, açúcar demerara orgânico da marca Native, açúcar refinado da marca União, SCOBY e starter (chá fermentado por mais de 30 dias) doados pela empresa Ventanila Kombucha (Sorocaba, Brasil).

As vidrarias utilizadas foram limpas e desinfetadas com Álcool 70 °C INPM, da marca Facilita, adquirido em drogaria local.

Para a purificação da membrana de celulose da kombucha utilizou-se água destilada e solução de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 M da empresa Quimibrás Indústrias Químicas S.A.

Para o processo de produção dos hidrogéis, foram utilizados tais reagentes: carboximetilcelulose (CMC) da empresa Sigma Life Science, ácido cítrico anidro PA da empresa Êxodo Científica, bicarbonato de sódio P.A da empresa Indústria e Comércio de Produtos Químicos Ltda., cloreto de cálcio em escamas da empresa Casa dos Químicos, água destilada e agente antimicrobiano Nipaguard SCE da empresa Engenharia das Essências.

Os equipamentos laboratoriais utilizados neste trabalho contemplam Estufa de cultura bacteriológica (MOD. 216), agitador mecânico da marca Nova (modelo NI 1137), balança analítica, placa aquecedora da marca Nova (NI 1103). Os equipamentos de análises são descritos em tópicos específicos para cada técnica de caracterização.

## 5.2. NOMENCLATURA DAS AMOSTRAS

A Tabela 4 apresenta a descrição das amostras estudadas, bem como suas respectivas siglas.

**Tabela 4** - Denominação das amostras analisadas nesse trabalho.

<i>Siglas</i>	<i>Amostras (m/v)</i>
<b>CBK</b>	Celulose bacteriana da Kombucha
<b>D 2,5%</b>	Demerara 2,5%
<b>D 10%</b>	Demerara 10%
<b>R 2,5%</b>	Refinado 2,5%
<b>R 10%</b>	Refinado 10%
<b>HCMC/CaCl<sub>2</sub></b>	Hidrogel reticulado com CMC e CaCl <sub>2</sub>
<b>HAC</b>	Hidrogel reticulado com ácido cítrico

Fonte: Autoria própria.

## 5.3 PLANEJAMENTO FATORIAL PARA PRODUÇÃO DOS HIDROGÉIS

Adotou-se um planejamento fatorial  $2^3$ , que permite avaliar simultaneamente os efeitos principais e as interações entre três fatores, cada um com dois níveis.

O bioprocesso de produção de CBK, assim como qualquer processo microbiológico, é complexo, devido ao grande número de variáveis envolvidas e à falta de correlações entre os fatores. Portanto, as variáveis independentes foram escolhidas pelas seguintes razões: a variação do substrato no meio pode interferir diretamente no metabolismo microbiano, aumentando ou inibindo a produção do biopolímero, assim como variações na concentração e no tipo de açúcar, bem como na concentração do chá utilizado, influenciam a composição química e microbiológica da CBK (Coelho *et al.*, 2020).

Nesse caso, utilizou-se 3 variáveis independentes (fatores): concentração de açúcar, tipo de açúcar e tempo (dias) de cultura, sendo que os níveis inferiores e superiores foram representados por -1 e +1, respectivamente, conforme indicado na Tabela 5.

O objetivo foi avaliar quais combinações proporcionam as melhores espessuras, visando a aplicabilidade em soluções ambientais.

**Tabela 5 - Delineamento Fatorial 2<sup>3</sup>.**

<b>Fator</b>	<b>Descrição</b>	<b>Nível -1</b>	<b>Nível +1</b>
<b>A</b>	Tipo de açúcar	Refinado	Demerara
<b>B</b>	Concentração de açúcar	2,5	10
<b>C</b>	Dias	7	21

**Fonte:** Autoria própria.

Os fatores e seus respectivos níveis foram então analisados sem ponto central, uma vez que o “tipo de açúcar” é caracterizado como fator qualitativo.

Foram realizadas combinações experimentais (2<sup>3</sup>), cada uma correspondendo a um ensaio distinto, totalizando oito experimentos, apresentada na Tabela 6, conforme a identificação das amostras.

**Tabela 6 - Identificação das amostras.**

<b>Amostras</b>	<b>Tipo de Açúcar</b>	<b>Concentração (g/L)</b>	<b>Dias</b>
CBK R2,5%	Refinado	2,5	7
CBK D2,5%	Demerara	2,5	7
CBK R10%	Refinado	10	7
CBK D10%	Demerara	10	7
CBK R2,5%	Refinado	2,5	21
CBK D2,5%	Demerara	2,5	21
CBK R10%	Refinado	10	21
CBK D10%	Demerara	10	21

**Fonte:** Autoria própria.

#### 5.4 ANÁLISES DOS DADOS

Realizou-se o cálculo dos efeitos principais (A, B, C) e das interações (AB, AC, BC, ABC), a fim de identificar o impacto de cada fator na resposta com 7 efeitos possíveis.

Os efeitos das variáveis independentes foram calculados no software gratuito Octave, com a seguinte entrada: **[efeito, porc] = fabi\_efeito(X,y,erro\_efeito,t)**. Na qual o erro de um efeito e o valor de t foram 0, pois não foram realizadas réplicas para o cálculo do erro do efeito.

A porcentagem dos efeitos foi calculada por meio da equação 1.

$$\text{Porcentagem do efeito} = \frac{\text{Efeito}}{\Sigma(\text{Efeitos}^2)} \times 100 \quad (1)$$

#### 5.5 METODOLOGIA PARA OBTENÇÃO DAS MEMBRANAS DE CELULOSE BACTERIANA.

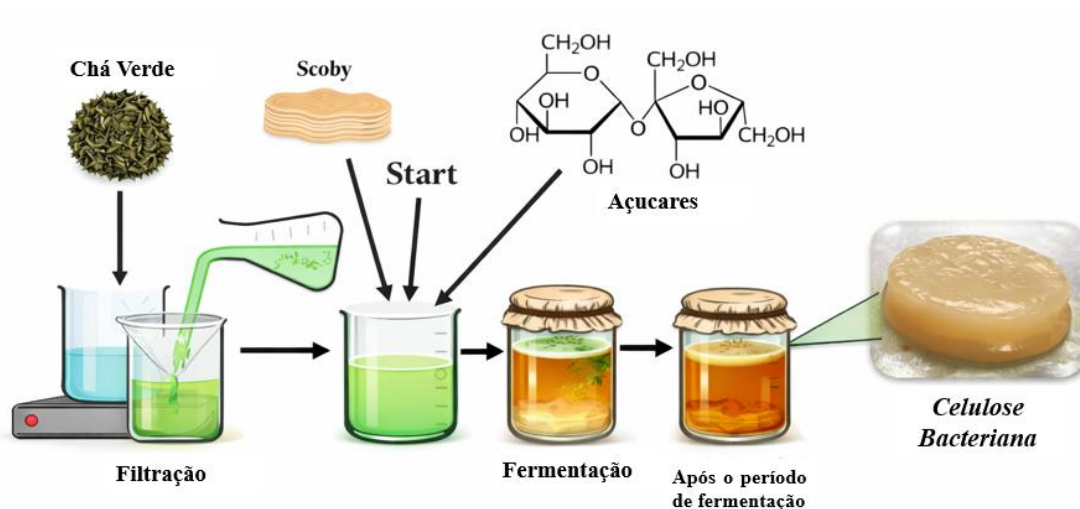
Para cada combinação de fatores, a fermentação foi realizada sob condições específicas. Com o objetivo de identificar as melhores condições para a produção de hidrogel a partir das membranas de celulose bacteriana da kombucha, realizou-se o procedimento de obtenção das membranas conforme descrito a seguir.

Para a produção do chá, iniciou-se à fervura de 1 L de água mineral. Em seguida, foram adicionados 10 g de chá verde (*Camellia sinensis*), e o sistema foi mantido em infusão por 5 minutos. Posteriormente, o chá foi filtrado e deixado em repouso até atingir a temperatura ambiente.

O chá resfriado foi então dividido em alíquotas de 100 mL em béqueres, aos quais foram adicionados 10 g dos diferentes tipos de açúcar (demerara e refinado), completamente solubilizados. Para a inoculação, foram adicionados 10 mL do starter da Kombucha já fermentado e 20 g de SCOBY. Os recipientes foram fechados com papel filtro e mantidos à temperatura ambiente durante o período de fermentação, resultando na formação de novas membranas.

Na Figura 8 apresenta-se um esquema ilustrativo do procedimento adotado para a obtenção das membranas.

**Figura 8** - Representação esquemática referente a obtenção das membranas de celulose bacteriana da kombucha.



Fonte: Autoria própria.

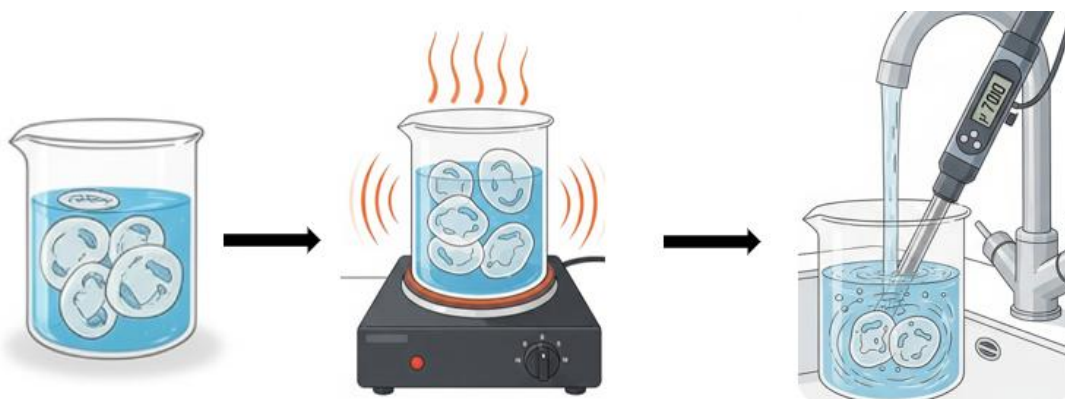
## 5.6 PURIFICAÇÃO DAS CBK EM NaOH

A etapa de purificação foi realizada conforme metodologia adaptada de Srivastava e Mathur (2025) e Kaur *et al.* (2025). Para a purificação das membranas de celulose bacteriana de Kombucha (CBK), as amostras foram imersas em solução de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 M e mantidas a 80 °C por 1 hora.

Posteriormente, as membranas foram lavadas repetidas vezes em água destilada até que o meio apresentasse pH neutro (pH 7,0).

A Figura 9 apresenta um esquema ilustrativo do procedimento adotado.

**Figura 9** - Processo de purificação das CBK.



Fonte: Autoria própria.

## 5.7 PRODUÇÃO DOS HIDROGÉIS DE CELULOSE BACTERIANA DA KOMBUCHA

### 5.7.1 Preparo dos Hidrogéis

Para a produção do hidrogel, utilizou-se a melhor condição de produção determinada a partir dos resultados do planejamento fatorial.

A fim de elucidar as questões relacionadas às controvérsias de definições e métodos reportados na literatura quanto à produção do hidrogel de CBK, optou-se por realizar dois procedimentos distintos, considerando-se os métodos investigados por outros autores, com adaptações (Moraes *et al.*, 2016; De Carvalho *et al.*, 2025; e Rodrigues *et al.*, 2024).

Neste trabalho os hidrogéis foram obtidos de duas formas: com e sem desconstrução da rede de nanofibrilas. Tal desconstrução foi realizada por meio de trituração da membrana.

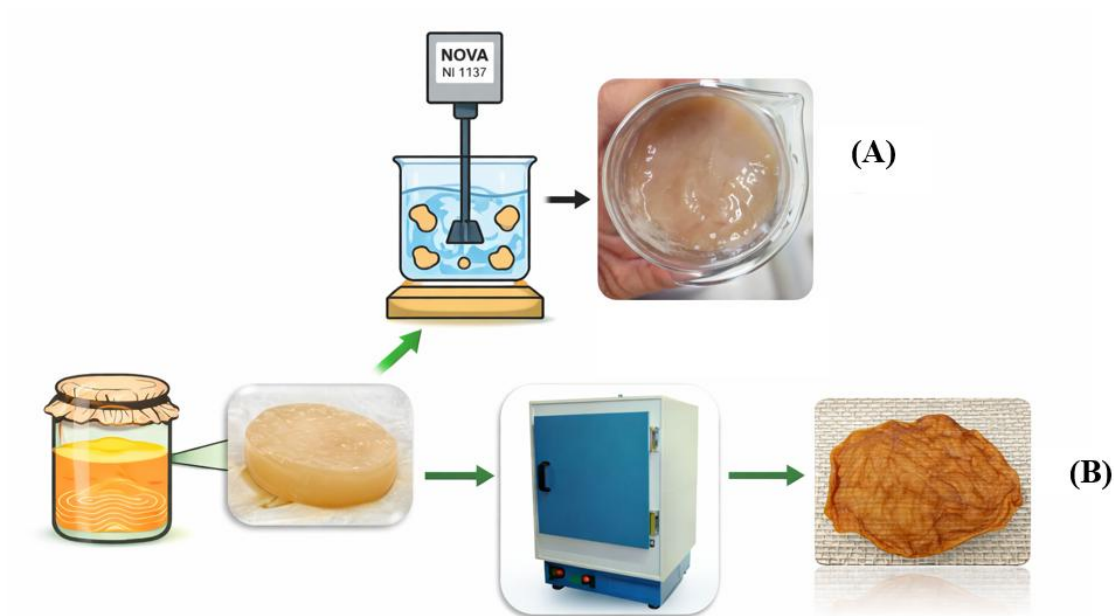
As membranas de CBK in natura, foram trituradas com o auxílio de um agitador mecânico da marca Nova (modelo NI 1137). Para isso adicionou-se quantidade suficiente de água destilada para que o processo de trituração fosse facilitado, considerando a espessura e viscosidade do material.

Assim, foi obtida uma suspensão formada por partículas/fibrilas de celulose bacteriana. Essa suspensão foi filtrada com auxílio de uma peneira, a fim de remover o excesso de água, resultando em uma pasta formada pela membrana de celulose bacteriana.

Para a obtenção dos filmes secos, as membranas de CBK, após serem obtidas e purificadas conforme descrito na etapa anterior, foram colocadas em estufa até a completa secagem.

Na Figura 10 apresenta-se um esquema ilustrativo do procedimento adotado para o preparo das suspensões da CB e da secagem dos filmes obtidos.

**Figura 10 - A) Preparo da suspensão da CBK; B) Processo de secagem dos filmes obtidos da CBK.**



Fonte: Autoria própria.

## 5.7.2 Processo de Reticulação dos Hidrogéis

### 4.7.2.1 Reticulação da CBK com Ácido Cítrico

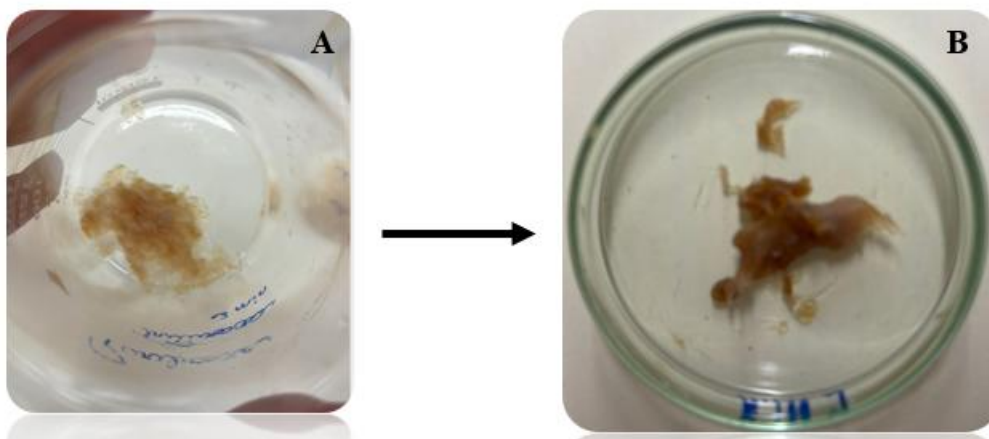
A reticulação com ácido cítrico teve como objetivo a formação de um hidrogel reticulado por ligações éster entre os grupos  $-OH$  da CBK e os grupos  $-COOH$  do ácido cítrico, selecionado neste trabalho como agente reticulante em detrimento de reagentes tóxicos.

Para isso, foi preparada uma solução aquosa a 10% (m/v) de ácido cítrico, seguida da adição de 1% de bicarbonato de sódio. Os filmes de CBK foram então imersos nessa solução por 24 horas, à temperatura ambiente.

Após esse período, o excesso de solução foi removido dos filmes com papel filtro, e estes foram levados à estufa a  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  por 2 horas, a fim de promover a reação de esterificação (Figura 11).

Por fim, os filmes foram lavados com água destilada e armazenados hidratados até a etapa de caracterização.

**Figura 11** -Hidrogéis de ácido cítrico, antes (A) e após (B) a estufa.



Fonte: Autoria própria.

#### 5.7.2.2 Reticulação da CBK com CMC + CaCl<sub>2</sub>

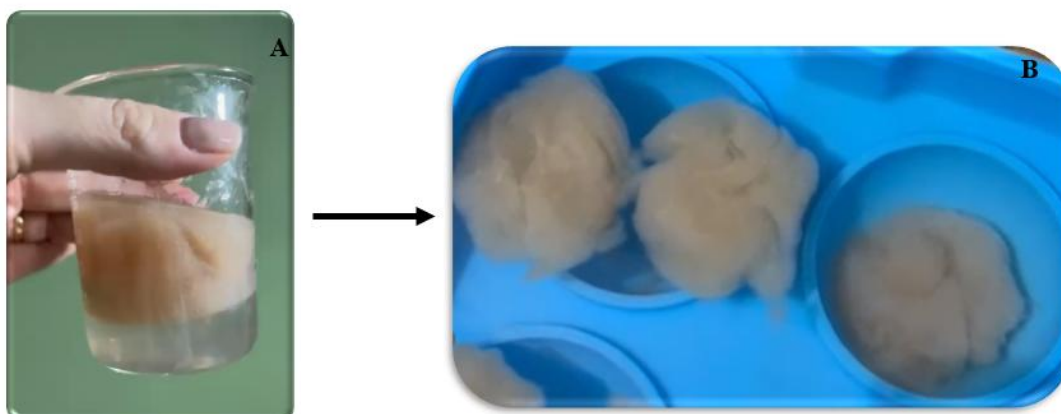
A reticulação com CMC + CaCl<sub>2</sub> tem como objetivo a formação de um hidrogel por interação iônica entre carboximetilcelulose (CMC) e íons cálcio (Ca<sup>2+</sup>), incorporados à matriz de CBK. Seguiu-se a metodologia adaptada de Lormaneenopparat *et al.* (2023).

Para isso, preparou-se uma solução de CMC 2% (m/v) em água destilada, aquecida levemente a 50 °C.

Os filmes da CBK foram imersos na solução por 5 horas e, em seguida, transferidos para uma solução de CaCl<sub>2</sub> 3% (m/v) por 1 hora.

Após esse período, os filmes foram lavados com água destilada para remover os sais solúveis não ligados. Por fim os filmes são armazenados hidratados (Figura 12).

**Figura 12** - Hidrogéis de CMC/CaCl<sub>2</sub>, antes (A) e após (B) a lavagem.



Fonte: Autoria própria.

### 5.7.3 Teste de Intumescimento e Determinação da Densidade de Ligações Cruzadas

Os ensaios de inchamento e a determinação da densidade de ligações cruzadas foram realizados com base nas Normas ASTM 471 e ASTM 1239-55, utilizando-se amostras trituradas e íntegras.

Para as amostras íntegras, corpos de prova com dimensões aproximadas de  $1 \times 1$  cm foram preparados, enquanto, para as amostras trituradas, utilizou-se uma quantidade previamente definida do gel obtido após o processo de trituração.

As amostras foram imersas em béqueres contendo água destilada e mantidas submersas até que fosse atingido o equilíbrio de intumescimento.

As Equações 2, 3 e 4 foram empregadas para o cálculo do intumescimento no equilíbrio, do grau de intumescimento no equilíbrio e da densidade de ligações cruzadas, respectivamente.

$$S\% = [(W - W_0) / W_0] \times 100 \quad (2)$$

Em que:

**S%**: intumescimento no equilíbrio;

**W<sub>0</sub>** = massa inicial do corpo de prova;

**W** = massa final.

O grau de intumescimento no equilíbrio expresso pelo parâmetro Q é também chamado de coeficiente de intumescimento no equilíbrio e é determinado experimentalmente pela relação:

$$Q = (M - M_0) / M_0 \times \rho \quad (3)$$

Na qual:

**M<sub>0</sub>** = massa do polímero seco;

**M** = massa do polímero inchado;

**ρ** = densidade do solvente, que para a água é  $1,0 \text{ g/cm}^3$ .

Após a obtenção dos dados experimentais foi possível determinar a densidade de ligações cruzadas dos hidrogéis aplicando-se a Equação 4, baseada na equação de Flory-Rehner (Borges *et al.*, 2020; Borges *et al.*, 2023).

$$v = - [\ln (1 - V_r) + V_r + \chi V_r^2] / \rho V_1 (V_r^{1/3} - V_r/2) \quad (4)$$

Em que:

$V_r$  = volume reduzido;

$V_1$  = volume molar do solvente puro, que para a água é 18 cm<sup>3</sup>/mol;

$\chi$  = interação polímero-solvente (parâmetros de Hildebrand), que para o sistema celulose bacteriana/água é 0,49 (Nistane *et al*, 2022).

## 5.8 CARACTERIZAÇÕES

### 5.8.1 Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada por Fourier (FTIR)

Análises de FTIR foram realizadas em um espectrofotômetro da marca Frontier, modelo Spectrum 65, com módulo Reflectância Total Atenuada (ATR), com número de onda entre 400 e 4000 cm<sup>-1</sup> e resolução de 4 cm<sup>-1</sup> com varredura de 64 *scans*. Essa análise foi realizada no Laboratório de Caracterização de Materiais Poliméricos (LCaMP) Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales, Sorocaba.

### 5.8.2 Termogravimetria (TG)

Para a avaliação das propriedades térmicas, foram realizadas análises termogravimétricas em um equipamento da marca TA Instruments, modelo TG 55, com um intervalo de temperatura compreendido entre 25 e 500°C, sob uma taxa de aquecimento de 10°C/min e fluxo de nitrogênio de 100 mL/min. Essa análise foi realizada no Laboratório de Biomateriais (Labiomat) da Pontifícia Universidade Católica, *Campus* Sorocaba.

### 5.8.3 Difração de Raios-X (DRX)

A difração de raios-X foi realizada utilizando um difratômetro Shimadzu XRD-6100, operando com um tubo de raio-X de cobre a 40,0 kV e 30,0 mA, dentro da faixa de 10 a 30°, a uma velocidade de 2°/min. Essa análise foi realizada na Universidade Federal de São Carlos, *Campus* Sorocaba.

#### **5.8.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

As amostras foram caracterizadas por MEV, utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura Compacto JSM-6010LA, JEOL. E o Sputtering Leica EM ACE 200. As amostras foram liofilizadas e recobertas com ouro (20 nm). As imagens foram obtidas com ampliações de 450× e 2.000×. A análise foi realizada na Universidade Federal do ABC (UFABC), *campus* Santo André/SP.

---

**CAPÍTULO 4**

*Resultados e Discussões*

## 6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 6.1 ANÁLISES DOS DADOS DO PLANEJAMENTO FATORIAL

O planejamento fatorial permitiu avaliar a influência dos fatores tipo de açúcar (A), concentração de açúcar (B) e tempo de fermentação (C), bem como de suas interações, sobre a variável resposta do processo, sendo ela a espessura final. Os efeitos principais e os efeitos de interação estão apresentados na Tabela 7.

**Tabela 7** - Resultado do Cálculo dos Efeitos Principais e Interações.

A	B	C	AB	AC	BC	ABC
Tipo de açúcar	Concentração de açúcar	Dias	Interação	Interação	Interação	Interação
7,1208%	0,0246%	89,6898%	0,1341%	0,3313%	0,0684%	2,6309%

Fonte: Autoria própria.

Observa-se que o fator C (dias de fermentação) apresentou o maior efeito percentual (89,6898%), evidenciando que o tempo de processo é o parâmetro mais determinante para o desempenho do sistema avaliado.

No contexto da produção de celulose bacteriana, o aumento do tempo de cultivo favorece o crescimento celular e intensifica o fluxo metabólico direcionado à formação de UDP-glicose, principal precursor da celulose, a partir de fontes de carbono. A enzima celulose sintase catalisa a polimerização dessas unidades em cadeias de  $\beta$ -1,4-glucana, que são continuamente secretadas para o meio extracelular, promovendo o acúmulo progressivo do biopolímero ao longo do tempo. Além disso, o avanço do cultivo contribui para a organização estrutural das nanofibras, resultando em uma rede tridimensional mais densa e estável. Estudos recentes destacam que a dinâmica temporal é um fator essencial para a eficiência da produção de celulose bacteriana, impactando tanto a atividade metabólica quanto o rendimento final do biopolímero, devido às adaptações fisiológicas dos microrganismos e à disponibilidade de substrato ao longo do processo (Cruz *et al.*, 2024; Ross *et al.*, 1991).

O fator A (tipo de açúcar) apresentou um efeito de 7,1208%, demonstrando que a natureza do substrato carbonado influencia de forma secundária, porém relevante, o comportamento do sistema. Diferentes tipos de açúcares podem ser metabolizados com eficiências distintas pelos microrganismos, afetando a cinética de crescimento e a formação dos produtos de interesse (Hackmann, 2024).

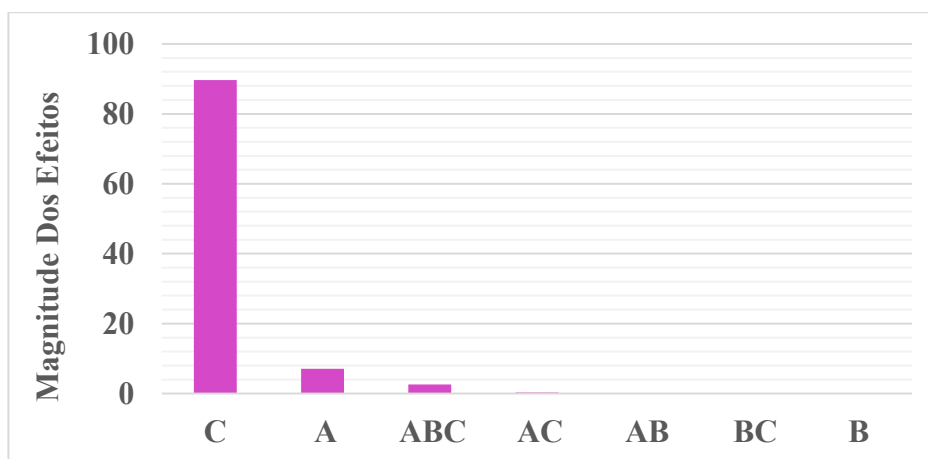
Por outro lado, o fator B (concentração de açúcar) apresentou um efeito bastante reduzido (0,0246%), sugerindo que, dentro da faixa de concentração estudada, o processo não é sensível a variações desse parâmetro. Esse comportamento pode estar relacionado à saturação metabólica do sistema, na qual o aumento da disponibilidade de substrato não resulta em incremento proporcional da resposta (Hackmann, 2024).

Em relação às interações entre os fatores, a interação ABC apresentou o maior efeito combinado (2,6309%), indicando que a resposta do sistema depende, em menor escala, da atuação simultânea do tipo e da concentração de açúcar ao longo do tempo de fermentação. As interações binárias AB (0,1341%), AC (0,3313%) e BC (0,0684%) apresentaram efeitos pouco expressivos, sugerindo que os fatores atuam majoritariamente de forma independente. A literatura aponta que interações entre fatores operacionais podem revelar efeitos sinérgicos ou antagônicos, especialmente em processos complexos onde múltiplas vias metabólicas competem ou se complementam ao longo do processo fermentativo (Lee *et al.*, 2023).

De maneira geral, o tempo de fermentação é o principal parâmetro a ser otimizado em processos biotecnológicos, enquanto a escolha do tipo de açúcar tem influência significativa, porém secundária, e a concentração, em intervalos testados, apresenta menor efeito isolado sobre a resposta.

### **6.1.1 Gráfico de Pareto dos Efeitos**

Para complementar a análise dos resultados, foi elaborado o Gráfico de Pareto dos efeitos estimados, conforme apresentado na Figura 13. Esse gráfico tem como objetivo destacar visualmente quais fatores e interações tiveram maior influência sobre a espessura da CBK.

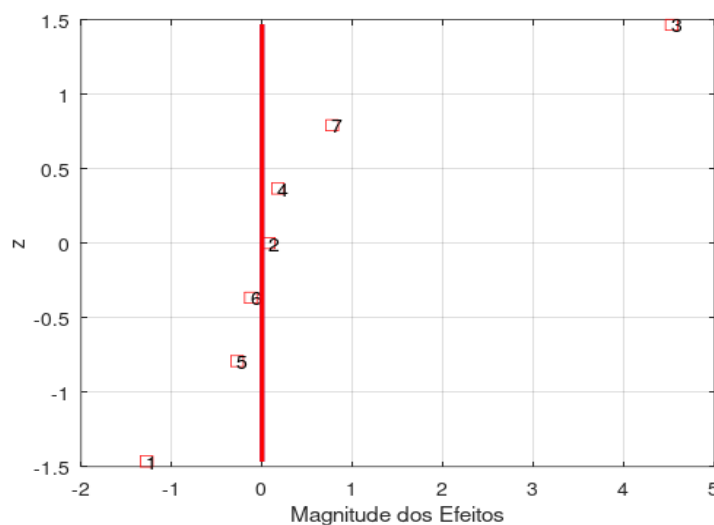
**Figura 13** - Gráfico de Pareto dos Efeitos.

Fonte: Autoria própria.

Dentre as variáveis analisadas, observa-se, de acordo com a Figura 13 dos efeitos, que a variável com maior influência sobre a espessura da CBK é o tempo de fermentação, responsável por aproximadamente 90% da variação da resposta da variável dependente.

Em contrapartida, o tipo de açúcar contribuiu com cerca de 7% para a resposta analisada, evidenciando baixa significância na formação das membranas de CBK. As demais variáveis, bem como as interações entre elas, não apresentaram significância estatística sobre o resultado da variável dependente.

Esses resultados são corroborados pelo gráfico de probabilidade (Figura 14), no qual as variáveis localizadas próximas à linha vermelha vertical indicam contribuição mínima ou inexistente para a resposta avaliada (Pereira *et al.*, 2018).

**Figura 14** - Gráfico de probabilidade.

Fonte: Autoria própria.

É possível observar que, dentre os efeitos analisados, apenas o fator C - Dias de Fermentação (3) se destacou, uma vez que esse número indica maior magnitude de efeito em virtude de encontrar-se mais longe da linha vermelha.

Este afastamento indica que o efeito do tempo de fermentação não pode ser atribuído ao acaso, sendo, portanto, estatisticamente significativo. Por outro lado, os demais efeitos — como o tipo de açúcar (1) concentração de açúcar (2) e todas as interações (AB (4), AC (5), BC (6) e ABC (7) — estão alinhados ou muito próximos à linha de referência. Isso indica que esses fatores não possuem influência significativa sobre espessura do material no experimental estudado.

Diante dos resultados obtidos com o planejamento fatorial foi possível definir a melhor condição para a obtenção das membranas de celulose bacteriana, considerando a espessura da membrana como resposta a esses efeitos. Essa maior espessura está relacionada a um maior rendimento no processo (Tabela 8). Dessa forma, para a continuidade do trabalho, viabilizando a produção dos hidrogéis de celulose bacteriana, optou-se por utilizar as membranas obtidas após 21 dias de fermentação.

**Tabela 8** - Resultado das espessuras obtidas durante o período de 7 e 21 dias.

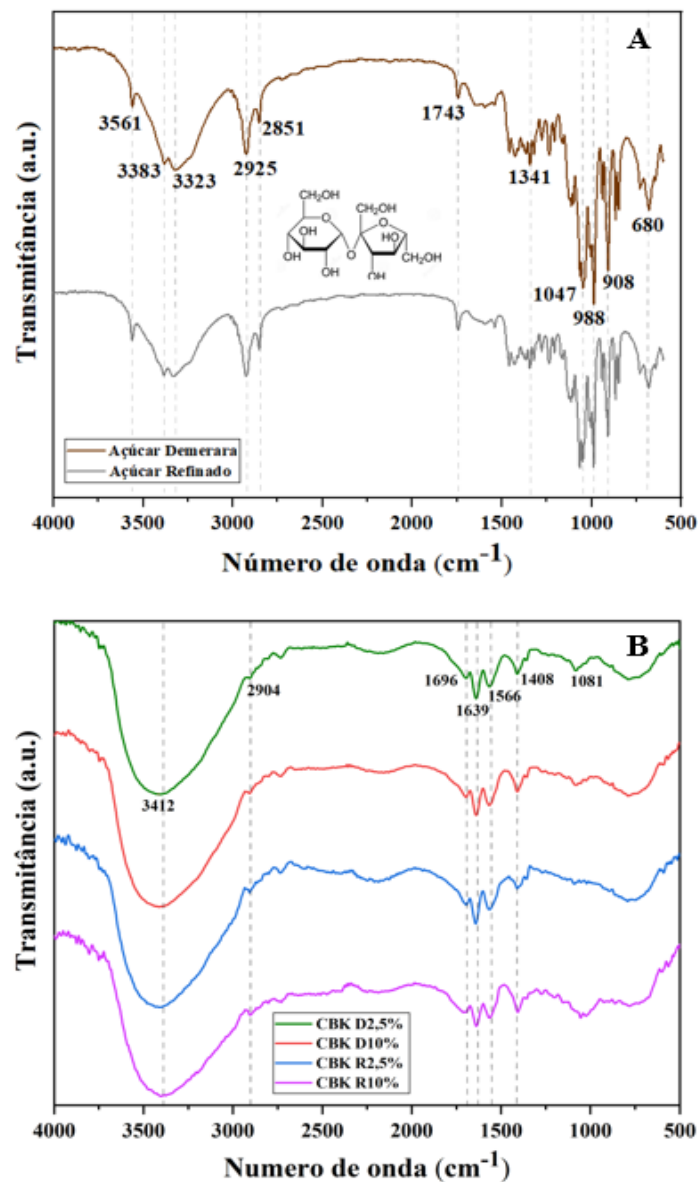
<b>Tipo de açúcar</b>	<b>Concentração do açúcar (g)</b>	<b>Dias</b>	<b>Espessura (mm)</b>
<b>Refinado</b>	2,5	7	2,6
<b>Demerara</b>	2,5	7	2,2
<b>Refinado</b>	10	7	3,4
<b>Demerara</b>	10	7	1,8
<b>Refinado</b>	2,5	21	8,3
<b>Demerara</b>	2,5	21	5,8
<b>Refinado</b>	10	21	7,3
<b>Demerara</b>	10	21	6,7

Fonte: Autoria própria.

## 6.2 ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).

As amostras foram submetidas a análise de FTIR para verificar os grupamentos químicos presentes na CBKs. A Figura 15 apresenta os espectros de FTIR das amostras dos açúcares (demerara e refinado) e das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar demerara e refinado, secas em estufa.

**Figura 15** - Espectroscopia de FTIR dos (A) açúcares (demerara e refinado) e das (B) CBKs produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar demerara e refinado, secas em estufa.



Fonte: Autoria própria.

O espectro de FTIR dos açúcares demerara e refinado (Figura 15A) mostrou absorção atribuída à deformação axial do grupo –OH envolvido na ligação de hidrogênio, originando três bandas entre 3500 e 3300  $\text{cm}^{-1}$  (3561  $\text{cm}^{-1}$  - intensidade moderada; 3383  $\text{cm}^{-1}$  - larga e de alta intensidade; 3323  $\text{cm}^{-1}$  - baixa intensidade). Entre 3000 e 2800  $\text{cm}^{-1}$  apareceram vibrações de estiramento C–H (Queiroz *et al.*, 2022). Em 1047  $\text{cm}^{-1}$ , 988  $\text{cm}^{-1}$  e 908  $\text{cm}^{-1}$ , vibrações de estiramento C-O-C (Feng *et al.*, 2022).

Enquanto a Figura 15B, as bandas observadas no espectro de 3412  $\text{cm}^{-1}$  de todos os filmes de CBK analisados, corresponde ao grupo hidroxila (-OH) e se justifica pela presença das ligações de hidrogênio intermoleculares, típicas da celulose (Paronyan, *et al.*, 2025; Hwang, *et al.*, 2025). Em aproximadamente 2904  $\text{cm}^{-1}$  observa-se um pico correspondente as vibrações de estiramento C-H (Patil *et al.*, 2024), enquanto na região compreendida entre 1696 e 1639  $\text{cm}^{-1}$  aparece uma banda que pode estar associada a impurezas como lipídeos, proteína, ácido nucléico ou modificações químicas, bem como oxidação ou presença de grupos carboxílicos (Fuller e McClay, 2018).

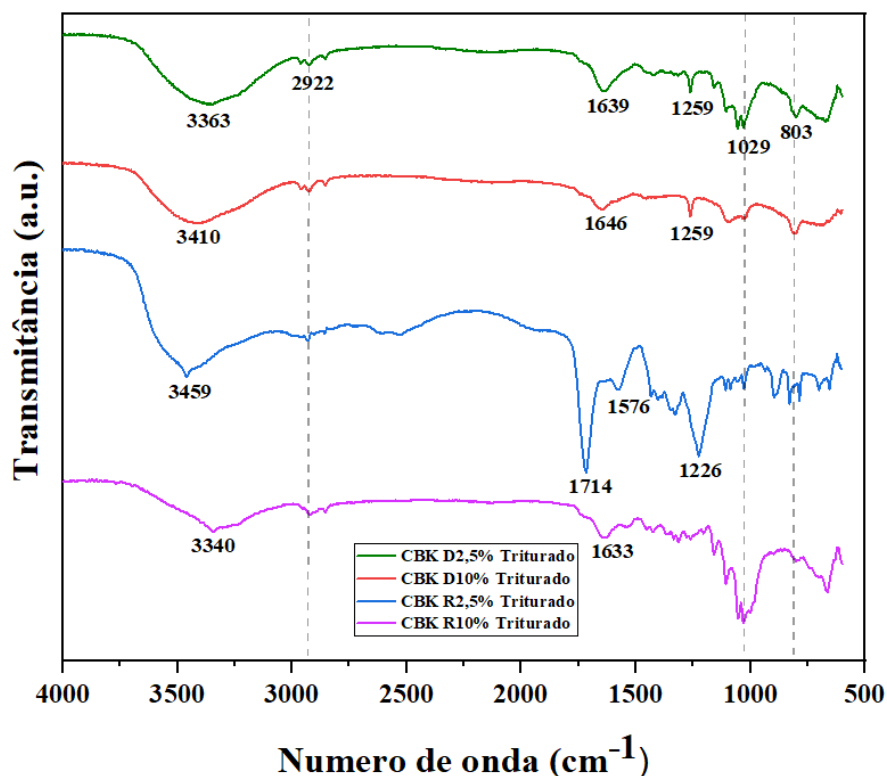
A banda em 1408  $\text{cm}^{-1}$  está atribuída à reação de alcalinização após a purificação da CB ou curvatura simétrica  $\text{CH}_2$  (Arserim-Uçar *et al.*, 2021; Herbst *et al.*, 2024). Em 1566  $\text{cm}^{-1}$  observa-se um pico correspondente à absorção de proteína amida II (Srivastava e Mathur, 2025), enquanto em 1081  $\text{cm}^{-1}$  observa-se uma banda atribuída a vibrações de alongamento das ligações glicosídicas C-O-C, características da celulose (Hwang *et al.*, 2025).

É importante observar que os espectros de FTIR das amostras de CBK obtidas com diferentes açúcares e suas concentrações não apresentam variações significativas.

Contudo, observa-se pequenas variações nas intensidades das bandas, as quais podem ser justificadas pelas concentrações e tipos de açúcar, indicando que as amostras produzidas com 10% de açúcar podem apresentar maior intensidade em bandas de água (1639  $\text{cm}^{-1}$ ), sugerindo maior retenção, enquanto alterações nas bandas de carbonila (1696  $\text{cm}^{-1}$ ), indicam possível oxidação ou presença de subprodutos (Kalashnikova *et al.*, 2024; Paronyan *et al.*, 2025).

A Figura 16 apresenta os espectros de FTIR das amostras de celulose bacteriana obtidas a partir do meio de cultura contendo diferentes tipos de açúcar (Demerara e refinado), em concentrações de 2,5% e 10%, desconstruídas (trituradas) e secas em estufa.

**Figura 16** - Espectroscopia de FTIR das amostras produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar demerara e refinado, trituradas e secas em estufa.



Fonte: Autoria própria.

Assim como nos resultados de FTIR observados na Figura 16, os espectros das membranas de CBK trituradas, evidenciaram bandas típicas da celulose, como OH entre 3340 - 3459 cm<sup>-1</sup>. Observou-se, em todas as amostras a presença de uma banda em 2922 cm<sup>-1</sup>, a qual é atribuída a vibrações de alongamento C-H alifático, típicas da celulose (Chaussé *et al.*, 2024; Moraes *et al.*, 2016).

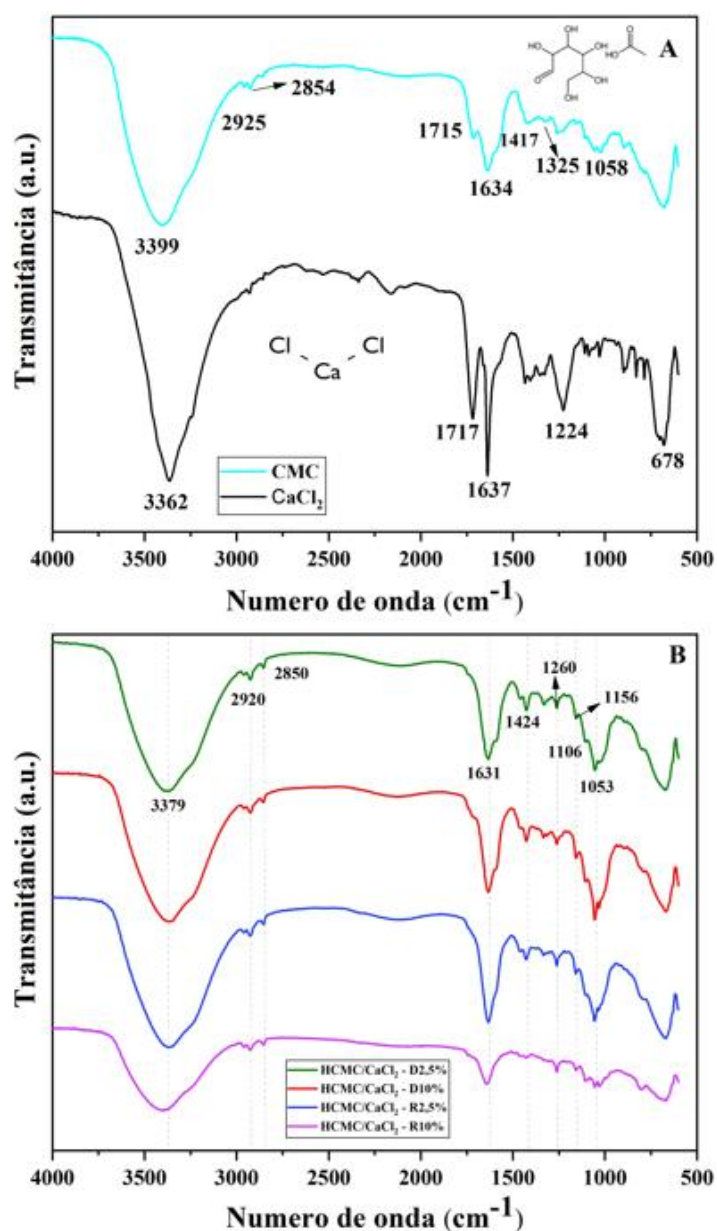
A presença de um pico em 1714 cm<sup>-1</sup> corresponde as vibrações de estiramento C=O dos ésteres, cetonas ou grupo carbonila (Mir *et al.*, 2025; Ul-Islam *et al.*, 2025; Ulaganathan *et al.*, 2025) A banda observada na região entre 1646 cm<sup>-1</sup> caracteriza o grupo HOH devido à presença de água firmemente ligada, presente em todas as amostras, o que sugere que, mesmo após a secagem, há retenção de umidade ou estrutura hidratada (Kalashnikova *et al.*, 2024).

Em 1566 cm<sup>-1</sup> é possível observar uma banda referente a vibração do grupo COC (Li *et al.*, 2025), em 1259 - 1226 cm<sup>-1</sup> observa-se banda atribuída a um pico de flexão C-H (Chen *et al.*, 2023; Wang *et al.*, 2017), enquanto a banda em 1029 cm<sup>-1</sup> é atribuída ao

grupo C-O de álcoois secundários e funções éter presentes na cadeia da celulose bacteriana (Barud *et al.*, 2015; Pandey *et al.*, 2024).

A Figura 17(a) apresenta os espectros de FTIR da carboximetilcelulose (CMC) e do cloreto de cálcio ( $\text{CaCl}_2$ ), enquanto a Figura 17(b) apresenta os espectros de FTIR dos hidrogéis produzidos a partir da CBK produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar demerara e refinado, reticulados com e cloreto de cálcio ( $\text{CaCl}_2$ ), doravante denominados HCMC/ $\text{CaCl}_2$ .

**Figura 17** - Espectroscopia de FTIR da carboximetilcelulose (CMC), do cloreto de cálcio ( $\text{CaCl}_2$ ) (A) e dos hidrogéis HCMC/ $\text{CaCl}_2$  (B).



Fonte: Autoria própria.

Conforme observado na Figura 14A, no espectro de CMC, o pico  $3399\text{ cm}^{-1}$  indica o estiramento axial O-H em ligações de hidrogênio intramolecular/intermolecular, enquanto os picos entre  $2925$  e  $2854\text{ cm}^{-1}$  representam deformação axial C-H. Por sua vez, em  $1715\text{ cm}^{-1}$  observa-se um pico relacionado a vibração do estiramento assimétrico C=O do grupo carbonila (De Lima *et al.*, 2020; Tufan *et al.*, 2025).

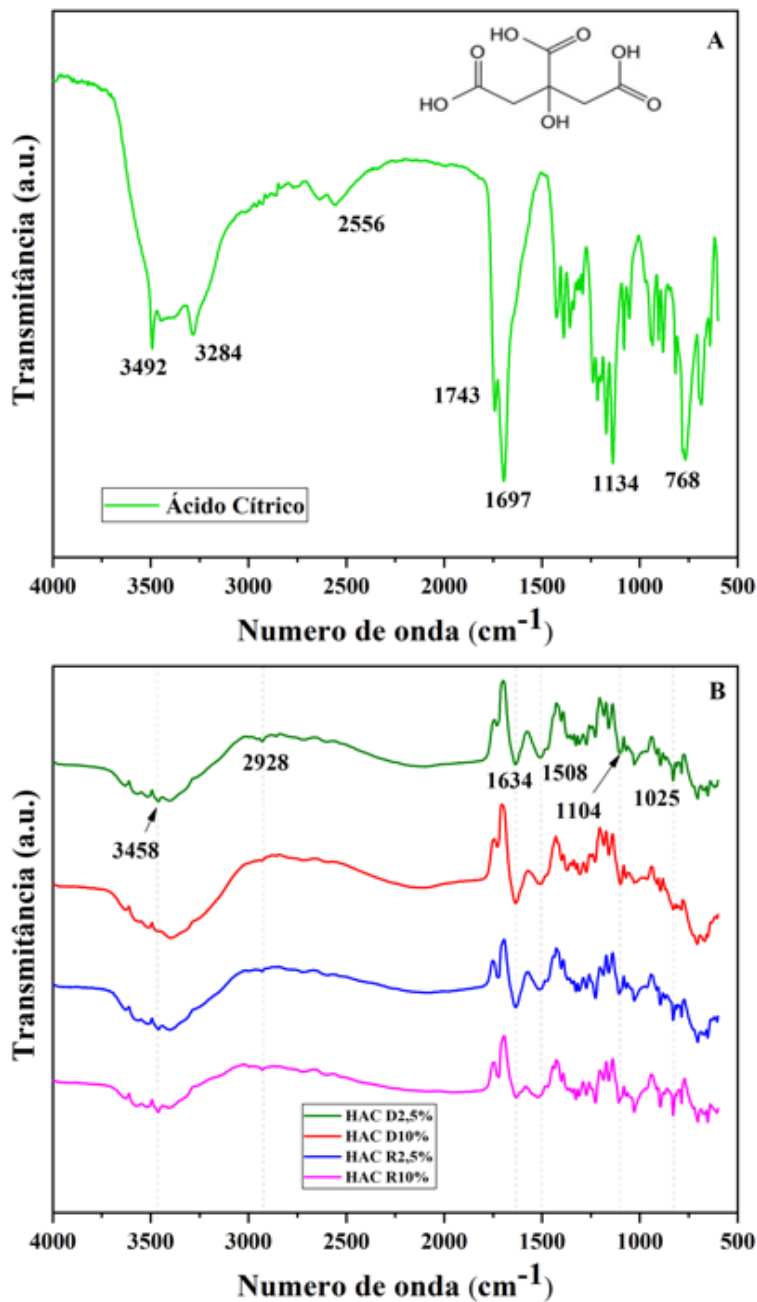
As bandas observadas em aproximadamente  $1417\text{ cm}^{-1}$  e  $1325\text{ cm}^{-1}$  são atribuídas, respectivamente, à deformação no plano da ligação O-H e às vibrações de alongamento simétrico das ligações C-H do CMC. Já a banda em  $1058\text{ cm}^{-1}$  corresponde à vibração esquelética da estrutura do anel de piranose grupo C-O-C (Kraisuriyawong *et al.*, 2024; Lormaneenopparat *et al.*, 2023; Rauf *et al.*, 2025).

A Figura 14B ilustra os espectros relacionados aos HCMC/CaCl<sub>2</sub> e indicam, entre  $3379$  e  $2920\text{ cm}^{-1}$  o alongamento de O-H e C-H, respectivamente, ambos picos característicos da celulose tipo I. Em  $1260\text{ cm}^{-1}$  foi observada a presença de vibrações de estiramento COC. O pico observado entre  $1106$  e  $1156\text{ cm}^{-1}$  pode indicar a presença dos álcoois primários e secundários, o que sugere que a incorporação do CMC foi efetiva (Lormaneenopparat *et al.*, 2023; Patil *et al.*, 2024).

A comparação entre as amostras de HCMC/CaCl<sub>2</sub> e a CMC pura, permite observar que os picos de absorção relacionados aos grupos de ácidos carboxílicos (entre  $1610$  e  $920\text{ cm}^{-1}$ ) dos HCMC/CaCl<sub>2</sub> foram atenuados, sugerindo o envolvimento do cátion Ca<sup>2+</sup> com grupos hidroxila e ácido carboxílico, formando um complexo iônico, sugerindo que a reticulação de CMC com CaCl<sub>2</sub> foi confirmada (Zhang *et al.*, 2023).

A Figura 18 apresenta os espectros do ácido cítrico (AC), utilizado para promover a reticulação da CBK a fim de obter hidrogéis produzidos a partir das amostras de celulose bacteriana obtidas a partir do meio de cultura contendo diferentes tipos de açúcar (Demerara e refinado), em concentrações de 2,5% e 10% e reticulados com ácido cítrico (AC), doravante denominados HAC.

**Figura 18** - Espectroscopia de FTIR do Ácido Cítrico (A) e dos Hidrogéis AC (B).



Fonte: Autoria própria.

A Figura 18A mostra o espectro de FTIR do ácido cítrico, indicando, em 3283 cm<sup>-1</sup>, um pico referente ao alongamento O-H. Em 1743 cm<sup>-1</sup> é possível observar um pico associado ao estiramento de C=O inerente ao ácido carboxílico (Ma *et al.*, 2019) e um pico agudo em 1697 cm<sup>-1</sup>, atribuído ao alongamento de CO ligado ao hidrogênio (Ghorpade *et al.*, 2016). O ácido cítrico apresenta bandas típicas de grupos carboxílicos e

hidroxilas, fundamentais para sua ação como agente reticulante via esterificação ou ligações de hidrogênio.

É possível visualizar na Figura 18B, os picos específicos das CBK, em aproximadamente  $3400\text{ cm}^{-1}$ , referente ao grupo OH, em aproximadamente  $1100\text{ cm}^{-1}$  atribuído ao C-O-C (Santos, 2011).

Entretanto, o pico característico do ácido cítrico em  $1743\text{ cm}^{-1}$  encontra-se ausente, indicando o consumo dos grupos carboxílicos livres durante o processo de reticulação. Em contrapartida, surgem bandas em torno de  $1700\text{ cm}^{-1}$ , atribuídas à formação de ligações éster ( $-\text{COO}-$ ), evidenciando a ocorrência de uma reação de esterificação entre as hidroxilas da celulose e os grupos carboxílicos do ácido cítrico.

A presença do pico carboxílico confirmou ligações químicas entre o ácido cítrico e as cadeias de celulose. Além disso, o processo de reticulação não deslocou a posição das bandas nos espectros de FTIR e, com exceção da ligação COO, os picos da amostra não apresentaram nenhuma diferença específica (Meftahi *et al.*, 2018; Yano *et al.*, 2025).

Com base nos dados de FTIR apresentados, nos mostra que os hidrogéis HCMC/ $\text{CaCl}_2$  são caracterizados por uma reticulação iônica, evidenciada pela atenuação das bandas dos grupos carboxílicos, indicando a formação de complexos  $\text{Ca}^{2+}$ . Por outro lado, os hidrogéis HAC apresentam reticulação química via esterificação, confirmada pelo desaparecimento do pico de C=O livre do ácido cítrico e pela formação de bandas atribuídas às ligações éster.

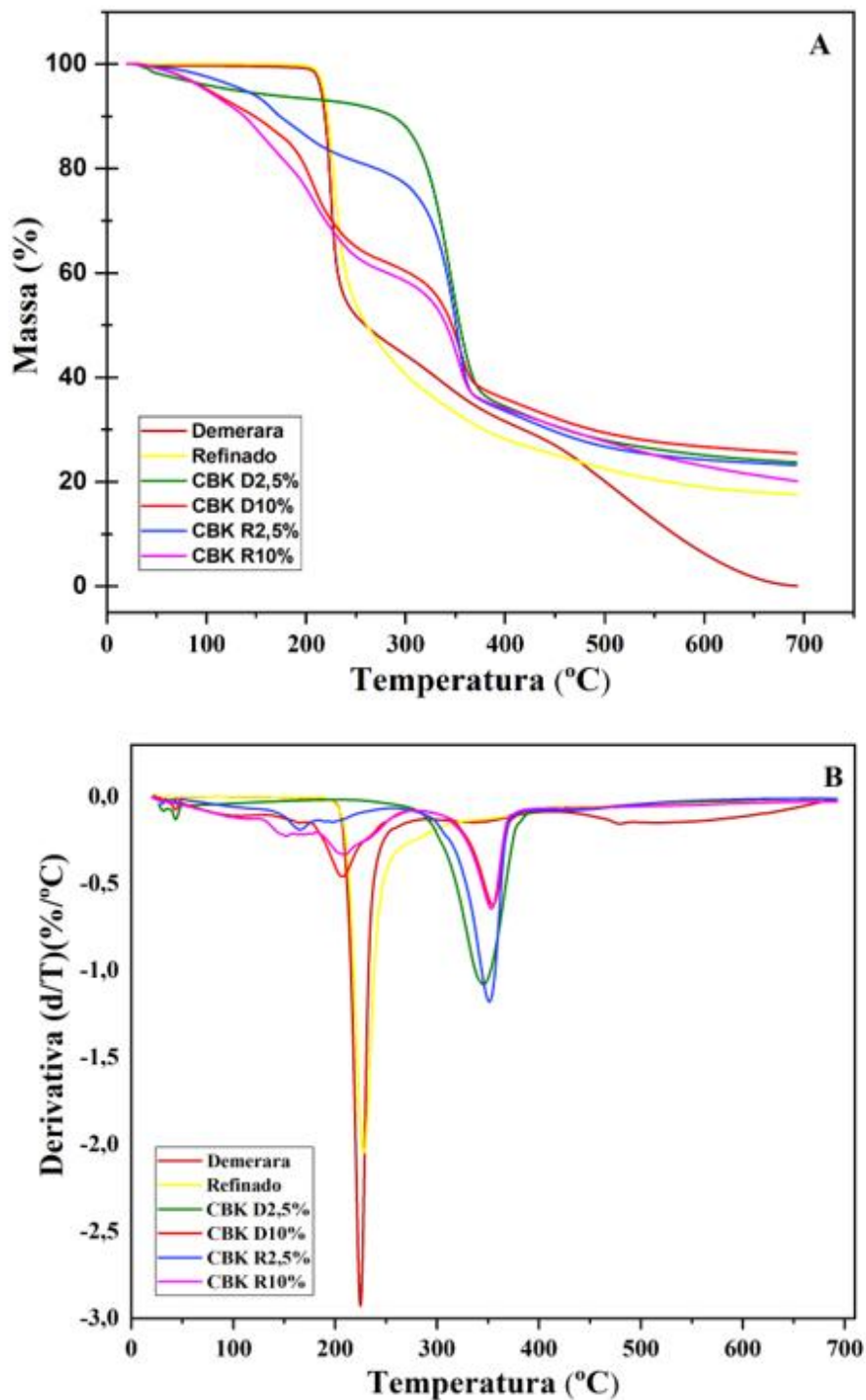
Dessa forma, conclui-se que o método de reticulação com ácido cítrico promove uma rede polimérica mais estável e permanentemente reticulada, enquanto a reticulação com  $\text{CaCl}_2$  resulta em uma estrutura fisicamente reticulada, cuja estabilidade está associada às interações iônicas entre o polímero e o cátion divalente.

### 6.3 TERMOGRAVIMETRIA (TG)

Por meio da análise de termogravimetria (TG), foi possível determinar o perfil de estabilidade e do comportamento térmico das amostras produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar demerara e refinado. As amostras foram realizadas em temperatura entre 25 a  $500^\circ\text{C}$ , sob uma taxa de aquecimento de  $10^\circ\text{C}/\text{min}$ . e fluxo de nitrogênio de  $100\text{ mL}/\text{min}$ .

A Figura 19 apresenta os resultados obtidos, enquanto a Tabela 9 reúne os valores de  $T_{\text{onset}}$  e  $T_{\text{endset}}$  referentes aos açúcares demerara e refinado e das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10% de açúcar refinado e demerara.

**Figura 19** - Curvas TG (A) e DTG (B) das amostras de açúcar demerara e refinado e das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10% dos açúcares.



Fonte: Autoria própria.

**Tabela 9** - Valores de  $T_{onset}$  e  $T_{endset}$  para as amostras de açúcar demerara e refinado e das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10% dos açúcares.

<b>Amostras</b>	<b>Eventos</b>	<b><math>T_{onset}</math> (°C)</b>	<b><math>T_{endset}</math> (°C)</b>	<b><math>T_{max}</math> (°C)</b>	<b>Perda de massa (%)</b>
<b>Demerara</b>	<b>1</b>	203,38	252,63	224,52	38,2
	<b>2</b>	311,94	370,5	347,3	23,8
<b>Refinado</b>	<b>1</b>	203,38	255,19	228,31	47,5
<b>D2,5%</b>	<b>1</b>	40,53	47,24	43,73	1,2
	<b>2</b>	282,81	383,03	344,89	61,5
<b>D10%</b>	<b>1</b>	177,15	249,3	206,52	43,8
	<b>2</b>	315,83	373,94	355,26	19,5
<b>R2,5%</b>	<b>1</b>	151,61	181,31	165,02	6,2
	<b>2</b>	180,5	229,67	199,17	9,8
	<b>3</b>	289,04	375,38	350,79	48,3
<b>R10%</b>	<b>1</b>	130,87	158,33	151,61	7,5
	<b>2</b>	185,38	238,6	208,75	21,8
	<b>3</b>	304,04	373,94	353,83	34,7

**Fonte:** Autoria própria.

A Figura 19 e tabela 9 apresenta as curvas TG e DTG das amostras de açúcar demerara, açúcar refinado e das amostras de celulose bacteriana (CBK) produzidas com diferentes concentrações e tipos de açúcar. De modo geral, observa-se que todas as

amostras exibem múltiplos eventos de perda de massa, indicando que o comportamento térmico do sistema é fortemente influenciado tanto pela pureza do açúcar quanto pela interação deste com a matriz polimérica da CBK.

O açúcar demerara apresentou dois eventos principais de degradação térmica. O primeiro evento, com  $T_{\text{onset}}$  em torno de 203 °C e  $T_{\text{max}}$  próximo de 225 °C, está associado à decomposição inicial da sacarose, envolvendo a ruptura das ligações glicosídicas e a formação de compostos voláteis. O segundo evento, observado entre aproximadamente 312 e 371 °C, com  $T_{\text{max}}$  em torno de 347 °C, corresponde a etapas subsequentes de degradação e carbonização. Esse comportamento está de acordo com o descrito por Eggleston *et al.* (1996), que relatam que a sacarose cristalina apresenta sua principal etapa de decomposição térmica entre 200 e 300 °C, seguida por processos de carbonização em temperaturas mais elevadas. A maior continuidade da perda de massa observada para o açúcar demerara pode ser atribuída à presença de impurezas minerais e resíduos orgânicos, que tendem a catalisar a degradação térmica e ampliar a faixa de decomposição (Le *et al.*, 2025).

O açúcar refinado também apresentou dois eventos térmicos bem definidos, com  $T_{\text{onset}}$  semelhante ao do açúcar demerara, porém com maior perda de massa concentrada no primeiro evento. Esse comportamento indica uma decomposição mais abrupta e homogênea, característica de materiais com maior grau de pureza. Estudos prévios demonstram que a sacarose de alta pureza apresenta picos de DTG mais estreitos e definidos, refletindo maior uniformidade estrutural e menor influência de catalisadores inorgânicos durante a degradação térmica (Hurtta e Knuutinen, 2004).

As amostras de CBK apresentaram comportamento térmico distinto em relação aos açúcares isolados. Para a amostra CBK D2,5%, observa-se um evento inicial em baixa temperatura, com  $T_{\text{max}}$  em torno de 43,73 °C, associado à perda de umidade adsorvida, típico de materiais hidrofílicos como a CB. O segundo evento, com  $T_{\text{max}}$  em 344,89 °C, corresponde à degradação da matriz polimérica, indicando maior estabilidade térmica quando comparada aos açúcares puros. Esse deslocamento do pico principal para temperaturas mais elevadas sugere que a estrutura tridimensional da CBK confere maior resistência térmica (Augustina *et al.*, 2025; Daus *et al.*, 2025).

Na amostra CBK D10%, o primeiro evento de degradação ocorre em temperaturas mais baixas ( $T_{\text{max}}$  206 °C), seguido por um segundo evento em torno de 355,26 °C. Esse comportamento indica que o aumento da concentração de açúcar demerara favorece a antecipação da degradação térmica, possivelmente devido à maior incorporação de

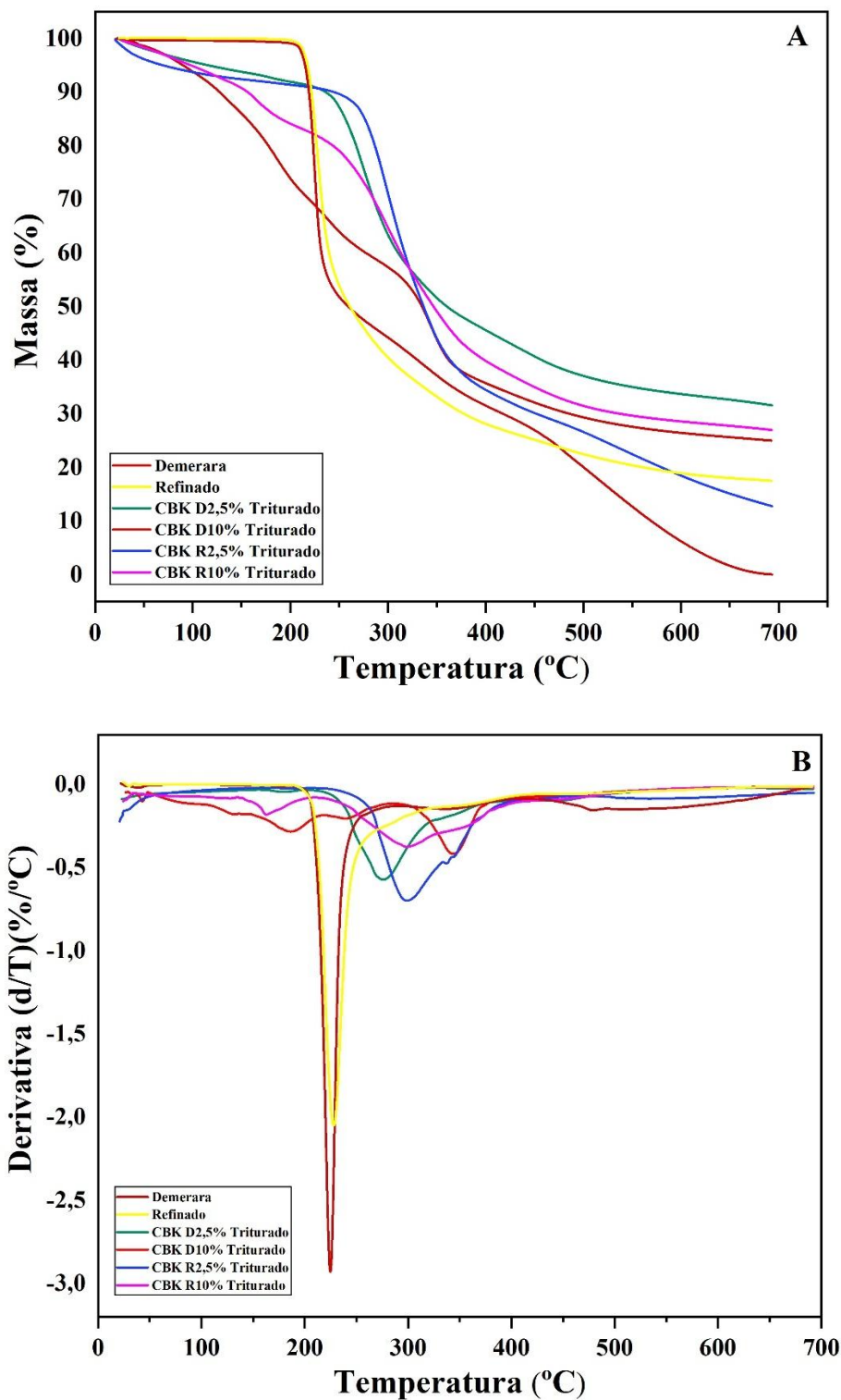
impurezas minerais e compostos orgânicos residuais à matriz da CBK, reduzindo sua estabilidade térmica (Daus *et al.*, 2025).

As amostras CBK produzidas com açúcar refinado (R2,5% e R10%) apresentaram três eventos térmicos bem definidos. Os eventos em temperaturas mais baixas podem ser associados à perda de umidade e à degradação de frações menos estáveis do sistema, enquanto o evento principal, com  $T_{\max}$  em torno de 350–354 °C, está relacionado à degradação da matriz celulósica. A presença de múltiplos eventos sugere uma degradação escalonada, indicando diferentes níveis de interação entre a CB e o açúcar refinado. Ainda assim, essas amostras apresentaram maior estabilidade térmica em comparação às amostras contendo açúcar demerara, evidenciando o efeito positivo da maior pureza do açúcar refinado sobre o comportamento térmico da CBK (Mohammadkazemi *et al.* 2015).

De forma geral, os resultados demonstram que a pureza do açúcar exerce papel fundamental na estabilidade térmica tanto dos açúcares isolados quanto das amostras de CBK. Açúcares menos refinados promovem degradação térmica mais distribuída e antecipada, enquanto açúcares de maior pureza favorecem perfis de degradação mais definidos e maior estabilidade térmica. Esses resultados estão em concordância com a literatura, que destaca a influência de impurezas minerais e da composição química na degradação térmica da sacarose e de sistemas poliméricos à base de carboidratos (Eggleston *et al.*, 1996; Hurtt e Knuutinen, 2004).

A Figura 20 apresenta os resultados obtidos, enquanto a Tabela 10 reúne os valores de Tonset e Tendset referentes aos açúcares demerara e refinado e das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10% de açúcar refinado e demerara desconstruídas (trituradas).

**Figura 20** - Curvas TG (A) e DTG (B) das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar demerara e refinado, triturados e secas em estufa.



Fonte: Autoria própria.

**Tabela 10** - Valores de  $T_{onset}$  e  $T_{endset}$  para amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10% de açúcar demerara e refinado, triturados e secas em estufa.

Amostras	Eventos	$T_{onset}$ (°C)	$T_{endset}$ (°C)	$T_{max}$ (°C)	Perda de massa (%)
<b>D2,5%</b>	1	162,28	201,4	179,7	5,5
	2	230,41	375,64	343,46	60
	3	427,63	471,78	450,7	4,2
<b>D10%</b>	1	37,63	47,27	42,98	1,8
	2	111,42	135,56	132,5	3,5
	3	150,52	215,75	185,5	12
	4	222,47	277,47	240,04	32
	5	309,39	374,63	343,76	18,5
<b>R2,5%</b>	1	258,06	333,54	299,17	45
	2	333,69	339,19	337,36	10,5
<b>R10%</b>	1	146,23	198,19	162,58	15
	2	232,25	326,51	299,31	48

**Fonte:** Autoria própria.

A análise por TG revelou que as CBK trituradas (Figura 20) promoveram uma alteração clara na dinâmica de degradação térmica, especialmente quando comparamos as concentrações de 2,5% e 10% de açúcares.

No caso da amostra D10%, observa-se uma perda de massa em cinco eventos distintos. O primeiro evento (37,63°C a 47,27°C) apresenta uma perda mínima (~1,8%), referente à umidade residual que não foi totalmente eliminada na estufa ou reabsorvida

durante o manuseio. A fragmentação da perda de massa em múltiplos estágios nessa amostra sugere que a maior concentração de CBK, aliada à maior área superficial pós-trituração, facilita reações de degradação sucessivas em temperaturas mais baixas.

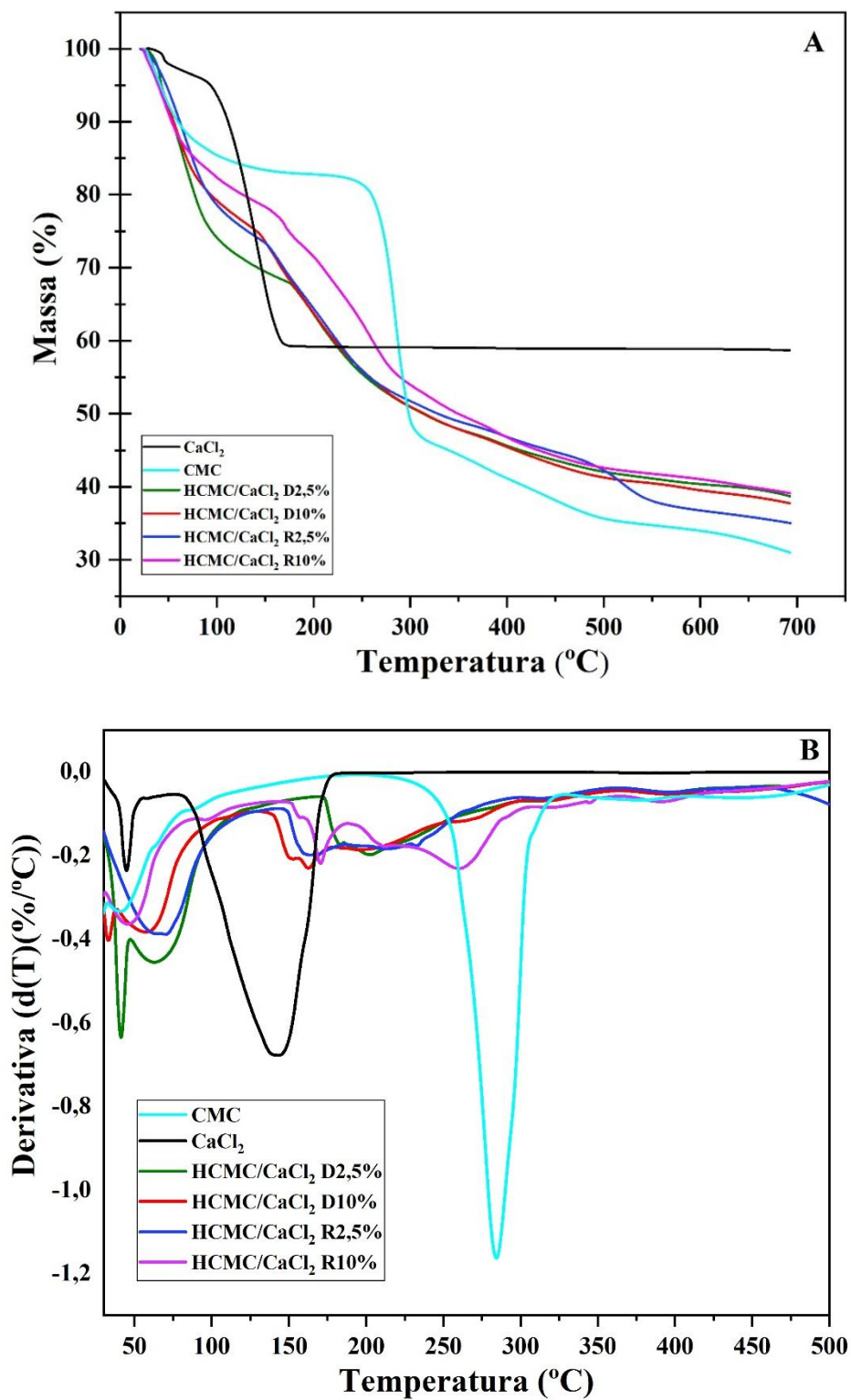
Em contraste, a amostra D2,5% demonstram uma estabilidade térmica superior, concentrando a maior parte de sua perda de massa (60%) em um único evento principal com  $T_{\max}$  em 343,46°C. Isso indica que a concentração de 2,5% favorece uma matriz mais ordenada, onde a energia necessária para romper as ligações químicas é maior e ocorre de forma mais tardia (Amarasekara *et al.*, 2024; Chen *et al.*, 2023).

A R2,5% iniciam sua degradação principal apenas aos 258,06°C, enquanto a R10% já apresenta uma perda significativa de 15% a partir de 146,23°C. Essa antecipação da degradação na concentração de 10% reforça a hipótese de que o excesso de açúcar pode atuar reduzindo a temperatura de decomposição da CBK triturada.

A degradação térmica da celulose varia dependendo de sua estrutura química, grau de compactação e cristalinidade. Menores perdas de massa podem estar associadas a fibras com diâmetros maiores, o que leva a arranjos mais densos e maior estabilidade das fibras (De Carvalho *et al.*, 2025).

Na Figura 21 e na Tabela 11 podem ser visualizados os resultados apresentados pelas amostras de CMC e  $\text{CaCl}_2$  puros, bem como dos Hidrogéis reticulados com CMC e  $\text{CaCl}_2$ .

**Figura 21** - Curvas TG (A) e DTG (B) carboximetilcelulose (CMC) do Cloreto de Cálcio ( $\text{CaCl}_2$ ) e das amostras de HCMC/ $\text{CaCl}_2$ .



Fonte: Autoria própria.

**Tabela 11** - Valores de  $T_{onset}$  e  $T_{endset}$  para carboximetilcelulose (CMC), Cloreto de Calcio ( $CaCl_2$ ) e das amostras de HCMC/ $CaCl_2$ .

Amostras	Eventos	$T_{onset}$ (°C)	$T_{endset}$ (°C)	$T_{max}$ (°C)	Perda de massa (%)
<b>CMC</b>	1	39,53	50,69	44,89	4,5
	2	86,68	173,17	142,63	12,8
<b>CaCl<sub>2</sub></b>	1	32,78	42,97	41,25	2,2
	2	251,81	307,44	284,07	40,1
<b>D2,5%</b>	1	35,67	46,51	41,46	5,8
	2	47,57	102,23	63,86	18,2
	3	188,91	218,82	202,09	8,5
<b>D10%</b>	1	30,64	37,4	33	3,1
	2	39,85	84,98	58,18	21,4
<b>R2,5%</b>	1	31,28	102,23	66,96	24,2
	2	157,62	174,24	162,67	6,5
	3	149,58	186,99	162,55	7,1
<b>R10%</b>	1	32,35	72,01	46,94	16,5
	2	163,73	182,06	171,23	5,2
	3	195,02	219,78	211,64	4,8
	4	233,38	292,76	260,83	8,4

**Fonte:** Autoria própria.

De acordo com os perfis obtidos, o  $CaCl_2$  exibe uma degradação característica com eventos definidos, destacando-se uma perda de massa de aproximadamente 40,1% entre 251,81 °C e 307,44 °C, correspondente à decomposição térmica e reorganização

estrutural do sal. Esse comportamento confirma o papel do  $\text{CaCl}_2$  como agente altamente higroscópico, capaz de modificar significativamente o perfil térmico quando incorporado à matriz polimérica (Pinpru & Woramongkolchai, 2020).

Em contrapartida, o CMC puro apresenta uma perda inicial de umidade de 4,5%, seguida por um evento de decomposição mais expressivo em torno de 142 °C, resultando em uma perda de massa de 12,8%. Esse comportamento está relacionado à remoção de água mais fortemente ligada por ligações de hidrogênio e à reorganização parcial da estrutura amorfa da CMC, conforme amplamente descrito na literatura (Pinpru & Woramongkolchai, 2020).

Nos sistemas HCMC/ $\text{CaCl}_2$ , a presença de múltiplos eventos térmicos indica a formação de estruturas mais complexas decorrentes da interação iônica entre os grupos carboxilato da CMC e os íons  $\text{Ca}^{2+}$ . As amostras D2,5% e D10% exibem eventos iniciais em baixas temperaturas ( $T_{\text{onset}}$  entre 30 e 47 °C), associados à perda de água adsorvida e fracamente ligada, seguidos por eventos intermediários relacionados à desidratação de regiões coordenadas ao cálcio. O evento observado na faixa de 188–219 °C ( $T_{\text{max}} \approx 202$  °C) para a amostra D2,5% podem ser atribuídos à ruptura parcial das ligações iônicas  $\text{Ca}^{2+}(-\text{COO}^-)$  e ao início da degradação da cadeia polimérica modificada. Esse comportamento está de acordo com o descrito por Barud *et al.* (2011), que identificaram padrões semelhantes de degradação térmica na CB, com eventos distintos relacionados à perda de umidade, degradação da estrutura polimérica e formação de resíduos carbonizados.

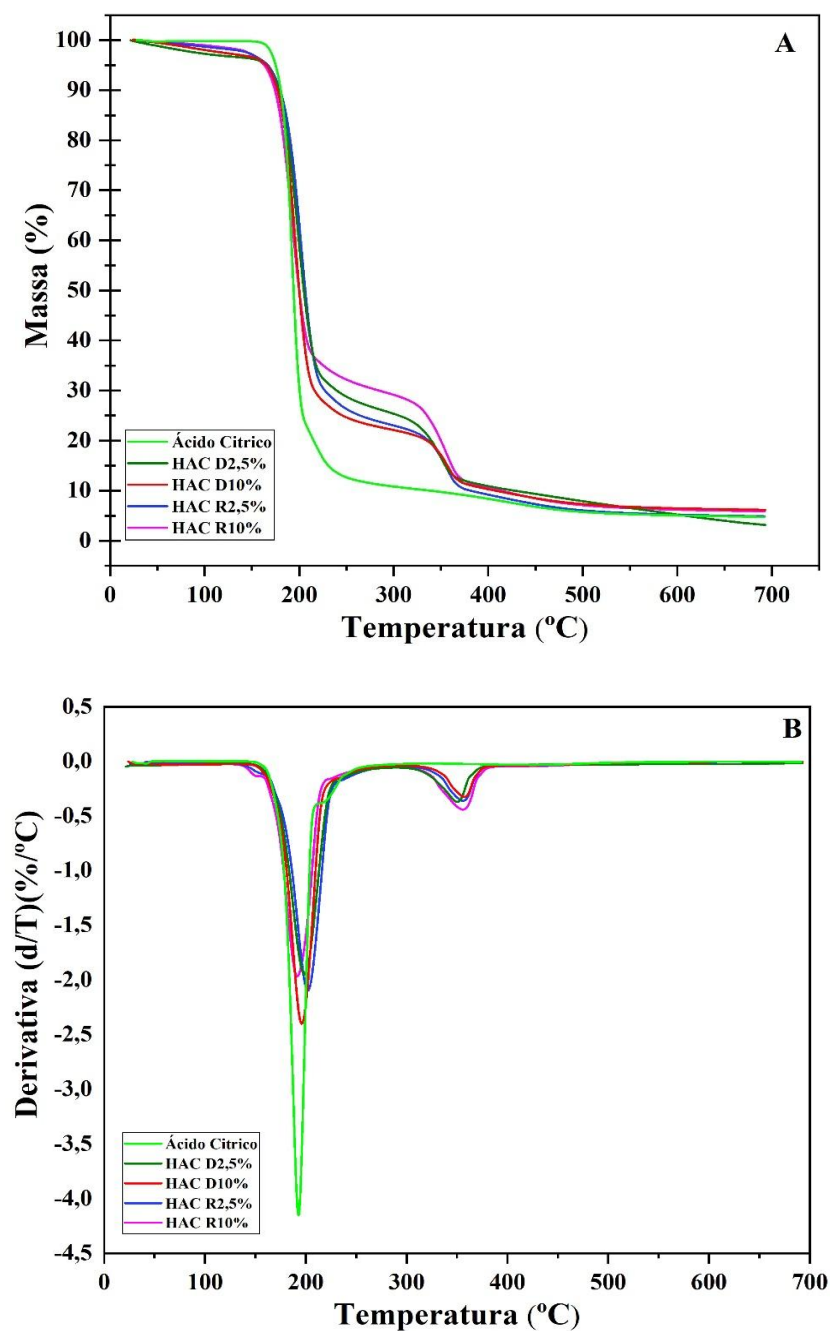
De forma semelhante, as amostras R2,5% e R10% apresentam múltiplos eventos térmicos bem definidos, refletindo maior heterogeneidade estrutural. A presença de três a quatro eventos térmicos sugere uma distribuição mais ampla de ambientes de ligação entre a HCMC e o  $\text{CaCl}_2$ , resultando em regiões com diferentes estabilidades térmicas. O deslocamento de alguns eventos para temperaturas mais elevadas, especialmente nas amostras R10%, indica um efeito estabilizante do aumento da concentração de  $\text{CaCl}_2$ , possivelmente devido ao maior grau de reticulação iônica, que restringe a mobilidade das cadeias poliméricas e retarda a degradação térmica (Huang *et al.*, 2006).

A análise das curvas DTG corrobora essas observações, evidenciando picos mais largos e menos intensos nos sistemas HCMC/ $\text{CaCl}_2$  em comparação à CMC pura, o que indica um processo de degradação mais gradual. Esse comportamento é característico de materiais reticulados ou ionicamente coordenados, nos quais a energia necessária para a degradação é distribuída entre diferentes eventos sobrepostos (Yang *et al.*, 2007).

Portanto, os resultados demonstram que a incorporação de  $\text{CaCl}_2$  à HCMC altera significativamente o comportamento térmico do material, promovendo a formação de estruturas com maior complexidade e estabilidade térmica variável, dependente da concentração e da condição de preparo.

A Figura 22 e a Tabela 12 ilustra os resultados apresentados pelas amostras de AC puros, bem como dos HCBK reticulados com AC.

**Figura 22** - Curvas TG (A) e DTG (B) do ácido cítrico e das amostras de HAC.



Fonte: Autoria própria.

**Tabela 12** - Valores de  $T_{onset}$  e  $T_{endset}$  do ácido cítricos e das amostras de HAC.

<b>Amostras</b>	<b>Eventos</b>	<b><math>T_{onset}</math> (°C)</b>	<b><math>T_{endset}</math> (°C)</b>	<b><math>T_{max}</math> (°C)</b>	<b>Perda de massa (%)</b>
<b>AC</b>	<b>1</b>	158,13	209,64	192,67	78,5
	<b>2</b>	210,98	238,28	218,49	11,2
<b>D2,5%</b>	<b>1</b>	158,96	227,10	198,86	68,4
	<b>2</b>	313,93	369,63	350,63	16,2
<b>D10%</b>	<b>1</b>	154,65	227,90	195,98	71,5
	<b>2</b>	326,69	374,41	357,66	15,1
<b>R2,5%</b>	<b>1</b>	143,79	161,35	151,13	4,2
	<b>2</b>	160,71	229,34	202,21	65,3
	<b>3</b>	324,94	374,57	356,22	15,8
<b>R10%</b>	<b>1</b>	137,57	158,16	149,22	6,8
	<b>2</b>	158,64	219,12	191,51	57,4
	<b>3</b>	318,39	374,89	356,06	19,2

**Fonte:** Autoria própria.

A análise termogravimétrica da amostra de AC (Figura 22a) evidencia um perfil de degradação quase completa em um único evento térmico, com perda de ~78,5% de sua massa entre 158 °C e 210 °C. Esse comportamento é característico da decomposição térmica do ácido cítrico, associada principalmente à descarboxilação e à liberação de produtos voláteis, conforme descrito por Barbooti e Al-Sammerrai (1986).

A incorporação do ácido cítrico à matriz polimérica promove alterações significativas na cinética de degradação térmica. As amostras contendo açúcar demerara mantiveram um perfil de degradação em dois estágios, no qual o primeiro evento, associado à fração ácida e ao início da degradação da estrutura polimérica, ocorre de

forma ligeiramente retardada em relação ao AC puro. Observa-se que a amostra D2,5% apresentaram perda de massa de 68,4% no primeiro estágio, indicando que a interação entre o ácido cítrico e a matriz favorece a preservação de uma fração sólida mais estável até o segundo evento, relacionado à carbonização da estrutura celulósica, entre 313 °C e 369 °C (Reddy e Yang, 2010).

As amostras contendo açúcar refinado, especialmente na concentração de 10%, apresentaram um comportamento térmico ainda mais complexo, com a ocorrência de três eventos de degradação bem definidos, refletindo maior heterogeneidade estrutural. O surgimento de um evento inicial em torno de 137–150 °C, com perda de massa relativamente baixa, pode ser atribuído à presença de frações de ácido cítrico não esterificado e/ou água de hidratação retida na rede polimérica.

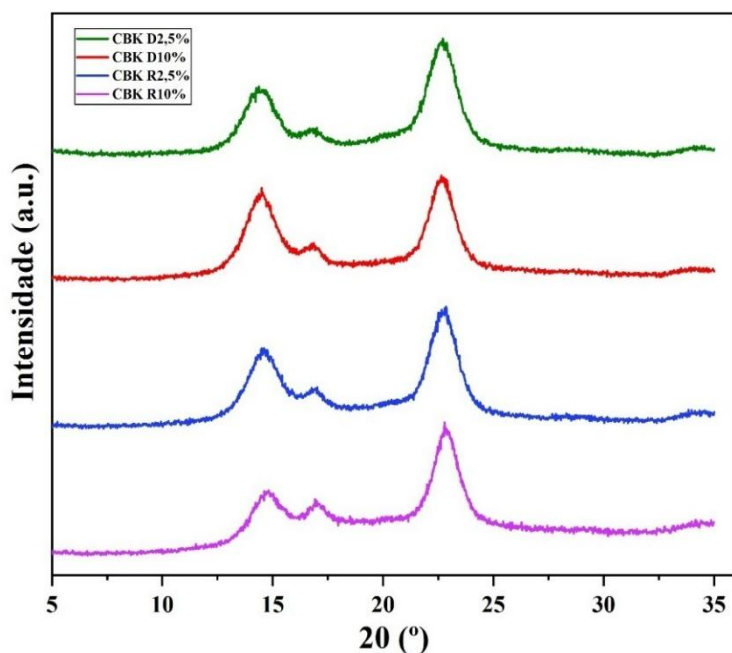
Entretanto, o deslocamento do  $T_{max}$  do estágio de carbonização para temperaturas superiores a 350 °C em todas as amostras indica que o ácido cítrico atua como agente de reticulação termoativado, promovendo a formação de ligações éster com a celulose, o que restringe a mobilidade das cadeias e retarda a degradação térmica do material.

A maior estabilidade térmica observada para a amostra D2,5%, caracterizada por menor perda de massa no primeiro estágio e um perfil de degradação mais contínuo, sugere que baixas concentrações de açúcar demerara favorecem uma reticulação mais homogênea com o ácido cítrico, resultando em materiais com desempenho térmico superior.

#### 6.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)

Ao analisar a Figura 23, que apresenta os espectros de difração de raios X (DRX) das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10% de açúcar demerara e refinado, observa-se uma elevada similaridade entre os perfis difratométricos obtidos, independentemente do tipo de açúcar utilizado na produção.

**Figura 23** - Espectroscopia de DRX das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10% de açúcar demerara e refinado.



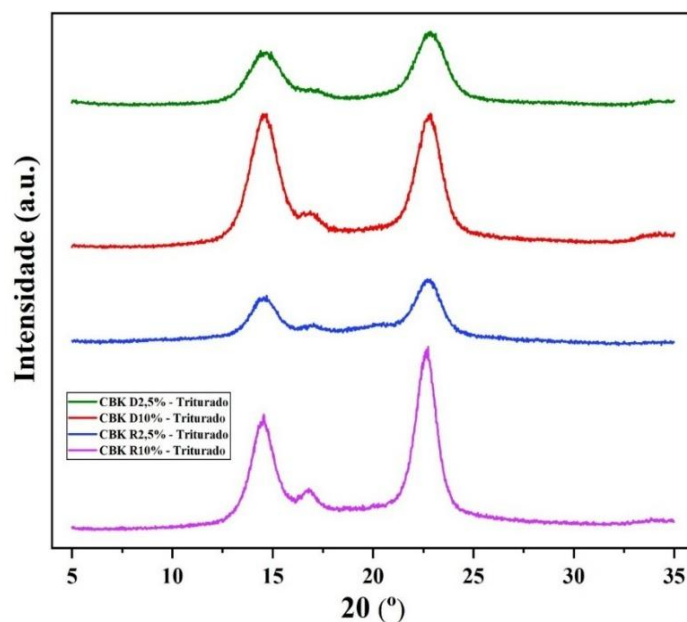
Fonte: Autoria própria.

A Figura 23 apresenta os padrões de difração de raios X das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10% de açúcar demerara e refinado. Observa-se que todas as amostras exibem perfis de difração semelhantes, com picos característicos da celulose tipo I localizados em torno de  $2\theta \approx 14,4^\circ$ ,  $16,9^\circ$  e  $22,6^\circ$  correspondentes aos planos cristalográficos (100), (010) e (110) típicos da celulose bacteriana (Agustina *et al.*, 2025; Karanicola *et al.*, 2026).

A sobreposição dos padrões de difração de raio X indica que a variação da fonte de carbono e de sua concentração não promoveu alterações significativas na estrutura cristalina da CBK, evidenciando que o processo biossintético manteve a organização cristalina característica da celulose bacteriana em todas as condições avaliadas (Daus *et al.*, 2025; Le *et al.*, 2025).

A Figura 24 apresenta os espectros de difração de raios X (DRX) dos hidrogéis produzidos a partir das amostras de celulose bacteriana obtidas a partir do meio de cultura contendo diferentes tipos de açúcar (Demerara e refinado), em concentrações de 2,5% e 10%, trituradas.

**Figura 24** - Espectroscopia de DRX das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10% de açúcar demerara e refinado, trituradas.



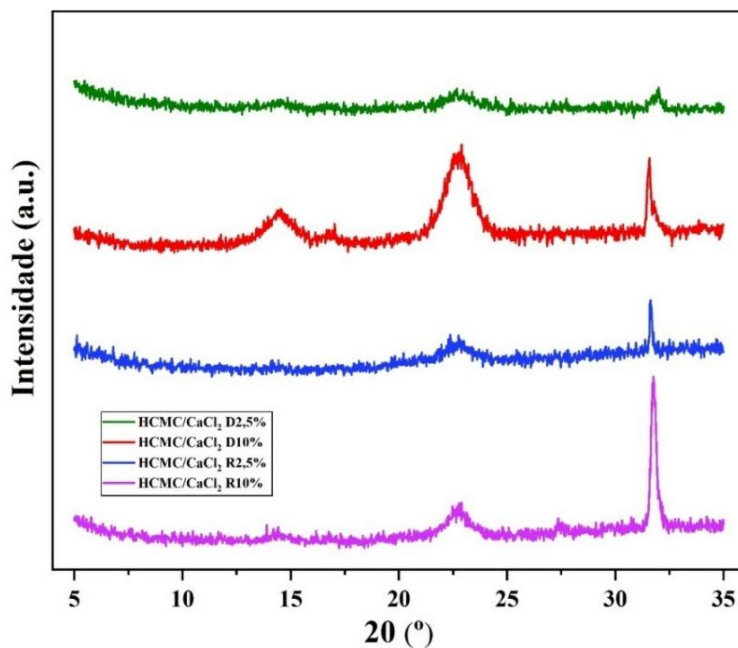
Fonte: Autoria própria.

A Figura 24 observa-se que os picos característicos da celulose I, permanecem presentes nas mesmas posições de  $2\theta$  ( $^{\circ}$ ), indicando que a identidade cristalina da celulose não foi alterada pela trituração.

Contudo, há uma redução geral da intensidade dos picos e um alargamento das bandas cristalográficas, especialmente no pico principal (22-23 $^{\circ}$ ). Esses efeitos refletem a desorganização parcial das regiões cristalinas induzidas pelo tratamento mecânico (trituração), o que é coerente com a literatura sobre efeitos da mecânica de moagem em materiais poliméricos cristalinos, onde a redução do tamanho de cristalitos e aumento de defeitos cristalinos tendem a aumentar a fração amorfa e alargar os picos no DRX.

O alargamento e redução de intensidade relativos nos picos de difração sugerem uma diminuição do tamanho de cristalitos e/ou maior heterogeneidade estrutural nas amostras trituradas, sem ocorrência de transição para outra polimorfia de celulose (como celulose II). Isso indica que a trituração atua mais como um agente de desorganização física do que como um agente de transformação estrutural química da fase cristalina.

A Figura 25 apresenta os espectros de difração de raios X (DRX) dos hidrogéis produzidos a partir das amostras de celulose bacteriana obtidas a partir do meio de cultura contendo diferentes tipos de açúcar (Demerara e refinado), em concentrações de 2,5% e 10% e reticulados com o cloreto de cálcio ( $\text{CaCl}_2$ ), doravante denominados HCMC/ $\text{CaCl}_2$ .

**Figura 25** - Espectroscopia de DRX das amostras de HCMC/CaCl<sub>2</sub>.

Fonte: Autoria própria.

Os padrões de raios X das amostras HCMC/CaCl<sub>2</sub> evidenciam um perfil predominantemente amorfo, caracterizado pela presença de uma banda larga na região entre  $2\theta \approx 14^\circ$  e  $22^\circ$ , típico de materiais poliméricos com baixa cristalinidade. Esse comportamento é coerente com a reticulação iônica promovida pelos íons Ca<sup>2+</sup>, que interferem na organização regular das cadeias poliméricas da carboximetilcelulose, reduzindo sua cristalinidade original.

A literatura demonstra que hidrogéis de CMC reticulados com CaCl<sub>2</sub> apresentam redução significativa da cristalinidade e a formação de uma fase amorfa, conforme evidenciado por padrões de raios X que não exibem picos cristalinos agudos após a reticulação. Por exemplo, Tuan *et al.* (2021) observaram que os padrões de CMC/CaCl<sub>2</sub> não apresentou picos cristalinos definidos, sendo caracterizado como uma fase amorfa, e que o índice de cristalização diminuiu significativamente após a modificação da CMC/CaCl<sub>2</sub>.

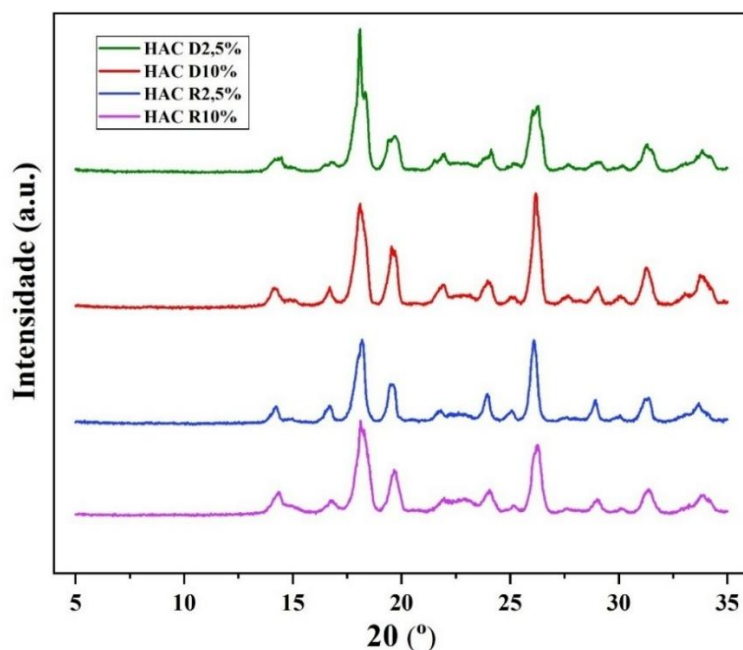
Além disso, estudos mais recentes também confirmam que hidrogéis de CMC formados por reticulação iônica com CaCl<sub>2</sub> apresentam transição da estrutura cristalina do polímero original para uma estrutura predominantemente amorfa, apropriada para aplicações onde a morfologia amorfa é desejável para a absorção e carregamento de fármacos ou outras moléculas (Rosle *et al.*, 2026).

Observa-se ainda a presença de um pico estreito em torno de  $2\theta \approx 31^\circ$ , especialmente na HCMC/CaCl<sub>2</sub> R10%, o que pode ser atribuído à cristalização residual do próprio sal CaCl<sub>2</sub> na matriz polimérica. Em hidrogéis poliméricos reticulados com sais inorgânicos, é comum que parte do agente reticulante permaneça ou cristalize na matriz quando utilizado em maiores concentrações, originando picos característicos nos padrões de raios X, sem refletir a estrutura cristalina do polímero (Tuan *et al.* 2021).

Portanto, os resultados indicam que a HCMC/CaCl<sub>2</sub> apresenta estrutura predominantemente amorfa, consistente com a literatura, e que o aumento da concentração de CaCl<sub>2</sub> favorece a presença de domínios cristalinos residuais do sal, sem comprometer a natureza amorfa predominante da matriz polimérica.

A Figura 26 apresenta os espectros de difração de raios X (DRX) dos hidrogéis produzidos a partir das amostras de celulose bacteriana obtidas a partir do meio de cultura contendo diferentes tipos de açúcar (Demerara e refinado), em concentrações de 2,5% e 10% e reticulados com ácido cítrico doravante denominados HAC.

**Figura 26** - Espectroscopia de DRX das amostras de HAC.



Fonte: Autoria própria.

A Figura 26 apresenta os padrões de raios X das amostras de CB reticulada com ácido cítrico. Todas as amostras exibem picos característicos da celulose tipo I, localizados em torno de  $2\theta \approx 14,4^\circ$ ,  $16,9^\circ$  e  $22,6^\circ$ , associados aos planos cristalográficos (1-10), (110) e (200), respectivamente, em concordância com os padrões reportados na literatura. Esses

resultados confirmam que a modificação química por esterificação com ácido cítrico não alterou fundamentalmente o arranjo cristalino da matriz, que permanece predominantemente como celulose I.

Além dos picos principais, observa-se a presença de reflexões secundárias nas regiões de 18–19°, 26–29° e 30–31°, as quais podem estar associadas a rearranjos estruturais e à reorganização da rede fibrilar da celulose decorrente do processo de reticulação química. Esses picos adicionais têm sido atribuídos na literatura a modificações na ordem cristalina e à formação de domínios semicristalinos após a incorporação de agentes reticulantes, como o ácido cítrico (Nguyen *et al.*, 2022; Salihu *et al.*, 2021).

Nota-se ainda que nas amostras produzidas com 10% de açúcares (refinado e demerara) há uma diminuição da intensidade relativa dos picos de difração e um leve alargamento das bandas quando comparadas às amostras produzidas com 2,5%, indicando um possível aumento da fração amorfa. Esse comportamento pode ser atribuído à formação de ligações éster entre os grupos carboxílicos do ácido cítrico e os grupos hidroxila da CB, o que interfere na rede de ligações de hidrogênio responsável pela organização cristalina das microfibrilas (Amaro-Reyes *et al.*, 2025).

Trabalhos como o de Amaro-Reyes *et al.* (2025) demonstram que a funcionalização da CB com ácido cítrico altera a densidade de ligações intermoleculares e pode reduzir o índice de cristalinidade e o tamanho dos cristalitos, em razão da interrupção das interações de hidrogênio originais e da formação de ligações covalentes adicionais entre cadeias adjacentes.

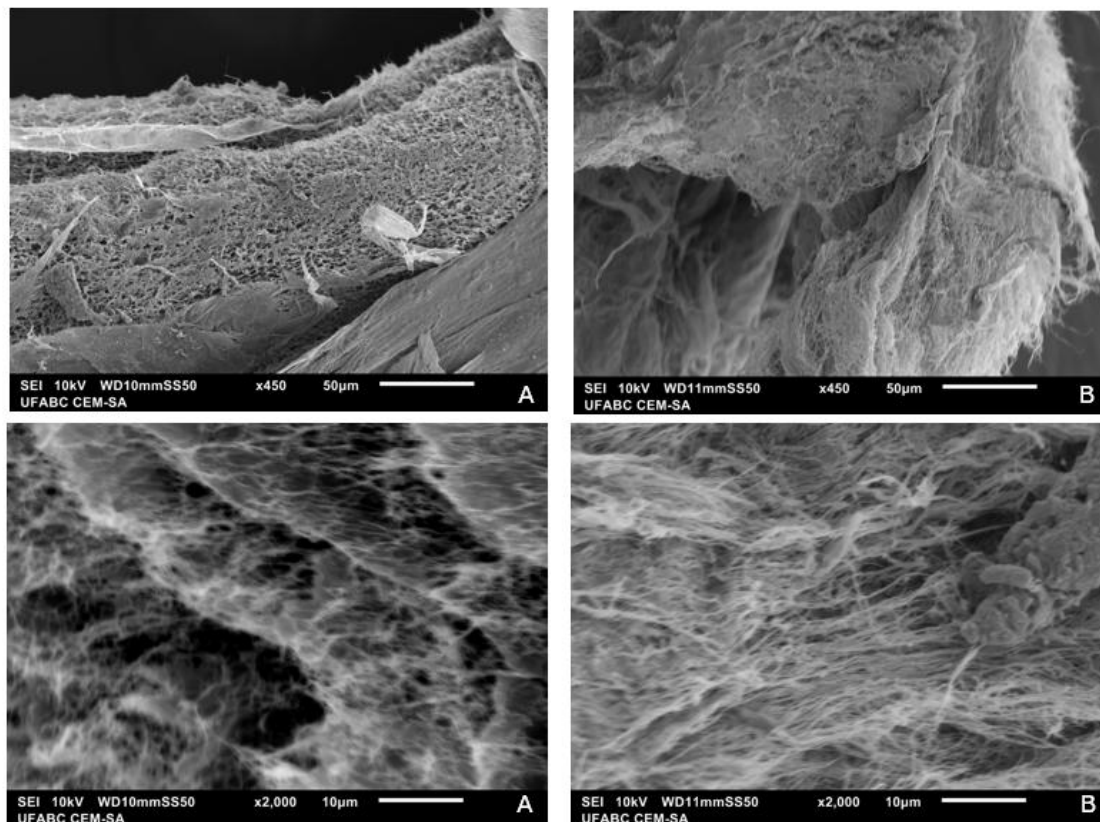
De maneira similar, Nguyen *et al.* (2022) observaram que a reticulação com ácido cítrico em sistemas à base de gellan gum e CB promove alterações nos padrões de difração de raios X, refletindo mudanças na organização estrutural da matriz polimérica. Esses resultados reforçam que a reticulação com ácido cítrico promove modificações na ordem cristalina da CB sem promover transformação de fase cristalina.

Portanto, os resultados de DRX indicam que a reticulação com ácido cítrico modifica principalmente a cristalinidade relativa da CB, enquanto a estrutura cristalina básica da celulose tipo I é preservada em todas as formulações, em concordância com estudos prévios que empregam ácido cítrico como agente reticulante da CB (Amaro-Reyes *et al.*, 2025; Salihu *et al.*, 2021).

## 6.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

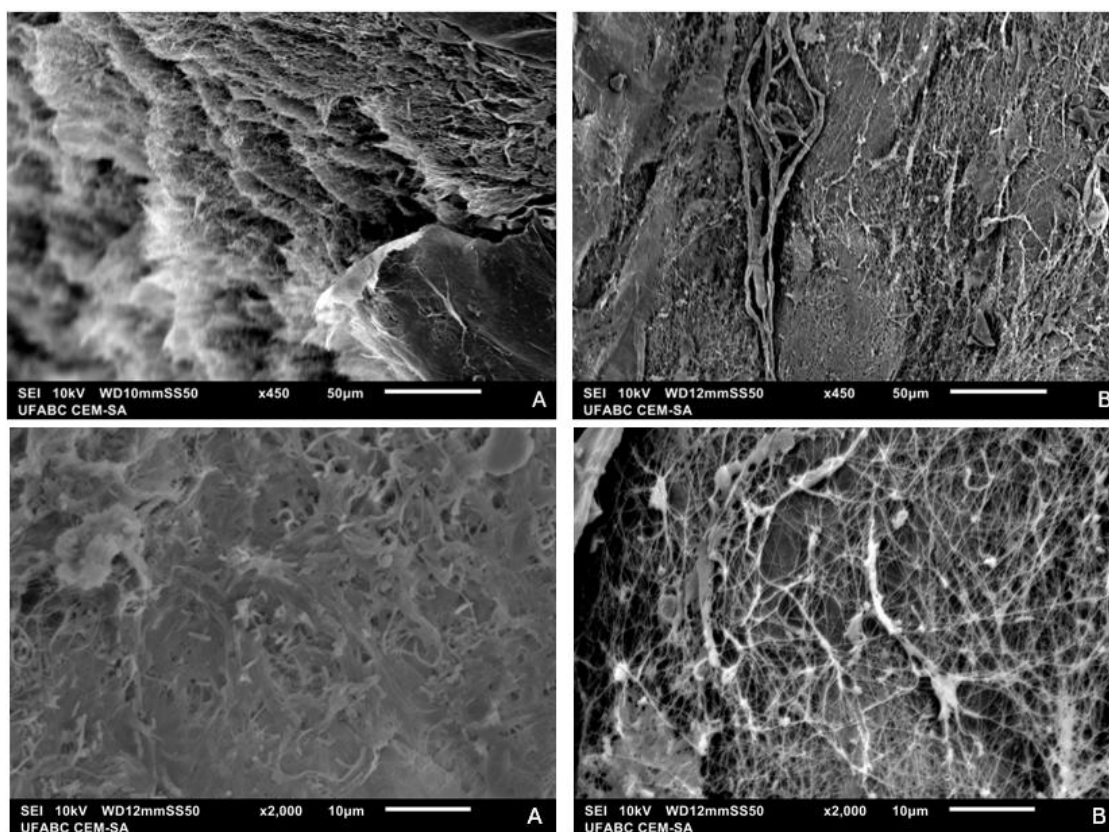
A Figura 27 apresenta as micrografias das amostras de CBK produzidas com 2,5% (A) e 10 % (B) de açúcar demerara e a Figura 28 apresenta as micrografias das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar refinado, ampliadas 450x e 2.000x após a liofilização.

**Figura 27** - Microscopia eletrônica de varredura para amostras da CBK produzidas com 2,5% (A) e 10 % (B) de açúcar demerara.



Fonte: Autoria própria.

**Figura 28** - Microscopia eletrônica de varredura das amostras de CBK produzidas com 2,5% (A) e 10% (B) de açúcar refinado, ampliadas 450x e 2.000x após a liofilização.



Fonte: Autoria própria.

As amostras de CBK apresentaram fibras finas, que se entrelaçam e se cruzam formando uma rede de fibrilas. A morfologia observada revela fibras limpas, o que evidencia a eficácia do protocolo de purificação na remoção completa de contaminantes em todas as amostras analisadas (Amarasekara *et al.*, 2024; Daus *et al.*, 2025).

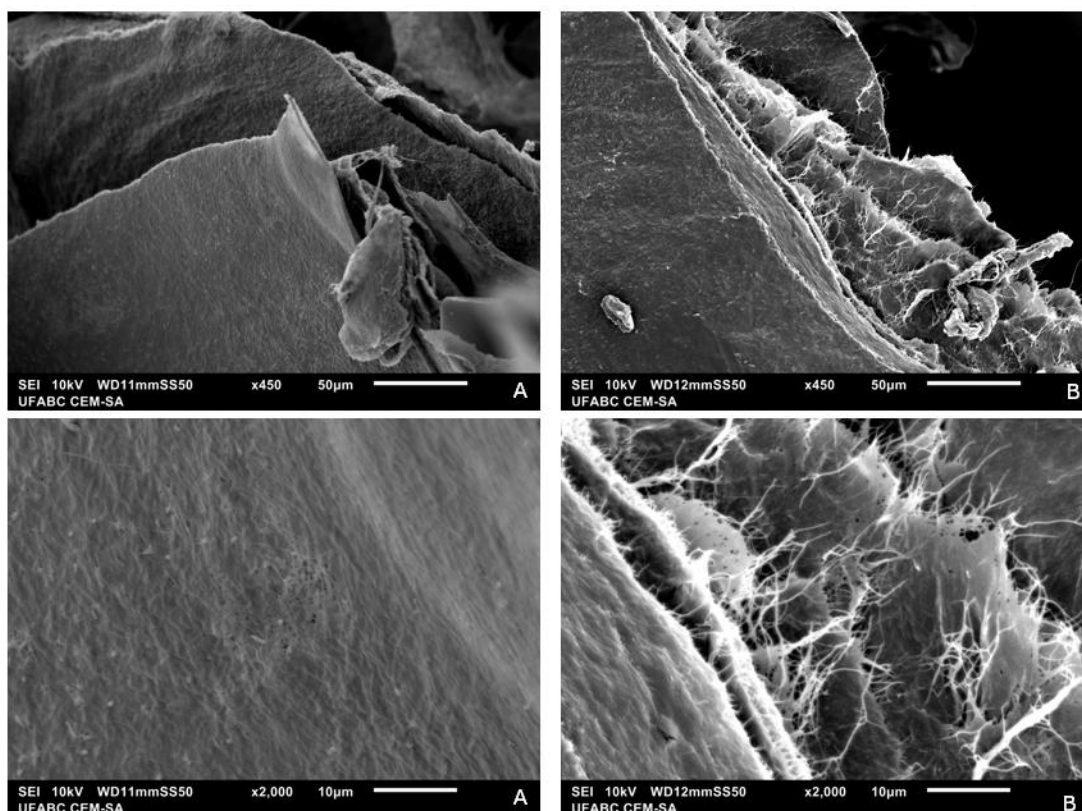
Quanto aos tipos e concentração de açúcar, é possível conferir que as amostras de açúcar demerara 2,5% (A) apresenta uma rede de nanofibras de celulose mais dispersa e porosa. É possível observar a presença de espaços vazios bem definidos entre os feixes de fibras. Essa estrutura sugere que a menor concentração do açúcar demerara o limitou a densidade de síntese bacteriana, resultando em uma membrana visualmente mais "aberta" e menos compacta. Essa porosidade pode favorecer aplicações que exijam alta permeabilidade ou maior capacidade de intumescimento.

Com o aumento da concentração de açúcar para 10% observa-se uma transição para uma estrutura mais densa e aglutinada. As nanofibras organizam-se em feixes mais compactos, reduzindo drasticamente a porosidade visível na superfície. Esse fenômeno

sugere uma maior disponibilidade de glicose/sacarose potencializou a atividade metabólica das bactérias, levando a uma deposição mais intensa de celulose. Estruturas com esse nível de compactação tendem a apresentar maior resistência mecânica à tração e menor permeabilidade gasosa (Salari *et al.*, 2019).

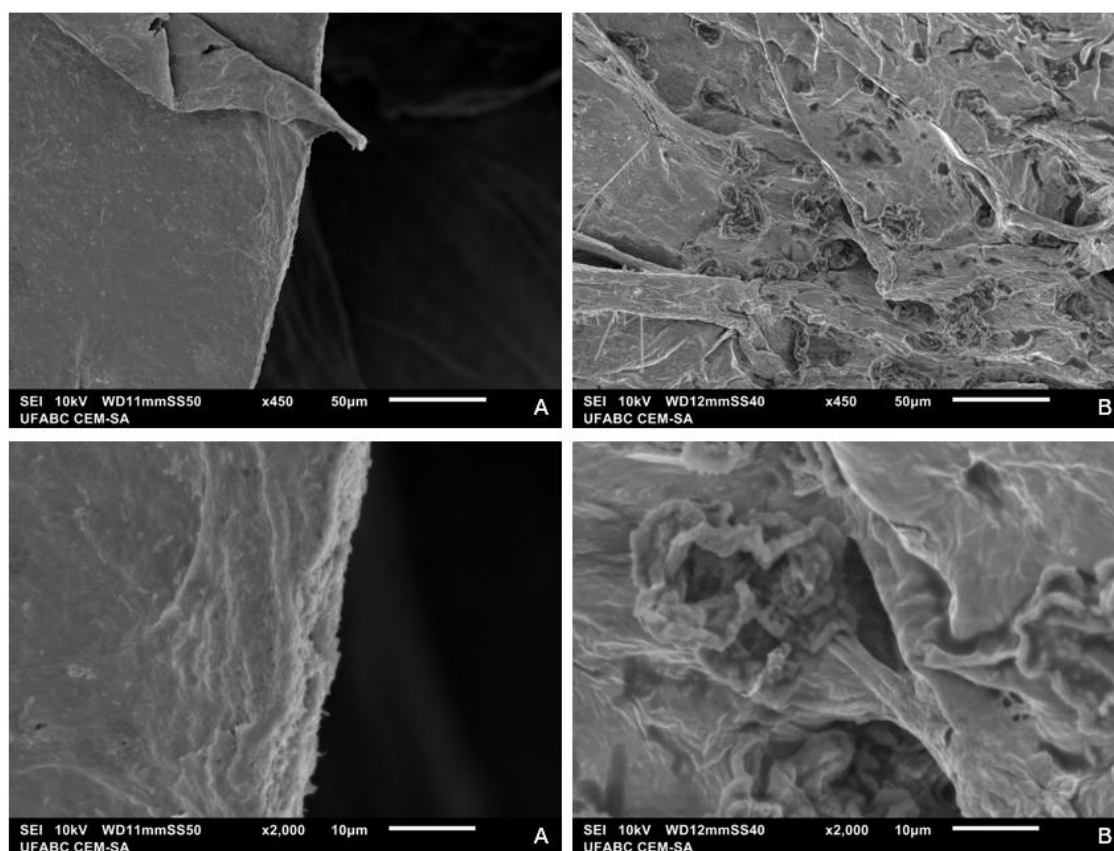
As Figuras 29 apresentam as micrografias dos HCMC/CaCl<sub>2</sub> produzidas com 2,5% (A) e 10 % (B) de açúcar demerara e a Figura 30 apresenta as micrografias dos HCMC/CaCl<sub>2</sub> produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar refinado, ampliadas 450x e 2.000x após a liofilização.

**Figura 29** - Microscopia eletrônica de varredura para amostras dos HCMC/CaCl<sub>2</sub> produzidas com 2,5% (A) e 10 % (B) de açúcar demerara, ampliadas 450x e 2.000x após a liofilização.



Fonte: Autoria própria.

**Figura 30** - Microscopia eletrônica de varredura para amostras dos HCMC/CaCl<sub>2</sub> produzidas com 2,5% (A) e 10 % (B) de açúcar refinado, ampliadas 450x e 2.000x após a liofilização.



Fonte: Autoria própria.

A análise das micrografias de varredura da Figura 29 e 30 revela a organização estrutural do sistema HCMC/CaCl<sub>2</sub> sob diferentes concentrações de açúcar demerara e refinado. Diferente das redes de celulose pura, estas amostras exibem umas superfícies mais lisas, características de polímeros reticulados.

Amostra com 2,5% de açúcar, observa-se uma estrutura de camadas sobrepostas com bordas bem definidas e uma superfície relativamente homogênea. A menor concentração de açúcar parece resultar em uma matriz onde a interação entre o polímero e o agente reticulante é predominante, formando uma estrutura lamelar sólida (Ahmadi *et al.*, 2025).

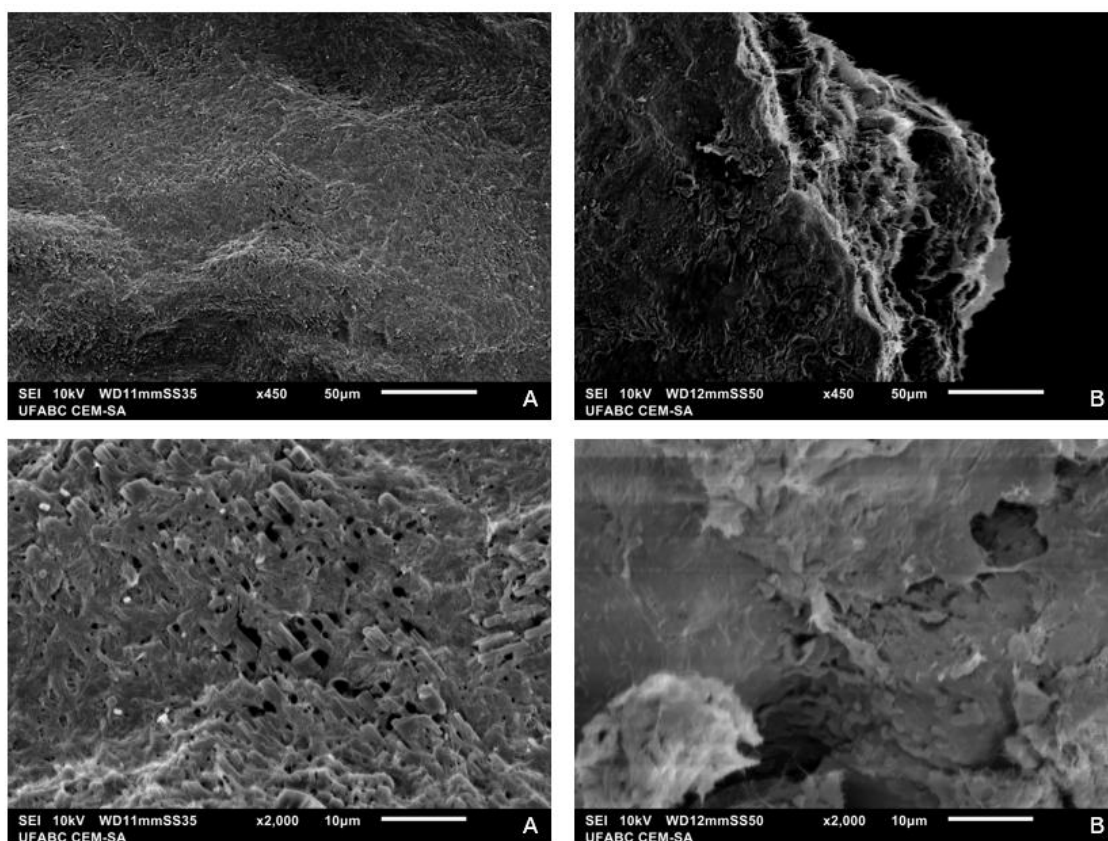
Já a amostra de 10% (B), nota-se uma maior desorganização e rugosidade na interface das camadas. Há uma presença visível de fibras e fibrilas projetando-se das fraturas, sugerindo que o excesso de açúcar pode estar atuando como um agente de

expansão ou interferindo na reticulação, tornando a rede mais complexa e menos "plana" que a amostra com 2,5%.

A análise morfológica indica que o açúcar demerara favorece a formação de compósitos com maior evidência de redes fibrilares, enquanto o açúcar refinado tende a produzir superfícies mais homogêneas em baixas concentrações, mas torna-se granular e poroso em concentrações elevadas (Mo *et al.*, 2025).

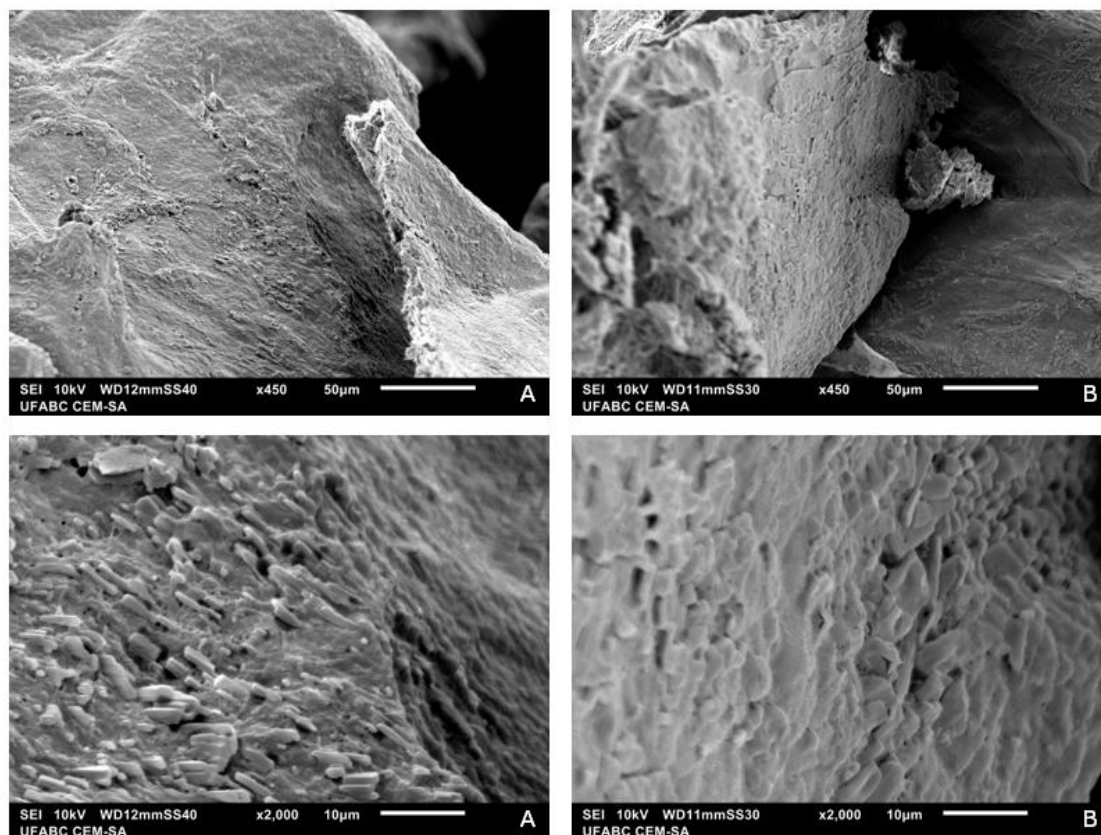
As Figuras 31 apresentam as micrografias dos HAC produzidas com 2,5% (A) e 10% (B) de açúcar demerara e a Figura 32 apresenta as micrografias dos HAC produzidas com 2,5% e 10% de açúcar refinado, ampliadas 450x e 2.000x após a liofilização.

**Figura 31** - Microscopia eletrônica de varredura para amostras dos HAC produzidas com 2,5% (A) e 10% (B) de açúcar demerara, ampliadas 450x e 2.000x após a liofilização.



Fonte: Autoria própria.

**Figura 32** - Microscopia eletrônica de varredura para amostras dos HAC produzidas com 2,5% (A) e 10 % (B) de açúcar refinado, ampliadas 450x e 2.000x após a liofilização.



Fonte: Autoria própria.

A análise das micrografias de varredura da Figura 31 e 32 revela a organização estrutural do sistema HAC sob diferentes concentrações de açúcar demerara e refinado. Em ambas as condições, observa-se a formação da típica rede tridimensional da celulose bacteriana, porém com diferenças morfológicas marcantes em função da concentração de açúcar utilizada.

A Figura 31 A apresenta uma superfície relativamente mais homogênea e compacta, com menor presença de descontinuidades estruturais. Essa morfologia sugere uma organização mais densa da rede fibrilar, associada à menor disponibilidade de substrato durante a fermentação (Ahmadi *et al.*, 2025).

Em contraste, a amostra produzida com 10% Figura 31 B, exibe uma estrutura significativamente mais irregular e heterogênea, com maior rugosidade superficial e regiões com colapsos e descontinuidades. Esse comportamento indica uma rede menos compacta e mais desorganizada, possivelmente influenciada pela maior concentração de

açúcar e pela presença de impurezas minerais e compostos orgânicos residuais característicos do açúcar demerara, que podem interferir na biossíntese e no empacotamento das fibrilas de celulose.

A Figura 32 A apresenta uma morfologia mais compacta e homogênea, com menor evidencia de poros. Essa característica sugere uma organização mais densa da rede fibrilar, possivelmente associada a menor disponibilidade de carbono durante a fermentação, o que pode resultar em uma estrutura mais organizada das microfibrilas de celulose.

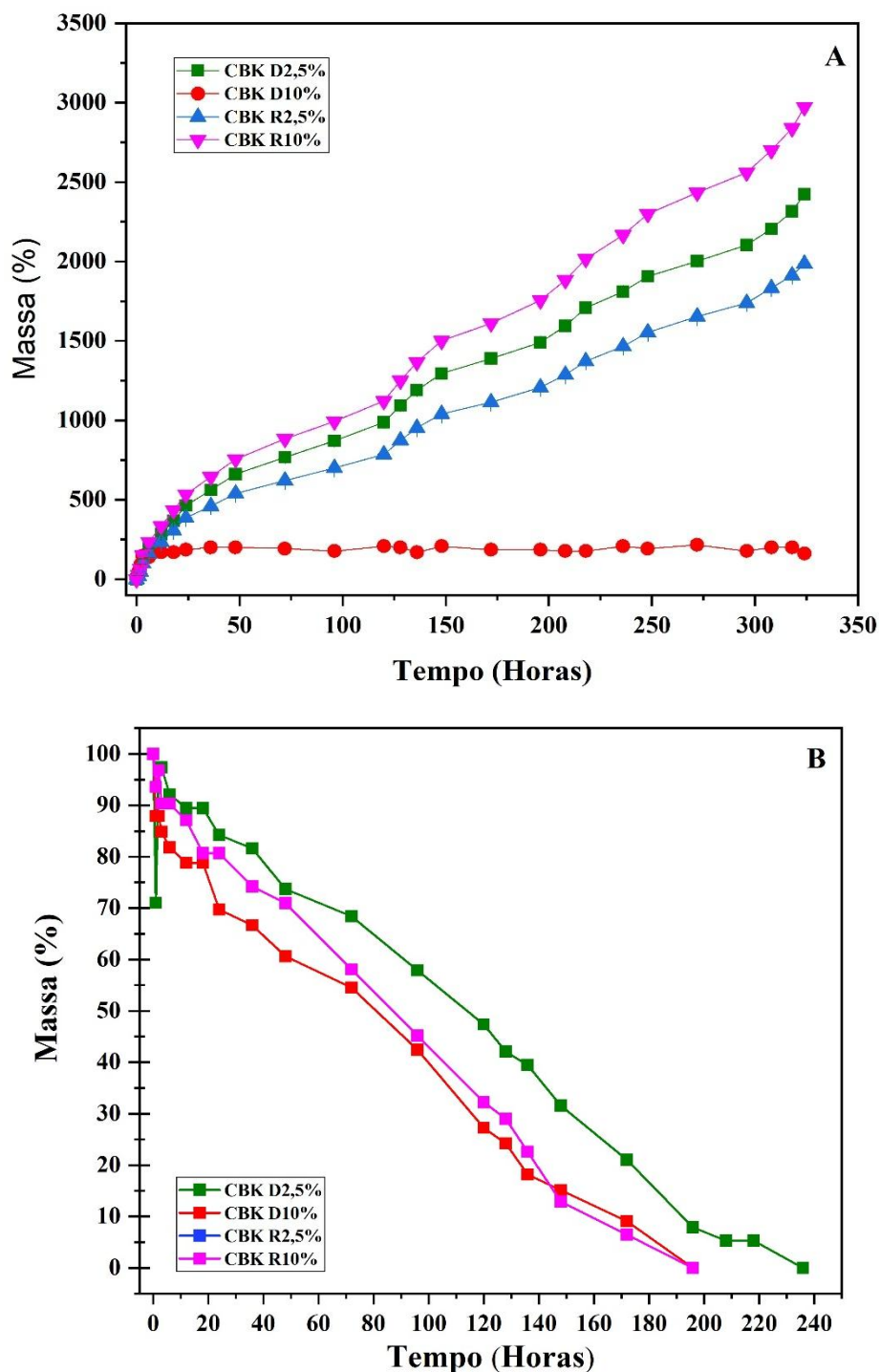
Por outro lado, a amostra B (Figura 32), exibe uma estrutura com maior irregularidade superficial, indicando uma rede menos compacta e com maior presença de poros. Esse comportamento pode ser atribuído a maior disponibilidade de substrato de carbono, durante o processo de fermentação, o que favorece uma organização menos ordenada das fibrilas.

Pode-se inferir que concentração de açúcar afeta a densidade da rede polimérica, influenciando propriedades como inchamento, difusão e resistência mecânica. Essas observações morfológicas corroboram com os dados de FTIR discutidos anteriormente e com o comportamento de intumescimento, discutido adiante.

## 6.6 INTUMESCIMENTO E DESSORÇÃO

O comportamento de dessorção e o intumescimento da CBK e dos hidrogéis de CBK foram avaliados com o objetivo de determinar sua adequação para aplicações ambientais.

**Figura 33** - Intumescimento das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar demerara e refinado (A) seguido do ensaio de dessorção (B).



Fonte: Autoria própria.

A Figura 33A apresenta o comportamento de intumescimento das amostras CBK produzida com diferentes concentrações de açúcar (2,5% e 10%) e tipos de açúcar (demerara e refinado). Observa-se que todas as amostras exibem um aumento progressivo

da massa ao longo do ensaio, indicando elevada afinidade da CBK com a água, característica típica de materiais celulósicos altamente hidrofílicos e com estrutura tridimensional porosa (Jozala *et al.*, 2016).

As amostras CBK R10% e D2,5% apresentaram os maiores índices de intumescimento, atingindo valores superiores a 2500% e 2300%, respectivamente, ao final do ensaio. Esse comportamento pode ser atribuído à maior capacidade de retenção de água associada a uma rede fibrosa menos compacta e com maior disponibilidade de grupos hidroxila livres, favorecendo a difusão e adsorção de água na matriz polimérica (Pogorelova *et al.*, 2020).

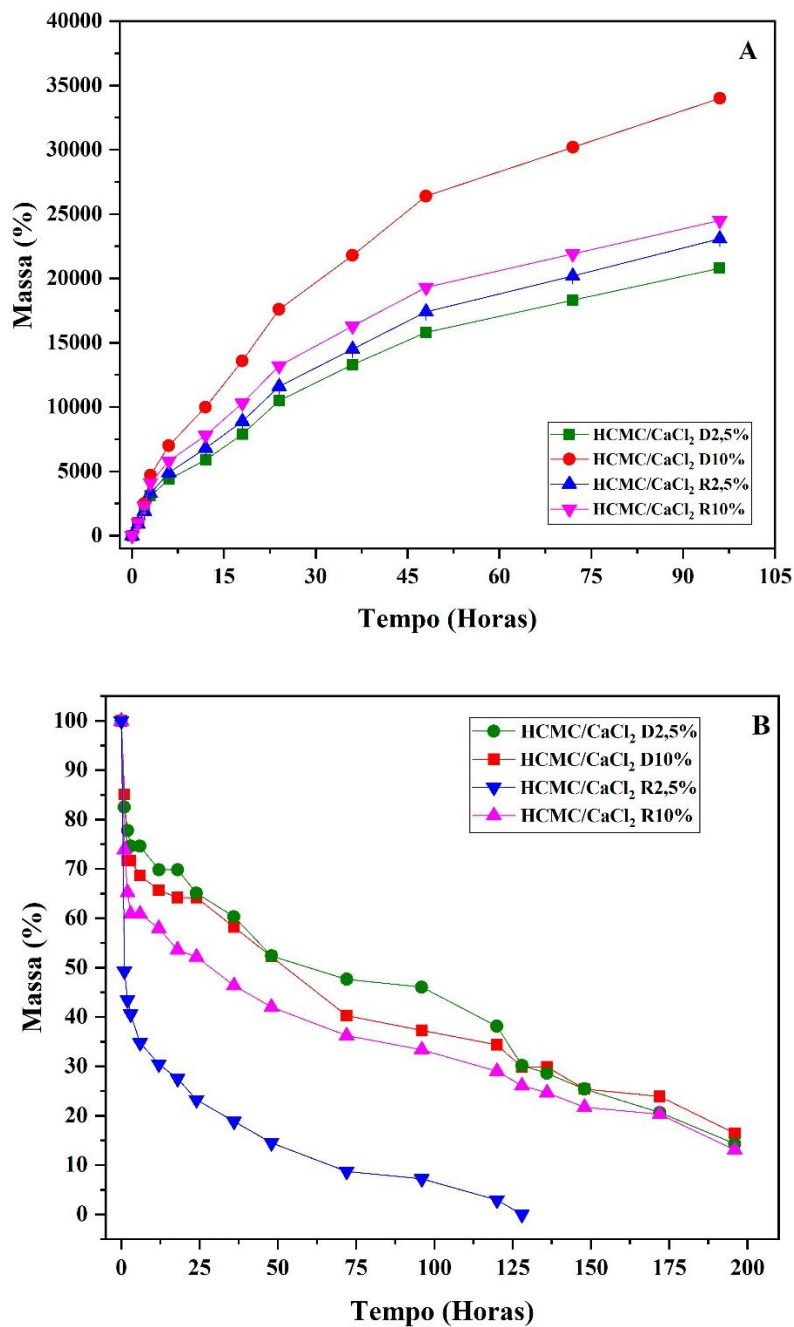
A CBK R2,5% também demonstrou intumescimento significativo, embora em menor magnitude quando comparada à CBK R10%, sugerindo que o aumento da concentração de açúcar refinado influencia diretamente a microestrutura do material, possivelmente promovendo a formação de uma rede mais aberta e com maior volume livre.

Por outro lado, a amostra CBK D10% apresentou comportamento atípico, com valores de intumescimento consideravelmente inferiores e praticamente constantes ao longo do tempo. Esse resultado sugere a formação de uma estrutura mais densa e compacta, possivelmente decorrente da presença de impurezas minerais e compostos residuais do açúcar demerara em maior concentração, que podem atuar como agentes de preenchimento ou induzir maior interação intermolecular entre as fibras de celulose, limitando a absorção de água.

De modo geral, os resultados evidenciam que tanto o tipo quanto a concentração do açúcar utilizado na produção da CBK exercem influência significativa sobre o comportamento de intumescimento do material.

Amostras com maior capacidade de absorção mostram potencial promissor para aplicações ambientais, como adsorventes, sistemas de liberação controlada e matrizes para remoção de contaminantes em meio aquoso (Zhu *et al.*, 2025).

**Figura 34 - Intumescimento dos HCMC/CaCl<sub>2</sub> (A) seguido do ensaio de dessorção (B).**



Fonte: Autoria própria.

Todas as amostras de HCMC/CaCl<sub>2</sub>, apresentou um aumento progressivo de massa (%) ao longo do tempo, evidenciando o caráter altamente hidrofílico da CB e sua capacidade de retenção de água. Essa propriedade está diretamente associada à sua estrutura nanofibrilar tridimensional altamente porosa, que favorece a difusão e o aprisionamento do solvente no interior da rede polimérica.

Até aproximadamente 10 h, todas as amostras apresentaram uma rápida absorção de água, atribuída à elevada porosidade intrínseca da CB e à abundância de grupos funcionais hidrofílicos, como as hidroxilas da celulose e os grupos carboxilato da CMC. Esse comportamento inicial é governado predominantemente por mecanismos difusivos, nos quais o solvente penetra rapidamente nos poros e espaços interfibrilares da rede nanofibrilar.

Com o avanço do tempo, diferenças significativas no grau de intumescimento tornam-se evidentes entre as amostras, refletindo tanto a fonte de carbono utilizada na síntese da CB quanto a concentração de açúcar empregada no meio fermentativo. As amostras produzidas com D10% apresentaram os maiores valores de intumescimento ao longo de todo o ensaio, alcançando aproximadamente 30.000% após 72 h. Esse comportamento pode ser associado à formação de uma rede polimérica menos compacta, possivelmente relacionada à presença de impurezas minerais e compostos orgânicos residuais no açúcar demerara, que podem interferir na organização microfibrilar da CB durante a biossíntese (Isopencu *et al.*, 2023).

Em contraste, as amostras produzidas com D2,5% exibiram os menores valores de intumescimento, indicando uma rede mais densa e com maior restrição à penetração de água. Esse resultado sugere que a menor disponibilidade de carbono durante a fermentação pode favorecer a formação de uma estrutura mais compacta da CB, resultando, após a reticulação com CMC/CaCl<sub>2</sub>, em uma maior densidade de ligações cruzadas efetivas, o que limita a expansão volumétrica da matriz.

As amostras obtidas a partir de açúcar refinado (R2,5% e R10%) apresentaram comportamento intermediário, com valores de intumescimento inferiores aos das amostras D10% e superiores aos das D2,5%. O açúcar refinado, por apresentar maior pureza e composição mais homogênea, tende a promover uma formação mais regular da rede nanofibrilar da CB, refletindo-se em um equilíbrio entre hidrofiliabilidade e densidade de reticulação após o tratamento com CMC e CaCl<sub>2</sub> (Mo *et al.*, 2025).

Nos ensaios de dessecção, todas as amostras apresentaram, nos tempos iniciais, uma queda acentuada da massa relativa, associada à remoção da água livre e fracamente ligada, presente principalmente nos macroporos e nos espaços interfibrilares da rede de CB. Esse comportamento é característico de hidrogéis altamente hidratados e está diretamente relacionado à estrutura porosa da CB e à elevada afinidade dos grupos hidroxila e carboxilato pela água (Capanema *et al.*, 2023).

Com o avanço do tempo, a taxa de dessecção diminuiu significativamente, indicando que a água remanescente se encontra mais fortemente associada à matriz polimérica, seja por ligações de hidrogênio, seja por interações iônicas mediadas pelos íons  $\text{Ca}^{2+}$ . Esse regime de dessecção lenta reflete a presença de uma rede polimérica reticulada, na qual a mobilidade da água é parcialmente restringida pela densidade de ligações cruzadas físicas e iônicas (Isopencu *et al.*, 2023).

A comparação entre as amostras evidencia diferenças marcantes relacionadas tanto à fonte de carbono quanto à concentração de açúcar utilizada na síntese da CB. A amostra HCMC/ $\text{CaCl}_2$  R2,5% apresentaram a menor retenção de água ao longo do tempo, atingindo valores inferiores a 0,3% após aproximadamente 100 h, o que sugere uma estrutura de rede mais compacta e maior eficiência de reticulação iônica. Esse comportamento está em concordância com os menores valores de intumescimento observados para essa formulação, indicando maior densidade de ligações cruzadas efetivas (Isopencu *et al.*, 2023).

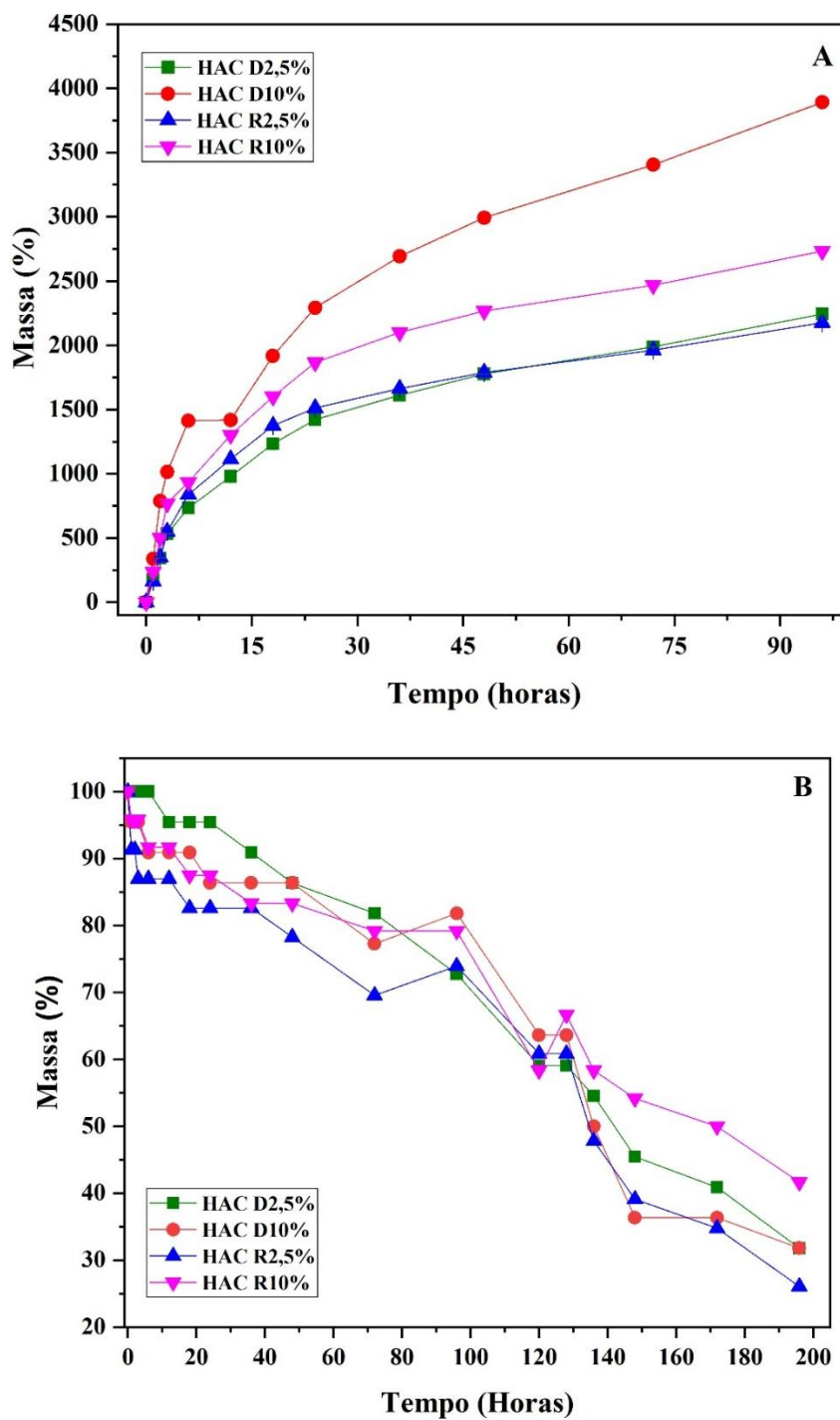
Por outro lado, as amostras HCMC/ $\text{CaCl}_2$  D10% e R10% apresentaram maior retenção de água durante o ensaio de dessecção, evidenciando redes menos restritivas à mobilidade do solvente. Esse comportamento está associado à maior incorporação de água durante o intumescimento e à presença de uma estrutura polimérica mais aberta, resultante da maior concentração de açúcar no meio fermentativo, que influencia a morfologia e a organização nanofibrilar da CB.

A amostra HCMC/ $\text{CaCl}_2$  D2,5% apresentaram comportamento intermediário, com uma dessecção mais lenta que a observada para R2,5%, porém mais pronunciada que para D10%, reforçando que a retenção de água nesses sistemas é governada por um equilíbrio entre hidrofiliabilidade, densidade de reticulação iônica promovida pelo  $\text{Ca}^{2+}$  e características estruturais herdadas da CB formada durante a fermentação (Zhang *et al.*, 2023).

A análise conjunta dos ensaios de intumescimento e dessecção evidencia uma relação inversa clara entre a capacidade de absorção/liberação de água e a densidade de ligações cruzadas, conforme descrito pela teoria de Flory–Rehner. Amostras com maior intumescimento, como D10%, também exibiram maior retenção de água durante a dessecção, indicando redes menos densamente reticuladas. Em contraste, sistemas com menor intumescimento, como R2,5%, apresentaram dessecção mais rápida e menor retenção de água, sugerindo maior densidade de ligações cruzadas efetivas

Esses resultados confirmam que a concentração de açúcar, aliada à reticulação iônica com CMC e CaCl<sub>2</sub>, permite ajustar de forma eficiente o comportamento hídrico das matrizes de CB, aspecto fundamental para aplicações que exigem controle da absorção e liberação de fluidos, como curativos, sistemas de liberação controlada e *scaffolds* para engenharia de tecidos.

**Figura 35** - Intumescimento dos HAC (A) seguido do ensaio de dessorção (B).



Fonte: Autoria própria.

A Figura 35 apresenta o comportamento de intumescimento (A) seguido do ensaio de dessorção (B) dos HAC, produzidos a partir de diferentes fontes e concentrações de açúcar. Em todas as amostras, observa-se elevada capacidade de absorção de água, característica de hidrogéis baseados em CB, associada à estrutura nanofibrilar tridimensional e à presença de grupos hidroxila disponíveis para interação com o solvente.

No ensaio de intumescimento (Figura 35A), todas as amostras apresentaram rápida absorção de água nos tempos iniciais, atribuída à difusão do solvente nos poros da rede da CB. Com o avanço do tempo, diferenças significativas tornam-se evidentes.

A amostra HAC D10% apresentou os maiores valores de intumescimento ao longo de todo o ensaio, atingindo aproximadamente 3.900% após 96 h, indicando uma rede menos compacta e com menor restrição à expansão volumétrica.

As amostras HAC D2,5% e HAC R2,5% exibiram os menores valores de intumescimento, sugerindo maior densidade de ligações cruzadas promovidas pelo ácido cítrico, o que limita a mobilidade das cadeias poliméricas e a incorporação de água. Já as amostras produzidas com R10% apresentaram comportamento intermediário, refletindo uma estrutura de rede com equilíbrio entre hidrofiliidade e grau de reticulação.

No ensaio de dessorção (Figura 35B), todas as amostras apresentaram redução gradual da massa ao longo do tempo, indicando liberação progressiva da água absorvida. Observa-se, nos tempos iniciais, uma queda mais acentuada da massa, associada à remoção de água livre e fracamente ligada. Em tempos mais longos, a dessorção torna-se mais lenta, sugerindo que a água remanescente se encontra mais fortemente associada à matriz polimérica por ligações de hidrogênio e ligações éster formadas entre o ácido cítrico e a CB (Mefthahi *et al.*, 2018)

A amostra HAC R2,5% apresentaram a dessorção mais rápida, indicando uma rede mais compacta e com maior eficiência de reticulação química. Em contraste, a amostra HAC D10% apresentou maior retenção de água, evidenciando uma estrutura menos reticulada, em concordância com os elevados valores de intumescimento observados.

A análise conjunta dos ensaios de intumescimento e dessorção evidencia uma relação inversa entre a capacidade de absorção/liberação de água e a densidade de ligações cruzadas nos HAC. Amostras com maior intumescimento apresentaram maior retenção de água durante a dessorção, enquanto aquelas com menor intumescimento exibiram liberação mais rápida do solvente, indicando maior densidade de ligações

cruzadas promovidas pelo ácido cítrico. Esses resultados confirmam que a fonte e a concentração de açúcar utilizadas na síntese da CB influenciam a arquitetura da rede polimérica e, conseqüentemente, o comportamento hídrico dos hidrogéis reticulados.

### 6.7 DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE DE LIGAÇÕES CRUZADAS

A Tabela 13 apresenta a densidade de ligações cruzadas ( $v_e$ ) das amostras de CBK produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar demerara e refinado.

**Tabela 13 - Densidade** de Ligações cruzadas das amostras CBK determinada pela teoria de Flory-Rehner.

<b>Amostras</b>	<b>Descrição</b>	<b>Açúcares</b>	<b>Densidade Ligações Cruzadas (<math>v_e</math>)</b>
<b>CBK controle</b>	CBK R2,5%	Refinado	$1,25 \times 10^{-8} \text{ mol/cm}^{-3}$
<b>CBK controle</b>	CBK R10%	Refinado	$8,7 \times 10^{-7} \text{ mol/cm}^{-3}$
<b>CBK controle</b>	CBK D2,5%	Demerara	$5,6 \times 10^{-8} \text{ mol/cm}^{-3}$
<b>CBK controle</b>	CBK D10%	Demerara	$6,5 \times 10^{-7} \text{ mol/cm}^{-3}$

**Fonte:** Autoria própria.

Os valores de densidade de ligações cruzadas ( $v_e$ ) obtidos para as amostras de CB pura, calculados a partir da equação de Flory–Rehner utilizando água como solvente, situam-se na faixa de  $10^{-8}$  a  $10^{-7} \text{ mol}\cdot\text{cm}^{-3}$ , o que é característico de redes poliméricas reticuladas. Esse comportamento é amplamente esperado para a CB não submetida a processos de reticulação química, uma vez que sua estrutura tridimensional é estabilizada predominantemente por interações físicas, especialmente ligações de hidrogênio intermoleculares.

A comparação entre as amostras evidencia uma relação inversa clara entre o grau de intumescimento e a densidade de ligações cruzadas. As amostras que apresentaram maiores massas inchadas em relação à massa seca, como as amostras R2,5% e R10%, exibiram os menores valores de  $v_e$ , indicando redes poliméricas mais abertas. Em particular, a amostra R10%, que apresentou a maior massa inchada (2972,222 g), resultou

no menor valor de densidade de ligações cruzadas ( $8,7 \times 10^{-9} \text{ mol}\cdot\text{cm}^{-3}$ ), reforçando a elevada capacidade de absorção de água da CB pura (Luo *et al.*, 2019).

Por outro lado, a amostra D10% apresentou o maior valor de  $v_e$  ( $6,5 \times 10^{-7} \text{ mol}\cdot\text{cm}^{-3}$ ), associado a um intumescimento significativamente menor quando comparado às demais. Esse comportamento sugere uma rede relativamente mais compacta, possivelmente decorrente de variações microestruturais inerentes ao processo fermentativo, como diferenças na densidade de fibras ou organização da rede nanofibrilar, fatores conhecidos por influenciar a capacidade de inchamento da CB mesmo na ausência de reticulação química.

A variabilidade observada entre as amostras, apesar da composição química idêntica, destaca a sensibilidade da CB às condições de síntese e processamento, como tempo de fermentação, disponibilidade de nutrientes e espessura. Esses fatores afetam diretamente a morfologia da rede tridimensional, refletindo-se nos valores de  $v_e$  calculados via intumescimento.

De forma geral, os resultados confirmam que a CB pura apresenta uma estrutura altamente hidratável e fracamente reticulada, o que a torna particularmente atrativa para aplicações que exigem elevada capacidade de absorção de água, permeabilidade e flexibilidade.

A Tabela 14 apresenta a densidade de ligações cruzadas ( $V_e$ ) das amostras de HCMC/ $\text{CaCl}_2$  produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar demerara e refinado.

**Tabela 14** - Densidade de Ligações cruzadas dos HCMC/ $\text{CaCl}_2$  determinada pela teoria de Flory-Rehner.

Amostras	Descrição	Açucares	Densidade Ligações Cruzadas ( $V_e$ )
HCMC/ $\text{CaCl}_2$	R2,5%	Refinado	$3,05 \times 10^{-5} \text{ mol}/\text{cm}^{-3}$
HCMC/ $\text{CaCl}_2$	R10%	Refinado	$2,90 \times 10^{-5} \text{ mol}/\text{cm}^{-3}$
HCMC/ $\text{CaCl}_2$	D2,5%	Demerara	$3,30 \times 10^{-5} \text{ mol}/\text{cm}^{-3}$
HCMC/ $\text{CaCl}_2$	D 10%	Demerara	$2,00 \times 10^{-5} \text{ mol}/\text{cm}^{-3}$

Fonte: Autoria própria.

A densidade de ligação cruzadas dos HCMC/CaCl<sup>2</sup>, ocorre por interação entre os grupos carboxilato da CMC e os íons Ca<sup>2+</sup>, resultando em pontes iônicas que promovem a ligação entre cadeias poliméricas. Esse tipo de reticulação física costuma gerar redes estáveis, com densidade diferencial conforme a concentração dos componentes e características da matriz original.

Os valores de densidade de ligações cruzadas confirmam uma relação inversa direta entre o grau de inchamento e  $v_e$ , conforme previsto pela teoria de Flory–Rehner. A amostra HAC D10%, que apresentou o maior grau de intumescimento, exibiu a menor densidade de ligações cruzadas, indicando uma rede polimérica menos compacta. Em contraste, a amostra HAC D2,5% apresentaram o maior valor de  $v_e$ , refletindo uma estrutura mais densamente reticulada.

As amostras produzidas com açúcar refinado apresentaram valores intermediários de  $v_e$ , sugerindo uma rede mais homogênea e menos sensível à variação da concentração de açúcar quando comparadas às amostras produzidas com açúcar demerara. Esses resultados corroboram os ensaios de intumescimento e dessorção, nos quais sistemas com menor densidade de ligações cruzadas apresentaram maior absorção e retenção de água.

Essa variação segue o padrão observado em estudos como o de desenvolvimento de hidrogéis de CMC com uso de CaCl<sub>2</sub>, onde o aumento da concentração de CMC até certo ponto eleva o conteúdo de gel, mas além desse limite, a eficiência cai devido à saturação iônica ou aglomeração polimérica (Cagnin, 2019; Morozkina, *et al.*, 2022).

A Tabela 15 apresenta a densidade de ligações cruzadas ( $V_e$ ) das amostras de HAC produzidas com 2,5% e 10 % de açúcar demerara e refinado.

**Tabela 15 - Densidade** de Ligações cruzadas das amostras HAC determinada pela teoria de Flory-Rehner.

Amostras	Descrição	Açúcares	Densidade Ligações Cruzadas ( $v_e$ )
HAC	R2,5%	Refinado	$3,6 \times 10^{-9} \text{ mol} \cdot \text{cm}^{-3}$
HAC	R10%	Refinado	$2,7 \times 10^{-9} \text{ mol} \cdot \text{cm}^{-3}$
HAC	D2,5%	Demerara	$4,9 \times 10^{-9} \text{ mol} \cdot \text{cm}^{-3}$
HAC	D 10%	Demerara	$2,4 \times 10^{-9} \text{ mol} \cdot \text{cm}^{-3}$

Fonte: Autoria própria.

O mecanismo de reticulação com ácido cítrico envolve reações de esterificação entre os grupos carboxila ( $-\text{COOH}$ ) do ácido e os grupos hidroxila ( $-\text{OH}$ ) da CBK, formando ligações éster estáveis. Esse processo é favorecido termicamente e resulta na formação de uma rede tridimensional covalente entre as cadeias de celulose.

Os HAC apresentaram densidades de ligações cruzadas extremamente baixas, mesmo após a reticulação química. Embora o ácido cítrico possa formar ligações éster covalentes com os grupos hidroxila da CB, a elevada cristalinidade e a organização nanofibrilar da CB limitam a acessibilidade desses grupos reativos. Como consequência, a reticulação ocorre de forma parcial e heterogênea, resultando em uma rede pouco densa e com elevada capacidade de expansão volumétrica, refletida nos altos valores de inchamento observados (Kanafi, *et al.*, 2019).

Nos sistemas reticulados com CMC/ $\text{CaCl}_2$ , a estabilização da rede ocorre predominantemente por meio de interações iônicas entre os grupos carboxilato da CMC e os íons  $\text{Ca}^{2+}$ , além de ligações de hidrogênio com a matriz de CB. Embora essas interações promovam a formação de uma rede tridimensional mais organizada, seu caráter físico e reversível limita o aumento efetivo da densidade de ligações cruzadas. Assim, mesmo após a reticulação iônica, os hidrogéis mantêm elevada hidrofiliabilidade e grande capacidade de absorção de água.

A relação inversa entre grau de inchamento e densidade de ligações cruzadas, prevista pela teoria de Flory–Rehner, foi claramente observada. A amostra que apresentou a maior massa inchada exibiu o menor valor de  $v_e$  ( $2,4 \times 10^{-9} \text{ mol} \cdot \text{cm}^{-3}$ ), indicando uma rede polimérica menos restritiva à mobilidade das cadeias e à difusão do solvente. Em

contraste, a amostra com menor inchamento apresentou maior densidade de ligações cruzadas ( $4,9 \times 10^{-9} \text{ mol}\cdot\text{cm}^{-3}$ ), sugerindo uma estrutura relativamente mais compacta, com maior limitação à expansão da rede.

As amostras com inchamento intermediárias apresentaram valores de densidade de ligações cruzadas (entre  $2,7 \times 10^{-9}$  e  $3,6 \times 10^{-9} \text{ mol}\cdot\text{cm}^{-3}$ ), confirmando que pequenas variações na eficiência da reticulação, seja pela extensão das ligações éster no caso do ácido cítrico, seja pela densidade de interações iônicas mediadas por  $\text{Ca}^{2+}$  na presença de CMC, resultam em diferenças significativas no comportamento de absorção de água.

A teoria de Flory–Rehner mostrou-se adequada para descrever qualitativamente o comportamento de intumescimento dos hidrogéis estudados, evidenciando a relação inversa entre grau de inchamento e densidade de ligações cruzadas. No entanto, sua aplicação quantitativa em sistemas naturais complexos apresenta limitações importantes.

A heterogeneidade estrutural da celulose bacteriana, a presença de múltiplos mecanismos de reticulação (iônica, física e covalente) e os efeitos eletrostáticos associados à CMC e ao  $\text{CaCl}_2$  resultam em desvios significativos das premissas do modelo clássico. Além disso, a variabilidade do parâmetro de interação polímero-solvente ( $\chi$ ) e a ausência da consideração de efeitos osmóticos contribuem para incertezas na determinação de  $v_e$ .

Apesar dessas limitações, os valores obtidos encontram-se dentro das faixas reportadas na literatura para hidrogéis polissacarídicos, indicando que o modelo fornece uma estimativa válida da densidade efetiva de reticulação. Dessa forma, os resultados devem ser interpretados como parâmetros comparativos entre as amostras, e não como valores absolutos da estrutura da rede polimérica.

## **CAPÍTULO 5**

---

### *Considerações Finais e Desenvolvimento Prospectivo*

## 7 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A produção de celulose bacteriana por meio da fermentação da Kombucha, planejada por delineamento fatorial com diferentes tipos e concentrações de açúcar, foi conduzida com êxito, mostrando-se fundamental para o desenvolvimento das etapas subsequentes. O planejamento fatorial adotado permitiu identificar as condições mais favoráveis à formação de membranas com maior espessura, contribuindo de forma decisiva para a otimização do processo de produção dos hidrogéis.

A obtenção dos hidrogéis de celulose bacteriana por meio da reticulação com agentes não tóxicos também foi bem-sucedida, sendo confirmada pelas análises de FTIR e TG, que evidenciaram a formação de ligações químicas nos sistemas contendo CMC/CaCl<sub>2</sub> e ácido cítrico. Os resultados de DRX indicaram a preservação do perfil cristalino da celulose tipo I, demonstrando que os processos de reticulação não comprometeram significativamente a estrutura do biopolímero, enquanto as análises de MEV confirmaram a formação de uma rede fibrosa tridimensional, em concordância com a literatura.

Os ensaios de intumescimento e a análise da densidade de ligações cruzadas evidenciaram que o comportamento de absorção de água está diretamente relacionado ao tipo de açúcar utilizado na fermentação. Nesse contexto, o açúcar demerara, especialmente na concentração de 10%, apresentou os melhores resultados, favorecendo a formação de redes menos densamente reticuladas e, conseqüentemente, hidrogéis com maior capacidade de absorção.

Os sistemas reticulados com carboximetilcelulose e íons cálcio apresentaram desempenho superior, com elevado grau de inchamento e baixa densidade de ligações cruzadas, resultado da eficiência da reticulação iônica, que preserva a estrutura nanofibrilar da celulose bacteriana e evita danos associados a métodos mais agressivos.

Esses achados evidenciam que o tipo de açúcar exerce influência significativa nas propriedades estruturais e funcionais dos materiais obtidos, destacando o açúcar demerara como uma alternativa mais adequada para a produção de hidrogéis com alto desempenho. A combinação entre celulose bacteriana, CMC e reticulação iônica com Ca<sup>2+</sup> mostra-se, portanto, uma estratégia eficaz para o desenvolvimento de materiais com elevada capacidade de retenção de água, flexibilidade estrutural e potencial aplicação em áreas ambientais e tecnológicas, como no tratamento de efluentes e na remoção de contaminantes.

Entretanto, algumas limitações devem ser consideradas, uma vez que os experimentos foram realizados em escala laboratorial, podendo não refletir integralmente o comportamento dos materiais em condições reais de aplicação. Além disso, a variabilidade dos substratos naturais pode influenciar a reprodutibilidade dos resultados, e a aplicação da teoria de Flory-Rehner para estimativa da densidade de ligações cruzadas em sistemas naturais e heterogêneos pode apresentar desvios em relação ao comportamento real.

Dessa forma, como perspectivas futuras, sugere-se a ampliação dos estudos para avaliação do desempenho dos hidrogéis em condições práticas de uso, bem como a investigação da escalabilidade do processo produtivo. Também se mostra relevante explorar novos agentes reticulantes e aprofundar a modelagem do comportamento de intumescimento e da rede polimérica, visando uma compreensão mais precisa das propriedades desses materiais e a otimização de suas aplicações.

## **8 DESENVOLVIMENTO PROSPECTIVO**

- Redação e submissão de artigos científicos oriundos do presente trabalho de dissertação.
- Avaliação da viabilidade dos hidrogéis para adsorção de metais potencialmente tóxicos.

## 9 REFERÊNCIAS

- Abdullah, N. H. *et al.* Comparative Physicochemical Characterization of Cellulose Extracted from Napier Grass, Bamboo, Oil Palm Fronds, and Empty Fruit Bunches. **Materials Chemistry and Physics**, p. 131527, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2025.131527>
- Agrawal, A.; Hussain, C. M. 3D-Printed Hydrogel for Diverse Applications: A Review. **Gels**, vol. 9, no 12, p. 960, 7 dez. 2023. Doi: <https://doi.org/10.3390/gels9120960>
- Ahmed, J. *et al.* Bacterial cellulose micro-nano fibres for wound healing applications. **Biotechnology advances**, v. 41, p. 107549, 2020. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2020.107549>
- Almeida, Y. A Gimenez, De A. I. Avanços Recentes em Hidrogéis Condutores à Base de Polipirrol: Uma Breve Revisão. **Revista Virtual de Química**, v. 14, n. 4, 2022. Doi: <https://doi.org/10.21577/1984-6835.20220016>
- Almihyaw, R. AH *et al.* Production and characterization of bacterial cellulose by *Rhizobium* sp. isolated from bean root. **Scientific Reports**, v. 14, n. 1, p. 10848, 2024. Doi : <https://doi.org/10.1038/s41598-024-61619-w>
- Amarasekara, A. S. *et al.* Chemical modifications of kombucha SCOBY bacterial cellulose films by citrate and carbamate crosslinking. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, v. 8, p. 100595, 2024. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.carpta.2024.100595>
- Amaro-Reyes, A. *et al.* Functionalized Bacterial Cellulose: A Potential Sustainable Adsorbent for Methylene Blue Removal. **Polysaccharides**, v. 6, n. 1, p. 8, 2025. Doi: <https://doi.org/10.3390/polysaccharides6010008>
- American Society for Testing and Materials – ASTM. – “Annual Book of Standard”, ASTM D 471, p.104 (1979). 9. American Society for Testing and Materials – ASTM. – “Annual Book of Standard”, ASTM 1239-55, p.175 (1979).
- Amorim, J. DP *et al.* Obtainment of bacterial cellulose with added propolis extract for cosmetic applications. **Polymer Engineering & Science**, v. 62, n. 2, p. 565-575, 2022. Doi: <https://doi.org/10.1002/pen.25868>
- An S. *et al.* Fabrication of starch-based hydrogels as drug-controlled release carriers: Characterization, anti-bacterial, and cytotoxicity assessment. **International Journal of Biological Macromolecules**, p. 149568, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.149568>
- Aouada, F. A.; Mattoso, L. H. C. Hidrogéis Biodegradáveis: uma opção na aplicação como veículos carreadores de sistemas de liberação controlada de pesticidas. **Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento - EMBRAPA**, v. 28, p. 1–32, 2009. <http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/658248/1/BPD282009.pdf>
- Araujo, I. MS *et al.* Hydrothermal synthesis of bacterial cellulose–copper oxide nanocomposites and evaluation of their antimicrobial activity. **Carbohydrate polymers**, v. 179, p. 341-349, 2018. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.09.081>
- Ariff, R. M. *et al.* Recent trends in Kombucha: Conventional and alternative fermentation in development of novel beverages. **Food Bioscience**, v. 53, p. 102714, 2023. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2023.102714>

Arserim-Uçar, D. K. *et al.* Characterization of bacterial cellulose nanocrystals: Effect of acid treatments and neutralization. **Food chemistry**, v. 336, p. 127597, 2021. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127597>

Arshad, S. *et al.* Replacement of refined sugar by natural sweeteners: focus on potential health benefits. **Heliyon**, v. 8, n. 9, 2022.

Agustina, W. *et al.* Effect of additives on bacterial cellulose yield and properties in Thai red tea Kombucha fermentation. **International Journal of Biological Macromolecules**, p. 149143, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.149143>

Aung, T.; Kim, M. J. A comprehensive review on kombucha biofilms: A promising candidate for sustainable food product development. **Trends in Food Science & Technology**, v. 144, p. 104325, 2024. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2024.104325>

Avcioğlu, N.H. Eco-friendly Production of Bacterial Cellulose with *Komagataeibacter intermedius* Strain by Using *Jasminum sambac* and *Camellia sinensis* Plants. **J Polym Environ** 32, 460–477 (2024). Doi: <https://doi.org/10.1007/s10924-023-03081-9>

Azad, A. *et al.* Adsorption of heavy metals onto alkali-activated pervious concrete: Mechanism, long-term performance, and leaching behaviour. **Science of The Total Environment**, v. 1007, p. 180936, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2025.180936>

Azeredo, H. M.C *et al.* Bacterial cellulose as a raw material for food and food packaging applications. **Frontiers in Sustainable Food Systems**, v. 3, p. 7, 2019. Doi: <https://doi.org/10.3389/fsufs.2019.00007>

Aziz, T. *et al.* A review on the modification of cellulose and its applications. **Polymers**, v. 14, n. 15, p. 3206, 2022. Doi : <https://doi.org/10.3390/polym14153206>

Balmaseda, A. *et al.* Production of grape marc kombucha: Valorization of wine byproduct. **LWT**, v. 210, p. 116882, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2024.116882>

Barbooti, M. M.; Al-Sammerrai, D. A. Thermal decomposition of citric acid. **Thermochemica acta**, v. 98, p. 119-126, 1986. Doi: [https://doi.org/10.1016/0040-6031\(86\)87081-2](https://doi.org/10.1016/0040-6031(86)87081-2)

Barud, H.S. *et al.* Kinetic parameters for thermal decomposition of microcrystalline, vegetal and bacterial cellulose. **J Therm Anal Calorim** 105, 421–426 (2011). Doi: <https://doi.org/10.1007/s10973-010-1118-9>

Barud, H.G. O. *et al.* Preparation and characterization of a bacterial cellulose/silk fibroin sponge scaffold for tissue regeneration. **Carbohydrate Polymers**, v. 128, p. 41- 51, 2015. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.04.007>

Bazhar, K. *et al.* Adsorption performance of heavy metals  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  and  $\text{Z}^{2+}$  contained in aqueous solutions by two types of clay: a kinetic study, mathematical and thermodynamic modelling. **Journal of the Indian Chemical Society**, p. 102241, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jics.2025.102241>

Benatti, L. P. *et al.* Experimentações em biomateriais: a Celulose Bacteriana como potencial para o Design. **Revista Transverso**, v. 1, n. 16, 2024. Doi: <https://doi.org/10.36704/transverso.v1i16.9003>

Bensalah, J. Removal of the textile dyes by a resin adsorbent polymeric: Insight into optimization, kinetics and isothermal adsorption phenomenally. **Inorganic Chemistry**

**Communications**, v. 161, p. 111975, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2023.111975>

Bianchet, R. T. *et al.* Applicability of bacterial cellulose in cosmetics—bibliometric review. **Biotechnology Reports**, v. 27, p. e00502, 2020. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.btre.2020.e00502>

Bishop, P. *et al.* Chemical composition of kombucha. **Beverages**, v. 8, n. 3, p. 45, 2022. Doi : <https://doi.org/10.3390/beverages8030045>

Borges, F. TP. *et al.* Characterizing the molecular architecture of hydrogels and crosslinked polymer networks beyond Flory–Rehner—I. Theory. **Biomacromolecules**, v. 21, n. 12, p. 5104-5118, 2020. Doi: <https://doi.org/10.1021/acs.biomac.0c01256>

Borges, F. TP. *et al.* Characterizing the molecular architecture of hydrogels and crosslinked polymer networks beyond Flory–Rehner. II: experiments. **Biomacromolecules**, v. 24, n. 4, p. 1585-1603, 2023. Doi: <https://doi.org/10.1021/acs.biomac.2c01339>

Bortolamedi, B. M. *et al.* Bioactive compounds in kombucha: A review of substrate effect and fermentation conditions. **Food Chemistry**, v. 385, p. 132719, 2022. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.132719>

Brandão, Pedro R. *et al.* Phylogenomic and comparative analyses support the reclassification of several *Komagataeibacter* species as novel members of the *Novacetimonas* *gen. nov.* and bring new insights into the evolution of cellulose synthase genes. **International Journal of Systematic and Evolutionary Microbiology**, v. 72, n. 2, p. 005252, 2022.

Brown, A. J. An acetic ferment which forms cellulose. **Journal of the Chemical Society, London**, v.49, p.432-439, 1886. Doi: <https://doi.org/10.1039/CT8864900432>

Cagnin, C. Hidrogel de Amido/Carboximetilcelulose reticulado com Trimetafosfato de Sódio. Trabalho de Dissertação. Programa de pós-graduação em ciências de alimentos da Universidade Estadual de Londrina. 2019.

Campano, C. *et al.* Enhancement of the fermentation process and properties of bacterial cellulose: a review. **Cellulose**, 23(1), 57–91. (2015). doi: <https://doi.org/10.1007/s10570-015-0802-0>

Capanema, N. S. V. *et al.* Bioengineered water-responsive carboxymethyl cellulose/poly (vinyl alcohol) hydrogel hybrids for wound dressing and skin tissue engineering applications. **Gels**, v. 9, n. 2, p. 166, 2023. Doi: <https://doi.org/10.3390/gels9020166>

Cao, Z. *et al.* Hidrogéis híbridos antibacterianos. **Macromol. Biosci.** 2021, 21, 2000252. Doi: <https://doi.org/10.1002/mabi.202000252>

Castro, C. *et al.* Structural characterization of bacterial cellulose produced by *Gluconacetobacter swingsii* *sp.* from Colombian agroindustrial wastes. **Carbohydrate Polymers**, v. 84, n. 1, p. 96-102, 2011. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.10.072>

Chagas, B. S. Produção de celulose bacteriana em meio à base de melação de soja em cultivo estático. 2018. 89 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) -Centro de Tecnologia, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2018.

- Chaussé, J. *et al.* Characterization of bacterial cellulose produced by the *KomEt* strain isolated from a kombucha SCOBY. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, [S.l.], v. 58, 103172, jun. 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.bcab.2024.103172>
- Chen, F. *et al.* Characterization of tea (*Camellia sinensis* L.) flower extract and insights into its antifungal susceptibilities of *Aspergillus flavus*. **BMC Complementary Medicine and Therapies**, v. 23, n. 1, p. 286, 2023. Doi: <https://doi.org/10.1186/s12906-023-04122-5>
- Chen, J. *et al.* Using static culture method to increase the production of *Acetobacter xylinum* bacterial cellulose. **Journal of Natural Fibers**, v. 21, n. 1, p. 2288286, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1080/15440478.2023.2288286>
- Chen, S.Q. *et al.* Mechanical properties and wound healing potential of bacterial cellulose-xyloglucan-dextran hydrogels. **Carbohydrate Polymers**, v. 321, p. 121268, 2023. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2023.121268>
- Cheng, W. *et al.* Sustainable cellulose and its derivatives for promising biomedical applications. **Progress in Materials Science**, [s.l.], v. 138, 101152. 2023. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2023.101152>
- Chunshom, N. *et al.* Dried-state bacterial cellulose (*Acetobacter xylinum*) and polyvinyl-alcohol-based hydrogel: An approach to a personal care material. **Journal of Science: Advanced Materials and Devices**, v. 3, n. 3, p. 296-302, 2018. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jsamd.2018.06.004>.
- Coelho, R. M. D. *et al.* Kombucha. **International Journal of Gastronomy and Food Science**, v. 22, p. 100272, 2020. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijgfs.2020.100272>
- Costa, P. D., & Biz, P. Cultivando materiais: o uso da celulose bacteriana no design de produtos. Anais do 3º Simpósio de Pós-Graduação em Design da ESDI. 2017.
- Cruz, M. A., Omar F. U., Alec A., M. D. Garcia, and L. Cerda-Mejía. 2024. "Advances in Bacterial Cellulose Production: A Scoping Review" **Coatings** 14, no. 11: 1401. <https://doi.org/10.3390/coatings14111401>
- Cubas, A. L. V. *et al.* Application of non-thermal plasma as an alternative for purification of bacterial cellulose membranes. **Sustainable Chemistry and Pharmacy**, v. 29, p. 100800, 2022. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.scp.2022.100800>.
- Curi, P. N. *et al.* Influence of different types of sugars in physalis jellies. **Food Science and Technology**, v. 37, p. 349-355, 2017. Doi: <https://doi.org/10.1590/1678-457X.08816>
- Daus, F. *et al.* Influence of the thickness of Symbiotic Culture of Bacteria and Yeast on purification and final properties of bacterial cellulose. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, v. 9, p. 100645, 2025. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.carpta.2024.100645>.
- De Carvalho, R. S. F. *et al.* Bacterial cellulose hydrogel produced by *Gluconacetobacter hansenii* using sugarcane molasses as medium: Physicochemical characterization for wound healing applications. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, v. 9, p. 100632, 2025. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.carpta.2024.100632>
- De Lima, G. F. *et al.* Nanocelulose como reforço em hidrogéis superabsorventes de carboximetilcelulose. 2020.

De Lima, C. S. A *et al.* Mucoadhesive gellan gum-based and carboxymethyl cellulose-based hydrogels containing gemcitabine and papain for bladder cancer treatment. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 242, p. 124957, 2023. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.124957>

De Melo, L. M. *et al.* Historical overview and current perspectives on kombucha and scoby: a literature review and bibliometrics. **Food Bioscience**, p. 104081, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2024.104081>

De Melo, L. M. *et al.* Perspectivas no aproveitamento de resíduos agroindustriais ricos em celulose para o desenvolvimento de biopolímeros comestíveis. **Revista Perspectiva**, v. 47, n. 179, p. 117-132, 2023.

De Miranda, J. F. *et al.* Kombucha: A review of substrates, regulations, composition, and biological properties. **Journal of Food Science**, v. 87, n. 2, p. 503-527, 2022. Doi: <https://doi.org/10.1111/1750-3841.16029>

Deng, L. *et al.* Bacterial cellulose-based hydrogel with regulated rehydration and enhanced antibacterial activity for wound healing. **International Journal of Biological Macromolecules**, 267, 131291. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.131291>

Dirpan, A. *et al.* Application of an intelligent sensor and active packaging system based on the bacterial cellulose of *Acetobacter xylinum* to meat products. **Sensors**, v. 22, n. 2, p. 544, 2022. Doi: <https://doi.org/10.3390/s22020544>

Du, M. *et al.* Sustainable Strategies on Cultivation, Modification and Rehydration of Bacterial Cellulose to Overcome Hornification for Industrial Applications: A Review. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, p. 100736, 2025. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.carpta.2025.100736>

Dudeja, I. *et al.* Citric acid: An ecofriendly cross-linker for the production of functional biopolymeric materials. **Sustainable Chemistry and Pharmacy**, v. 36, p. 101307, 2023. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.scp.2023.101307>

Duarte, É. B. *et al.* Celulose bacteriana: propriedades, meios fermentativos e aplicações. **Empresa Brasileira de Pesquisa**. ISSN 2179-8184. 2019. <http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/handle/doc/1109174>

Eggleston, G. *et al.* Use of differential scanning calorimetry and thermogravimetric analysis to characterize the thermal degradation of crystalline sucrose and dried sucrose-salt residues. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 44, n. 10, p. 3319-3325, 1996. Doi: <https://doi.org/10.1021/jf950836z>

Elias, L. P., De Vasconcelos T. L. B. Emprego do açúcar demerara na elaboração de geleia de laranja com cranberry (*Vaccinium macrocarpon*). **Nutrivisa Revista de Nutrição e Vigilância em Saúde**, v. 4, n. 2, p. 48-60, 2017.

Erbas, K. E. *et al.* Synthesis of bacterial cellulose using hot water extracted wood sugars. **Carbohydrates polymers**, v. 8, p. 124-131, 2015. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.01.036>

FENG, M. *et al.* Structural analysis of oxidized sucrose and its application as a crease-resistant crosslinking agent. **Polymers**, v. 14, n. 14, p. 2842, 2022. Doi: <https://doi.org/10.3390/polym14142842>

French, A. D. Glucose, not cellobiose, is the repeating unit of cellulose and why that is important. **Cellulose**, v. 24, n. 11, p. 4605-4609, 2017. Doi: <https://doi.org/10.1007/s10570-017-1450-3>

Fuller, M. E. *et al.* Evaluation of ATR-FTIR for analysis of bacterial cellulose impurities. **Journal of Microbiological Methods**, v. 144, p. 145-151, 2018. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.mimet.2017.10.017>

Gaggia, F. *et al.* Kombucha beverage from green, black and rooibos teas: a comparative study looking at microbiology, chemistry and antioxidant activity. **Nutrients** 11 (1), 1. 2019. Doi: <https://doi.org/10.3390/nu11010001>

Gao, Z. *et al.* Bifunctional modified bacterial cellulose-based hydrogel through sequence-dependent crosslinking towards enhanced antibacterial and cutaneous wound healing. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 296, p. 139737, 2025. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.139737>

Gea, S. *et al.* Investigation into the structural, morphological, mechanical and thermal behaviour of bacterial cellulose after a two-step purification process. **Bioresource technology**, v. 102, n. 19, p. 9105-9110, 2011. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2011.04.077>

Ghorpade, V. *et al.* Citric acid crosslinked cyclodextrin/hydroxypropylmethylcellulose hydrogel films for hydrophobic drug delivery. **International journal of biological macromolecules**, v. 93, p. 75-86, 2016. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.08.072>

Gottschalk, L. *et al.* Produção de Celulose Bacteriana e suas Aplicações. **Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária**. ISSN 1516-8247. 2021. <http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/infoteca/handle/doc/1132809>

Gregory, D. A. *et al.* Bacterial cellulose: A smart biomaterial with diverse applications. **Materials Science and Engineering: R: Reports**, v. 145, p. 100623, 2021. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.mser.2021.100623>.

Habib, M. B. *et al.* Development and Characterization of Dual-Functional Polymeric Hydrogels: A Sustainable Approach for Drug Delivery and Antimicrobial Applications. **Microbial Pathogenesis**, p. 108242, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.micpath.2025.108242>

Hackmann, T. J. The vast landscape of carbohydrate fermentation in prokaryotes. **FEMS Microbiology Reviews**, v. 48, n. 4, p. fuae016, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1093/femsre/fuae016>

Hassan, A. A. *et al.* Removal of methylene blue and rose bengal dyes from aqueous solutions using 1-naphthylammonium tetrachloroferrate (III). **Journal of Molecular Liquids**, v. 322, p. 114966, 2021. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2020.114966>

Hefnawy, M. A. *et al.* Competition between enzymatic and non-enzymatic electrochemical determination of cholesterol. **Journal of Electroanalytical Chemistry**, v. 930, p. 117169, 2023. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2023.117169>

Herbst, L. *et al.* Síntese de carboximetilcelulose por meio de celulose bacteriana produzida pelo SCOBY (cultura simbiótica de bactérias e leveduras) de kombucha utilizando três diferentes solventes. **Matéria** (Rio de Janeiro), v. 29, n. 4, p. e20240274, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1590/1517-7076-RMAT-2024-0274>

Hevira, L. *et al.* Terminalia catappa shell as low-cost biosorbent for the removal of methylene blue from aqueous solutions. **Journal of industrial and engineering chemistry**, v. 97, p. 188-199, 2021. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2021.01.028>

Higgins, Steven I. *et al.* Shifts in vegetation activity of terrestrial ecosystems attributable to climate trends. **Nature Geoscience**, v. 16, n. 2, p. 147-153, 2023. Doi : <https://doi.org/10.1038/s41561-022-01114-x>

Huang, C. *et al.* Preparation of Electroconductive Hydrogel and Its Application in the Sensing Field. **Materials Today Communications**, p. 114319, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2025.114319>

Huang, Y. *et al.* Effects of Ca<sup>2+</sup> crosslinking on structure and properties of waterborne polyurethane-carboxymethylated guar gum films. **Carbohydrate Polymers**, 66(4), 500-513. 2006. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2006.04.001>

Hurtta, M. *et al.* Melting behaviour of D-sucrose, D-glucose and D-fructose. **Carbohydrate research**, v. 339, n. 13, p. 2267-2273, 2004. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.carres.2004.06.022>

Hwang, Pai-An. *et al.* Enhancement of the mechanical and hydration properties of biomedical-grade bacterial cellulose using *Laminaria japonica* extract. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 308, p. 142688, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.142688>

Ikeda, M. E. T. S. *et al.* Unveiling the functional potential: Mineral analysis of kombucha enriched with spices as a flavorful health beverage. **South African Journal of Botany**, 171, 497-503. (2024). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.sajb.2024.06.030>

Isopencu, G. *et al.* Bacterial cellulose—carboxymethylcellulose composite loaded with turmeric extract for antimicrobial wound dressing applications. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 24, n. 2, p. 1719, 2023. Doi: <https://doi.org/10.3390/ijms24021719>

Jafari, M. S. *et al.* Facile and green carboxylation of never-dried bacterial cellulose produced from low-cost substrates: structural characterization and copper binding performance. **Materials Advances**, v. 6, n. 23, p. 8936-8951, 2025. Doi : <https://doi.org/10.1039/D5MA00725A>

Joseph, A. *et al.* Bacterial cellulose: A versatile biomaterial for biomedical application. **Carbohydrate Research**, p. 109350, 2024. ISSN 0008 6215. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.carres.2024.109350>

Jozala, AF. *et al.* Bacterial nanocellulose production and application: a 10-year overview. **Appl Microbiol Biotechnol** 100, 2063–2072 (2016). <https://doi.org/10.1007/s00253-015-7243-4>

Junior, S. R. K. *et al.* Produção e caracterização de filtros hidrofóbicos de celulose vegetal. **Brazilian Journal of Development**, v. 7, n. 3, p. 21677-21695, 2021. Doi: <https://doi.org/10.34117/bjdv7n3-061>

Kadier, A. *et al.* Use of industrial waste as sustainable nutrient sources for bacterial cellulose (BC) production: Mechanism, advances, and future perspectives. **Polymers**, v. 13, n. 19, p. 3365, 2021. Doi : <https://doi.org/10.3390/polym13193365>

Kalashnikova, O. *et al.* Production of bacterial cellulose using a symbiotic consortium of bacteria and yeast on soybean molasses medium. **LWT**, v. 205, p. 116480, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2024.116480>

Karanicola, P. *et al.* Recovery of bioactive compounds and manufacture of bacterial cellulose nanocrystals from citrus processing wastewater: An integrated biorefinery

approach. **International Journal of Biological Macromolecules**, p. 149443, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.149443>

Kanafi, N. *et al.* Citric acid cross-linking of highly porous carboxymethyl cellulose/poly (ethylene oxide) composite hydrogel films for controlled release applications. **Materials Today: Proceedings**, v. 7, p. 721-731, 2019. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.12.067>

Kaur, H. *et al.* Effect of optimized dosage and curing conditions on the performance enhancement of cementitious composites using bacterial cellulose. **Construction and Building Materials**, v. 472, p. 140950, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2025.140950>

Kong, P., Rosnan, S. M., & Enomae, T. (2024). Carboxymethyl cellulose–chitosan edible films for food packaging: A review of recent advances. *Carbohydrate polymers*, 346, 122612. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2024.122612>

Kowalczyk D, Kazmierczak W. Impact of Calcium Chloride Addition on the Microstructural and Physicochemical Properties of Pea Protein Isolate-Based Films Plasticized with Glycerol and Sorbitol. **Coatings**. 2024; 14(9):1116. Doi: <https://doi.org/10.3390/coatings14091116>

Kraisuriyawong, P. *et al.* Functionalizable bacterial cellulose composite membrane for guided tissue regeneration. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 268, p. 131655, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.131655>

Kumar, Manoj *et al.* In situ green synthesis of AgNPs in bacterial cellulose membranes and antibacterial properties of the composites against pathogenic bacteria. **Polymer Bulletin**, v. 81, n. 8, p. 6957-6978, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1007/s00289-023-05046-3>

Lau, Y. L.; Tang, P. L. Exploring the effects of fermentation time and the addition of paraprobiotic strain K-1 on the physicochemical, chemical, and antioxidant properties of black and green tea kombuchas sweetened with different sugars. **International Journal of Gastronomy and Food Science**, v. 40, p. 101152, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijgfs.2025.101152>

Laureys, D. *et al.* Kombucha Tea Fermentation : A Review. **Journal of the American Society of Brewing Chemists**, 78(3), 165– 174. (2020). Doi: 10.1080/03610470.2020.173415

Le, H. V. *et al.* Valorization of coconut water-derived bacterial cellulose in water treatment: environmentally benign modification to enhance the adsorption capacity for multiple heavy metal ions. **RSC advances**, v. 15, n. 49, p. 41514-41529, 2025. Doi : <https://doi.org/10.1039/D5RA05752C>

Lee, K.Y. *et al.* More than meets the eye in bacterial cellulose: Biosynthesis, bioprocessing, and applications in advanced fiber composites. **Macromolecular Bioscience**, v. 14, n. 1, p. 10–32, 2014. Doi : <https://doi.org/10.1002/mabi.201300298>

Lee, J. A. *et al.* Factors affecting the competitiveness of bacterial fermentation. **Trends in Biotechnology**, v. 41, n. 6, p. 798-816, 2023. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.tibtech.2022.10.005>

- Li, S. e Chen, L. DNA hydrogels for biomedical applications: Advances and prospects. **Chemical Engineering Journal**. 2025. 161157, ISSN 1385-8947. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.cej.2025.161157>
- Li, C. *et al.* Recent progress of natural materials-based hydrogel for postoperative chemotherapy. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, p. 114375, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2024.114375>
- Li, Z. *et al.* Effect of cellulose nanocrystals on bacterial cellulose hydrogel for oil-water separation. **Separation and Purification Technology**, v. 304, p. 122349, 2023. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2022.122349>
- Liao, X. *et al.* Multifunctional phenylboric acid modified carboxymethyl chitosan-based hydrogel crosslinked by tannic acid. **International Journal of Biological Macromolecules**, p. 140958, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.140958>
- Lin, J. *et al.* Optimization and Valorization of *Citrus reticulata*'Chazhi'Pulp Waste for Citric Acid Recovery and Juice Beverage Development. **LWT**, p. 119086, 2026. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2026.119086>
- Liu, Z. *et al.* Comparison of bacterial cellulose production by various biomass wastes as culture media. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 309, p. 143091, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.143091>.
- Liu, Z. *et al.* Preparation and characterization of bacterial cellulose by kombucha using corncob. **Cellulose**, v. 31, n. 11, p. 6625-6642, 2024. Doi : <https://doi.org/10.1007/s10570-024-06018-0>
- Liu, Z. *et al.* Preparation and characterization of bacterial cellulose synthesized by kombucha from vinegar residue. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 258, p. 128939, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.128939>
- Lormaneenopparat, P. *et al.* Bacterial cellulose composite hydrogel for preconcentration and mass spectrometric detection of thiol-containing biomarkers. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 253, p. 126855, 2023. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.126855>
- Luo, M.T. *et al.* Bacterial cellulose-based superabsorbent production: A promising example for high value-added utilization of clay and biology resources. **Carbohydrate polymers**, v. 208, p. 421-430, 2019. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.12.084>
- Ma, X. *et al.* “Self-heating” enabled one-pot synthesis of fluorescent carbon dots. **Engineered Science**, v. 9, 2019. Doi: <https://doi.org/10.30919/es8d805>
- Machado, Simone Silva. Tecnologia da fabricação do açúcar. **E-Tec Brasil**. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás. pg 20- 21. 2016.
- Mali, K. K. *et al.* Citric Acid Crosslinked Carboxymethyl Cellulose-based Composite Hydrogel Films for Drug Delivery. **Indian Journal of Pharmaceutical Sciences**, v. 80, n. 4, 2018. Doi:
- Martínez Leal, J. *et al.* A review on health benefits of kombucha nutritional compounds and metabolites. **CyTA - Journal of Food**, 16(1), 390–399. 2018. Doi: <https://doi.org/10.1080/19476337.2017.1410499>
- Martinez, J. C. *et al.* Production of bacterial cellulose from banana waste (*Musa paradisiaca*): A sustainable material for making cardboard paper. **Biocatalysis and**

**Agricultural Biotechnology**, v. 63, p. 103484, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.bcab.2024.103484>.

Meftahi, A. *et al.* Preventing the collapse of 3D bacterial cellulose network via citric acid. **J Nanostruct Chem** 8, 311–320 (2018). Doi: <https://doi.org/10.1007/s40097-018-0275-4>

Mendonça, I. *et al.* Solving urban water microplastics with bacterial cellulose hydrogels: leveraging predictive computational models. **Chemosphere**, v. 314, p. 137719, 2023. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2022.137719>

Meng Q. *et al.* A sustainable strategy for biosynthesis of bacterial cellulose using a microbial symbiotic culture from hemp (*Cannabis sativa* L.) waste hydrolysate. **Industrial Crops and Products**. Volume 234. 2025. 121509. ISSN 0926-6690

Meng, S. *et al.* Biosynthesis of positively charged bacterial cellulose hydrogel with antibacterial and anti-inflammatory function for efficient wound healing. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 279, p. 135263, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.135263>

Mfopa, A. N. *et al.* Phenolic compounds, antioxidants and antileishmanial activities of kombucha as affected by fermentation time. **Heliyon**, v. 10, n. 22, 2024. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e40463>

Mia, R. *et al.* Hydrogel-Based Nanocomposites for Enhanced Environmental Remediation. **Environmental Functional Materials**, 2025. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.efmat.2025.12.003>

Mir, I. S. *et al.* Functionalization of bacterial cellulose-based nanofibrous surfaces with antibacterial moieties for membrane biofouling mitigation. **Journal of Water Process Engineering**, v. 77, p. 108609, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2025.108609>

Mo, M. *et al.* Bacterial cellulose-based superabsorbent hydrogel for wet wound dressing. **Molecules**, v. 30, n. 3, p. 737, 2025. Doi: <https://doi.org/10.3390/molecules30030737>

Mohamad, S. *et al.* Lignin content analysis in oil palm frond juice base medium: Effect on bacterial cellulose production by *Acetobacter xylinum* 0416. **Cellulose**, v. 31, n. 3, p. 1467-1479, 2024. Doi : <https://doi.org/10.1007/s10570-023-05698-4>

Mohammadkazemi, F. *et al.* Production of bacterial cellulose using different carbon sources and culture media. **Carbohydrate polymers**, v. 117, p. 518-523, 2015. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.10.008>

Mondal, P. *et al.* Advances in Upcycling Waste Cellulose into Functional Materials: Strategies, Challenges, and Emerging Applications—A Comprehensive Review. **Next Research**, p. 100768, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.nexres.2025.100768>

Moraes, P. R. F. de S. *et al.* Bacterial cellulose/collagen hydrogel for wound healing. **Materials Research**, v. 19, n. 1, p. 106-116, 2016. Doi: <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2015-0249>

Morales, D. Biological activities of kombucha beverages: The need for clinical evidence. **Trends in Food Science & Technology**, v. 105, p. 323-333, 2020. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.09.025>

Morozkina, S. *et al.* The fabrication of alginate–carboxymethyl cellulose-based composites and drug release profiles. **Polymers**, v. 14, n. 17, p. 3604, 2022. Doi: <https://doi.org/10.3390/polym14173604>

- Neffe-Skocińska, K. *et al.* Acid contents and the effect of fermentation condition of Kombucha tea beverages on physicochemical, microbiological and sensory properties. **Cyta-journal of food**, v. 15, n. 4, p. 601-607, 2017. Doi: <https://doi.org/10.1080/19476337.2017.1321588>
- Nguyen, H. T. *et al.* Gellan gum/bacterial cellulose hydrogel crosslinked with citric acid as an eco-friendly green adsorbent for safranin and crystal violet dye removal. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 222, p. 77-89, 2022. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2022.09.040>
- Nistane, J. *et al.* Estimation of the Flory-Huggins interaction parameter of polymer-solvent mixtures using machine learning. **MRS Communications** 12, 1096–1102. 2022. Doi: <https://doi.org/10.1557/s43579-022-00237-x>
- N'Tsoukpoe, K. E. *et al.* A review on the use of calcium chloride in applied thermal engineering. **Applied Thermal Engineering**, v. 75, p. 513-531, 2015.
- Oliveira, R. V. *et al.* Biocompósito biodegradável hidrofóbico a base de amido de banana verde associado à celulose bacteriana. *Matéria* (Rio de Janeiro), v. 27, 2022. Doi: <https://doi.org/10.1590/1517-7076-RMAT-2021-49059>
- Oprea, M.; Panaitescu, D. M. Nanocellulose hybrids with metal oxides nanoparticles for biomedical applications. **Molecules**, v. 25, n. 18, p. 4045, 2020. Doi : <https://doi.org/10.3390/molecules25184045>
- Palácio, S. *et al.* Application of wound dressings based on bacterial cellulose in the healing of chronic and complex wounds: Trends and perspectives. **Research, Society and Development**, [S. l.], v. 13, n. 2, p. e1813244920, 2024. Doi : <https://doi.org/10.33448/rsd-v13i2.44920>
- Pan, X. *et al.* Bacterial cellulose hydrogel for sensors. **Chemical Engineering Journal**, v. 461, p. 142062, 2023. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.cej.2023.142062>
- Pandey, A. *et al.* Green synthesis and optimization of bacterial cellulose production from food industry by-products by response surface methodology. **Polymer Bulletin**, v. 81, n. 18, p. 16965-16998, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1007/s00289-024-05492-7>
- Panesar, P. S. *et al.* Production of microbial cellulose: Response surface methodology approach. **Carbohydrate Polymers**, v. 87, n. 1, 2012. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.08.002>
- Paronyan, M. *et al.* Co-Cultivation of *Komagataeibacter xylinus* MS2530 with Different Yeast Strains. Production and Characterization of Bacterial Cellulose Films. **Preprints** 2024, 2024122019. Doi: <https://doi.org/10.20944/preprints202412.2019.v1>
- Patel, P.; Thareja, P. Hydrogels differentiated by length scales: A review of biopolymer-based hydrogel preparation methods, characterization techniques, and targeted applications. **European Polymer Journal**, v. 163, p. 110935, 2022. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2021.110935>
- Patil, S. V. *et al.* Dewatering and drying of Kombucha Bacterial Cellulose for preparation of biodegradable film for food packaging. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 280, p. 136334, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.136334>

- Pereira, F.M. V.; Pereira-Filho, E. R. Aplicação de programa computacional livre em planejamento de experimentos: um tutorial. **Química Nova**, v. 41, n. 9, p. 1061- 1071, 2018. Doi: <https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170254>
- Phan-Van, T. *et al.* Cascara kombucha potential as a functional food for fasting glucose regulation, cholesterol control, and liver function modulation: in vitro and in vivo study. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 59, n. 11, p. 8908-8916, 2024. Doi : <https://doi.org/10.1111/ijfs.17477>
- Pigaleva, M. A. *et al.* A new approach to purification of bacterial cellulose membranes: What happens to bacteria in supercritical media? **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 147, p. 59-69, 2019. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2019.02.009>
- Pineda, L. D. C. *et al.* Técnicas de fermentación y aplicaciones de la celulosa bacteriana: una revisión. **Ingeniería y Ciencia**, Medellín, v. 8, n. 16, p. 307-335, 2012.
- Pinho, A. M. de M. R. *et al.* Traumatic perforations of the tympanic membrane: immediate clinical recovery with the use of bacterial cellulose film. **Brazilian Journal of Otorhinolaryngology**, v. 86, p. 727-733, 2020. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.bjorl.2019.05.001>
- Pinpru, N.; Weffectschai, S. Crosslinking effects on alginate/carboxymethyl cellulose packaging film properties. **Chiang Mai Journal of Science**, v. 47, n. 4, p. 712-722, 2020. <http://epg.science.cmu.ac.th/ejournal/>
- Pogorelova N. *et al.* Bacterial Cellulose Nanocomposites: Morphology and Mechanical Properties. **Materials**. 2020; 13(12) :2849. Doi : <https://doi.org/10.3390/ma13122849>
- Pohl, P., & Steckha, H. Elemental Composition of White Refined Sugar by Instrumental Methods of Analysis. **Critical Reviews in Analytical Chemistry**, 41(2), 100–113. 2011. Doi: <https://doi.org/10.1080/10408347.2011.538585>
- Popa, L. *et al.* Bacterial cellulose—a remarkable polymer as a source for biomaterials tailoring. **Materials**, v. 15, n. 3, p. 1054, 2022. Doi : <https://doi.org/10.3390/ma15031054>
- Pradhan A., S. Bista, R. Sharma. **Chemistry and applications of calcium chloride on post-harvest management, refrigeration systems, and industrial processes: A comprehensive review.** J Res Chem 2024;5(2):128-132. DOI: [10.22271/reschem.2024.v5.i2a.230](https://doi.org/10.22271/reschem.2024.v5.i2a.230)
- Queiroz, M. B. *et al.* Co-crystallized sucrose-soluble fiber matrix: Physicochemical and structural characterization. **LWT**, v. 154, p. 112685, 2022. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.112685>
- Quiñones-Cerna, C. *et al.* Bioconversion of agroindustrial asparagus waste into bacterial cellulose by *Komagataeibacter rhaeticus*. **Sustainability**, v. 16, n. 2, p. 736, 2024. Doi: <https://doi.org/10.3390/su16020736>
- Rabelo, L. G. *et al.* Membranas de celulose bacteriana e nanopartículas de prata para aplicações em tratamento de feridas e queimaduras. **Brazilian Journal of Implantology and Health Sciences**, v. 6, n. 8, p. 3595-3612, 2024. Doi : <https://doi.org/10.36557/2674-8169.2024v6n8p3595-3612>
- Rahman, Md. Saifur, Md. Saif Hasan, Ashis Sutradhar Nitai, Sunghyun Nam, Aneek Krishna Karmakar, Md. Shameem Ahsan, Muhammad J. A. Shiddiky, and Mohammad Boshir Ahmed. 2021. "Recent Developments of Carboxymethyl Cellulose" **Polymers** 13, no. 8: 1345. <https://doi.org/10.3390/polym13081345>

Rajwade, J. M. *et al.* Applications of bacterial cellulose and its composites in biomedicine. **Applied microbiology and biotechnology**, v. 99, p. 2491-2511, 2015. Doi: <https://doi.org/10.1007/s00253-015-6426-3>

Rauf A. B. D. *et al.* Optimized carboxymethyl cellulose (CMC) preparation from oil palm trunk (OPT) by response surface methodology (RSM). **International Journal of Biological Macromolecules**, p. 144235, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.144235>

Reddy, N.; Yang, Y. Citric acid cross-linking of starch films. **Food chemistry**, v. 118, n. 3, p. 702-711, 2010. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.05.050>

Reiniati, I. *et al.* Recent developments in the production and applications of bacterial cellulose fibers and nanocrystals. **Critical Reviews in Biotechnology**, v. 37, n. 4, p. 510–524, 2017. Doi: <https://doi.org/10.1080/07388551.2016.1189871>

Rodrigues, F. *et al.* Efficacy of bacterial cellulose hydrogel in microfiber removal from contaminated waters: A sustainable approach to wastewater treatment. **Science of the Total Environment**, v. 919, p. 170846, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2024.170846>

Rosle, N. *et al.* Oil palm empty fruit bunch-derived carboxymethyl cellulose hydrogel as a hydrophilic carrier for curcumin. **Materials Letters**, p. 139660, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2025.139660>

Ross P, Mayer R, Benziman M. 1991. Cellulose biosynthesis and function in bacteria. *Microbiol Rev* 55: <https://doi.org/10.1128/mr.55.1.35-58.1991>

Salari, M. *et al.* Preparation and characterization of cellulose nanocrystals from bacterial cellulose produced in sugar beet molasses and cheese whey media. **International journal of biological macromolecules**, v. 122, p. 280-288, 2019. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2018.10.136>

Saleh, A. K. *et al.* Multifunctional engineering of *Mangifera indica* L. peel extract modified bacterial cellulose hydrogel: unveiling novel strategies for enhanced heavy metal sequestration and cytotoxicity evaluation. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 278, p. 134874, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.134874>

Salihu, R. *et al.* Catalyst-free crosslinking modification of nata-de-coco-based bacterial cellulose nanofibres using citric acid for biomedical applications. **Polymers**, v. 13, n. 17, p. 2966, 2021. Doi: <https://doi.org/10.3390/polym13172966>

Santos, L. B. dos. Caracterização térmica de sacarose de cana-de-açúcar: amostras de padrão de referência, comercial e purificada. 2011. 117 f. Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista, Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas, 2011.

Shuangshuang H. *et al.* Mechanically robust and highly conductive bacterial cellulose hydrogels through synergy of directional freeze–thawing and salting-out for wearable sensors. **Chemical Engineering Journal**, v. 499, p. 156161, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.cej.2024.156161>

Sathianathan, N. *et al.* Optimisation of bacterial cellulose production by *Novacetimonas hansenii* isolated from pomegranate fruit wastes. **Journal of Molecular Liquids**, v. 422, p. 126912, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2025.126912>

Sharma, S. *et al.* A Comprehensive Exploration of Graphene and Graphene Oxide Based Hydrogels-Methods, Characteristics, and Applications. **Journal of the Indian Chemical Society**, p. 101782, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jics.2025.101782>

Shirai, A. *et al.* Biosynthesis of a novel polysaccharide by *Acetobacter xylinum*. **Int J Biol Macromol**, v. 16, n. 6, p. 297–300, 1994. Doi : [https://doi.org/10.1016/0141-8130\(94\)90059-0](https://doi.org/10.1016/0141-8130(94)90059-0)

Silva, I. G. R. *et al.* Bacterial cellulose and ECM hydrogels: An innovative approach for cardiovascular regenerative medicine. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 23, n. 7, p. 3955, 2022. Doi : <https://doi.org/10.3390/ijms23073955>

Srivastava, S.; Mathur, G. Investigating the effect of alkali treatment on physicochemical characteristics of Bacterial Cellulose synthesized by *Komagataeibacter saccharivorans* BC-G1. **The Microbe**, p. 100340, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.microb.2025.100340>

Taira, N. *et al.* Electrochemical printing of calcium alginate/gelatin hydrogel. **Electrochimica Acta**, v. 281, p. 429 - 436, 2018. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2018.05.124>

Takayama, G.; Kondo, T. Quantitative evaluation of fiber network structure– property relationships in bacterial cellulose hydrogels. **Carbohydrate Polymers**, v. 321, p. 121311, 2023. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2023.121311>

Tang, A. *et al.* Nanocellulose/PEGDA aerogel scaffolds with tunable modulus prepared by stereolithography for three-dimensional cell culture. **J. Biomater. Sci. Polym.** Ed. 2019, 30 , 797–814. Doi: <https://doi.org/10.1080/09205063.2019.1602904>

Techavuthiporn, C. *et al.* "Molecular interactions and functional performance of jicama starch–CMC films and coatings in extending banana shelf life." **Applied Food Research** (2026): 101720. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.afres.2026.101720>

TIAN, Y. *et al.* Functional Nucleic Acid Hydrogels: Paving the Way for Next-Generation Bone and Cartilage Regeneration. **Materials Today Bio**, p. 102708, 2025.

Tong, Z. W. *et al.* Kombucha fermentation: Functional properties, safety considerations, substrate alternatives, and future perspectives. **Journal of Food Composition and Analysis**, p. 108660, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2025.108660>

Tuan M. *et al.* Carboxymethyl cellulose hydrogel from biomass waste of oil palm empty fruit bunch using calcium chloride as crosslinking agent. **Polymers**, v. 13, n. 23, p. 4056, 2021. Doi: <https://doi.org/10.3390/polym13234056>

Tufan, M. Z. *et al.* Enhancing concrete microstructure with carboxymethyl cellulose (CMC) and microcrystalline cellulose (MCC): A comprehensive characterization using FTIR, TGA, and XRD. **Journal of Building Engineering**, v. 106, p. 112611, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jobbe.2025.112611>

Ulaganathan, G. M.E. *et al.* Fabrication, characterization, and application of guava pomace protein oleogel-based edible coating stabilized by electro-spun bacterial cellulose nanofiber. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 52, p. 101674, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2025.101674>

Ul-Islam, M. *et al.* Bacterial. cellulose–Aloe praetermissa hydrogels for enhanced antibacterial and biocompatible wound care. **Results in Chemistry**, p. 102792, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.rechem.2025.102792>

- Vera-Guerrero, D. *et al.* Sustainable kombucha production: a conceptual framework integrating life cycle assessment and circular economy principles. **Trends in Food Science & Technology**, p. 104996, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2025.104996>
- Villarreal-Soto, S. A. *et al.* Understanding kombucha tea fermentation: a review. **Journal of food science**, v. 83, n. 3, p. 580-588, 2018. Doi: <https://doi.org/10.1111/1750-3841.14068>
- Vo, T. S. *et al.* A comprehensive review of chitosan-based functional materials: From history to specific applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, p. 136243, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.136243>
- Wang, S. *et al.* 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**, v. 7, n. 71, p. 45145-45155, 2017. Doi: <https://doi.org/10.1039/C7RA08391B>
- Wang, J. Bacterial cellulose production, properties and applications with different culture methods –A review. **Carbohydrate Polymers**, 219(May), 63–76. 2019. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.05.008>
- Wang, L. *et al.* Physicochemical properties of bacterial cellulose from a strain of *Komagataeibacter intermedius* and analytical studies on its application. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 283, p. 137472, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.137472>
- Wang, X. *et al.* A conductive anisotropic hydrogel based on carboxymethyl cellulose and polyvinyl alcohol for intelligent ligament scaffold. **Polymer**, p. 129477, 2025. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2025.129477>
- Watawana, M. I. *et al.* Enhancement of the antioxidant and starch hydrolase inhibitory activities of king coconut water (*Cocos nucifera var. aurantiaca*) by fermentation with kombucha ‘tea fungus’. **International Journal of Food Science & Technology**, 51(2), 490-498. 2016. Doi: <https://doi.org/10.1111/ijfs.13006>
- Wu, Y. *et al.* A review on recent progress in polysaccharide/protein hydrogels in winter sports: Classification, synthesis routes, and application. **International Journal of Biological Macromolecules**, 140732. 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.140732>
- Yang, H. *et al.* Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. **Fuel**, v. 86, n. 12-13, p. 1781-1788, 2007. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2006.12.013>
- Yano, S. *et al.* Improvement of Mechanical and Thermal Properties of Epoxy Composites with Citric Acid Modified and Defibrated Cellulose Filler. **Polymer Degradation and Stability**, p. 111482, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2025.111482>
- Yassine, F. Culture medium pH influence on *Gluconacetobacter physiology*: Cellulose production rate and yield enhancement in presence of multiple carbon sources. **Carbohydrate Polymers** (2016). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.02.003>
- Yildirim, M. *et al.* Recent Advances in Bacterial Cellulose: From Sustainable Production to Environmental, Biomedical, and 3D Bioprinting Applications. **Chemical Engineering Research and Design**, 2026. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2026.01.009>
- Yong, Z. W. *et al.* Kombucha fermentation: Functional properties, safety considerations, substrate alternatives, and future perspectives. **Journal of Food Composition and Analysis**, p. 108660, 2025. Doi : <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2025.108660>

Zainal, S. H. *et al.* Preparation of cellulose-based hydrogel: A review. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 10, p. 935–952, 2021. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.12.012>

Zeng, W. *et al.* Statistical optimization of culture conditions for bacterial cellulose production by *Acetobacter xylinum* BPR 2001 from maple syrup. **Carbohydr Polym** 85:506–513 (2011). Doi: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.02.034>

Zhang, K. *et al.* Carboxymethyl chitosan/polyvinyl alcohol double network hydrogels prepared by freeze-thawing and calcium chloride cross-linking for efficient dye adsorption. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 253, p. 126897, 2023. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.126897>

Zhao, L. *et al.* Natural Polymer-Based Hydrogels: From Polymer to Biomedical Applications. **Pharmaceutics**, 15(10), 2514. 2023. Doi: <https://doi.org/10.3390/pharmaceutics15102514>

Zhao, T. *et al.* Novel Kombucha-Based Energy Drinks: Supplementation, Efficacy, and Safety. **Journal of Food Composition and Analysis**, p. 107696, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2025.107696>

Zheng, Y. *et al.* Comprehensive evaluation of quality and bioactivity of kombucha from six major tea types in China. **International Journal of Gastronomy and Food Science**, v. 36, p. 100910, 2024. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.132719>

Zhou, C. Wu, Q. Recent development in applications of cellulose nanocrystals for advanced polymer-based nanocomposites by novel fabrication strategies. Nanocrystals - Synthesis, Characterization and Applications. **IntechOpen**, 2012. Doi: 10.5772/48727

Zhou, H. One-pot production of colored bacterial cellulose. **Trends in Biotechnology**, 2025. ISSN 0167-7799. <https://doi.org/10.1016/j.tibtech.2025.09.019>.

Zhu, S. *et al.* Bacterial cellulose: a sustainable material for environmental applications. **Cellulose** (2025). Doi: <https://doi.org/10.1007/s10570-025-06905-0>

Zhuang, J. *et al.* Stretchable, adhesive and conductive cellulose nanofiber-based for multifunctional wearable electronics. **International Journal of Biological Macromolecules**, p. 149733, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2025.149733>

Zineb, Bouhidel, et al. "Impact of oxidation method on the properties of carboxymethylcellulose hydrogels: Enzymatic versus chemical TEMPO/periodate systems." *International Journal of Biological Macromolecules* (2026): 151113. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2026.151113> ,

,

,

”

Zorila, F. L. *et al.* Bio-inspired bacterial cellulose-based hydrogel films for controlled ciprofloxacin release. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, p. 100796, 2025. Doi: <https://doi.org/10.1016/j.carpta.2025.100796>