



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DA NATUREZA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

THAIS CAVALCANTE DE SOUZA

**MATERIAL HÍBRIDO DE CELULOSE BACTERIANA COM MAGNETITA:
PRODUÇÃO, OTIMIZAÇÃO E APLICAÇÃO**

Recife

2025

THAIS CAVALCANTE DE SOUZA

**MATERIAL HÍBRIDO DE CELULOSE BACTERIANA COM MAGNETITA:
PRODUÇÃO, OTIMIZAÇÃO E APLICAÇÃO**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito para obtenção do título de doutor em Ciência dos Materiais.

Área de concentração: Materiais não metálicos.

Orientadora Interna: Prof^ª. Dr^ª. Glória Maria Vinhas

Orientadora Externa: Prof.^a Dr^a. Leonie Asfora Sarubbo

Coorientadora: Prof^ª. Dr^a. Andréa Fernanda de Santana Costa

Recife

2025

.Catalogação de Publicação na Fonte. UFPE - Biblioteca Central

Souza, Thaís Cavalcante de.

Material híbrido de celulose bacteriana com magnetita: produção, otimização e aplicação / Thaís Cavalcante de Souza. - Recife, 2025.

111f.: il.

Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Ciências Exatas e da Natureza, Pós-Graduação em Ciências dos Materiais, 2025.

Orientação: Glória Maria Vinhas.

Orientação: Leonie Asfora Sarubbo.

Coorientação: Andréa Fernanda de Santana Costa.

Inclui referências e apêndice.

1. Celulose Bacteriana; 2. Magnetismo; 3. Magnetita. I. Vinhas, Glória Maria. II. Sarubbo, Leonie Asfora. III. Costa, Andréa Fernanda de Santana. IV. Título.

Dedico este trabalho a todos aqueles que considero como minha Família, sendo, ou não, de sangue, que tornam minha vida mais aprazível.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Deus pelo dom da vida, e pelo mundo maravilhoso, por ele criado, e também a várias pessoas presentes em minha vida:

À minhas orientadoras, a Profa. Dra. Leonie Asfora Sarubbo e a Profa. Dra. Glória Maria Vinhas, e à minha coorientadora, Profa. Dra. Andréa Ferreira de Santana Costa, agradeço a paciência, o aprendizado, o apoio e o cuidado ao longo do tempo. Agradeço também ao Prof. Dr. Eduardo Padrón, o qual encho de perguntas sobre magnetismo desde o mestrado, e a Profa. Dra Mariana Cabrera, a qual conheci em 2024, e já enchi também de perguntas sobre magnetita.

Sou grata, à coordenação do programa de Pós Graduação em Ciência dos Materiais, ao Instituto Avançado de Tecnologia e Inovação (IATI), à Capes e aos reitores da Universidade Católica de Pernambuco (UNICAP), e da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), em especial aos departamentos de Química fundamental (DQF), de Física (DF), e ao de Engenharia Química (DEQ), por fazerem com que esta pesquisa fosse possível.

Agradeço à minha mãe Lourdes Félix, meu exemplo de vida, perfeccionismo, e determinação, ao meu padrasto Wladimir Santos, meu exemplo de fé e superação. Ao meu marido Lucas Lima, que sempre acreditou em mim, me apoiou, e me motiva a sempre buscar voos mais altos (além de me aturar desde o ensino médio). Aos meus tios, tias e primos (que são como irmãos), Pedro Félix Jr., Sueli Souza, José Ricardo e Vitória Félix, obrigada pelo suporte e por acompanhar toda a minha trajetória. Aos meus amigos, em especial, Thaís Ostendorf e Danilo Costa, que estão sempre comigo, e tenho como irmãos. À minha psicóloga Mônia Calzans, que me ajudou muito neste processo. Aos meus colegas de laboratório, que me ajudaram bastante ao longo desses anos, em especial à Hugo, Fabíola, Alexsandro, Laurertan, Daniel, Claudio, Alexandre, Ítalo, sou grata pelo apoio e força, sem eles este trabalho não seria o mesmo.

Aos que se foram, e fizeram parte da minha história, meus avós, minha madrinha, e meu pai, em especial aos meus avós maternos, Rubenita Souza, e Antônio Félix.

A jornada foi longa e árdua, mas estradas são construídas em cima de buracos, pontes por cima de rios e dragões são derrotados, como disse Tolkien.

“Muito poucos seres procuram realmente o conhecimento neste mundo. Mortais ou imortais, poucos perguntam de fato. Pelo contrário, eles tentam arrancar à força do desconhecido as respostas que já formaram em suas mentes... justificativas, confirmações, fórmulas de consolo sem as quais não podem continuar. Perguntar de fato é abrir a porta para um furacão. A resposta pode aniquilar a pergunta e quem a fez...”

Anne Rice

RESUMO

A celulose bacteriana (CB) é um biopolímero obtido através de fermentação, possui propriedades únicas, que a torna uma matriz ideal para a produção de materiais híbridos avançados, como películas magnéticas. A produção de biopelículas magnéticas de CB geralmente envolve a incorporação de nanopartículas de magnetita por processos como coprecipitação *in situ* e *ex situ*. Os parâmetros de cada método influenciam as características magnéticas do material, que pode ser aplicado em várias áreas, dentre essas aplicações, destaca-se a blindagem contra ondas eletromagnéticas (EMI), uma área em expansão devido ao aumento das tecnologias EMI e seus impactos na saúde e no meio ambiente. Neste trabalho, foram desenvolvidos materiais híbridos de celulose bacteriana incorporados com nanopartículas de magnetita. Inicialmente, foram investigados diferentes meios fermentativos para a produção de películas de CB, onde o meio de cultura enriquecido com milho-cina apresentou uma maior produção de fibras. Em seguida, foram investigados métodos de síntese e incorporação de nanopartículas de magnetita nas biopelículas de CB, onde foram avaliados os métodos de coprecipitação *in situ* e *ex situ*, em biopelículas intactas e processadas, onde o material obtido via coprecipitação *ex situ*, com CB processada apresentou resultados satisfatórios, como elevada magnetização de saturação, e controle reacional. Esta metodologia foi otimizada, com a adoção de uma velocidade de agitação elevada, mudança na proporção de reagentes, e etapa de purificação das nanopartículas obtidas. Como resultado, as partículas obtidas apresentaram comportamento superparamagnético, com uma magnetização de saturação de 50,38 emu/g, um valor 73,7% maior que o apresentado pelas partículas não otimizadas, um menor diâmetro de cristalito, de 6,96 nm, e os materiais de CB produzidos atingiram maiores magnetizações de saturação, entre 29,69 a 36,22 emu/g. Estes materiais foram testados para a aplicação em blindagem contra EMI, e apresentaram resultados que indicam a possibilidade de sua utilização em pastilhas multicamadas, como matriz para a adição de outros dopantes, e para bloquear a poluição secundária, gerada pela reflexão de ondas eletromagnéticas.

Palavras-chave: Coprecipitação, Magnetismo, Biopelículas, Nanopartículas, Blindagem contra ondas eletromagnéticas.

ABSTRACT

Bacterial cellulose (BC) is a biopolymer obtained through fermentation, possessing unique properties that make it an ideal matrix for the production of advanced hybrid materials, such as magnetic films. The production of magnetic BC biofilms typically involves the incorporation of magnetite nanoparticles through processes like *in situ* and *ex situ* coprecipitation. The parameters of each method influence the magnetic characteristics of the material, which can be applied in various fields. Among these applications, electromagnetic interference (EMI) shielding stands out as a growing area due to the increasing use of EMI-based technologies and their impacts on health and the environment. In this study, hybrid bacterial cellulose materials incorporated with magnetite nanoparticles were developed. Initially, different fermentation media were investigated for BC film production, where the culture medium enriched with corn steep liquor showed higher fiber production. Subsequently, methods for the synthesis and incorporation of magnetite nanoparticles into BC biofilms were explored, evaluating both *in situ* and *ex situ* coprecipitation methods in intact and processed biofilms. The material obtained via *ex situ* coprecipitation with processed BC demonstrated satisfactory results, such as high saturation magnetization and better reaction control. This methodology was optimized by adopting a higher stirring speed, altering the reagent ratios, and introducing a purification step for the obtained nanoparticles. As a result, the particles exhibited superparamagnetic behavior, with a saturation magnetization of 50.38 emu/g, 73.7% higher than the non-optimized particles, and a smaller crystallite diameter of 6.96 nm. The produced BC materials achieved higher saturation magnetizations, ranging from 29.69 to 36.22 emu/g. These materials were tested for EMI shielding applications, showing promising results indicating their potential use in multilayer pellets, as matrices for the addition of other dopants, and for blocking secondary pollution generated by electromagnetic wave reflection.

Keywords: Coprecipitation, Magnetism, Biofilms, Nanoparticles, Electromagnetic Interference Shielding.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
1.1. OBJETIVO GERAL	3
1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	3
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1. CELULOSE BACTERIANA	4
2.1.1. PROCESSO DE PRODUÇÃO	6
2.1.2. MODIFICAÇÕES, DOPANTES E PROCESSAMENTOS	8
2.2. CONSIDERAÇÕES SOBRE O MAGNETISMO	10
2.2.1. DOMÍNIOS MAGNÉTICOS EM NANOPARTÍCULAS	14
2.3. ÓXIDOS DE FERRO E MAGNETITA	16
2.4. MECANISMO DE COPRECIPITAÇÃO DE MAGNETITA	19
2.5. BIOPOLÍMEROS DE CELULOSE BACTERIANA MAGNÉTICA	22
2.5.1. METODOLOGIAS DE INCORPORAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS À CELULOSE BACTERIANA	25
2.5.2. APLICAÇÕES DA CELULOSE BACTERIANA MAGNÉTICA	27
2.6. BLINDAGEM DE ONDAS ELETROMAGNÉTICAS	31
3. SELEÇÃO DE MEIOS DE CULTURA PARA A PRODUÇÃO DE CELULOSE BACTERIANA	34
3.1. MATERIAIS E MÉTODOS	34
3.1.1. MANUTENÇÃO DO MICRORGANISMO E FERMENTAÇÃO	34
3.1.2. METODOLOGIAS DE ANÁLISE	36
3.2. RESULTADOS E DISCUSSÃO	37
3.2.1. CRESCIMENTO DE CB EM DIFERENTES MEIOS DE PRODUÇÃO	38
3.2.2. PERCENTUAL DE ÁGUA E DENSIDADE DAS PELÍCULAS	40
3.2.3. DIFRATOMETRIA DE RAIO-X	41
3.2.4. ENSAIO TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA)	42
4. ESTUDO DE ROTAS DE COPRECIPITAÇÃO E INCORPORAÇÃO DE MAGNETITA EM CELULOSE BACTERIANA	45
4.1. MATERIAIS E MÉTODOS	46
4.1.1. METODOLOGIAS DE COPRECIPITAÇÃO DE MAGNETITA	46
4.1.2. METODOLOGIAS DE ANÁLISE	48
4.2. RESULTADOS E DISCUSSÃO	49
4.2.1. PERCENTUAL DE MAGNETITA INCORPORADA	50
4.2.2. DIFRATOMETRIA DE RAIO-X (DRX)	51

4.2.3.	ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)	54
4.2.4.	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	56
4.2.5.	ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA)	58
4.2.6.	MAGNETOMETRIA DE AMOSTRA VIBRANTE (VSM)	60
5.	OTIMIZAÇÃO DE METODOLOGIA DE COPRECIPITAÇÃO <i>EX SITU</i> EM CELULOSE BACTERIANA PROCESSADA	64
5.1.	<i>MATERIAIS E MÉTODOS</i>	65
5.1.1.	OTIMIZAÇÕES NA SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA	65
5.1.2.	OTIMIZAÇÃO NA INCORPORAÇÃO DAS NANOPARTÍCULAS À CB	66
5.1.3.	METODOLOGIAS DE ANALISE	66
5.2.	<i>RESULTADOS E DISCUSSÃO</i>	67
5.2.1.	DIFRATOMETRIA DE RAIO-X (DRX)	67
5.2.2.	ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)	70
5.2.3.	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)	71
	_Toc188881131	
5.2.5.	MAGNETOMETRIA DE AMOSTRA VIBRANTE (VSM)	76
6.	TESTE DE APLICAÇÃO EM SISTEMAS DE BLINDAGENS CONTRA ONDAS ELETROMAGNÉTICAS	79
6.1.	<i>METODOLOGIA DOS ENSAIOS DE AVALIAÇÃO DA EFICIÊNCIA DE BLINDAGEM</i>	79
6.2.	<i>RESULTADOS OBTIDOS</i>	81
7.	CONCLUSÕES	84
8.	TRABALHOS PRODUZIDOS DURANTE O DOUTORADO	85
9.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	87

1. INTRODUÇÃO

O magnetismo é uma característica própria de um material, e está relacionado com a movimentação realizada pelos seus elétrons, que podem gerar forças de atração e repulsão, em resposta a estímulos externos (Shackelford, 2022). Materiais com características magnéticas estão presentes em diversas áreas, tipos de dispositivos e aplicações presentes no dia a dia, como em sensores, transformadores, ímãs, aparelhos de som, circuitos eletrônicos, sistemas de armazenamento de dados etc (Hajalilou; Tavakoli; Parvini, 2023).

Apesar de essenciais em diversas aplicações, esses materiais geralmente não são biodegradáveis, seu descarte irregular contamina solos e sua produção gera poluentes (Chen *et al.*, 2022). Além das características magnéticas, algumas aplicações, podem exigir propriedades específicas, como biocompatibilidade para uso médico, ou flexibilidade para sensores maleáveis (Sheng; Wang; Li, 2018; Fatima; Charinpanitkul; Kim, 2021; Rezazadeh *et al.*, 2024). Assim, diversos estudos focam na criação de materiais magnéticos biotecnológicos.

Existem diversas metodologias para sintetizar óxidos de ferro magnéticos (magnetita, maghemita e hematita), com destaque para as rotas químicas, que são as mais usadas pela versatilidade e controle (Dheyab *et al.*, 2020; Bustamante-Torres *et al.*, 2022). Cada rota afeta propriedades finais do material, como tamanho, cristalinidade e distribuição de partículas, influenciando nas propriedades magnéticas, especialmente em nanopartículas superparamagnéticas (Spaldin, 2012; Yousif *et al.*, 2023). A coprecipitação é a técnica mais comum, nela há a adição de um agente precipitante a uma solução aquosa de íons de ferro convertendo-os em óxidos (Ganapathe *et al.*, 2020).

Com a crescente demanda por materiais magnéticos biotecnológicos, surgem várias pesquisas com o uso de polímeros sustentáveis como suporte para partículas magnéticas. Um destes polímeros é a celulose, o biopolímero mais abundante no mundo, é obtida principalmente de fontes como o algodão e madeira, mas também pode ser produzida a partir de algas marinhas e fermentação bacteriana (Amalraj *et al.*, 2018). A produção via fermentação tem ganhado destaque devido ao baixo impacto ambiental e às características únicas do material final, que a tornam promissora para diversas aplicações biotecnológicas (Amalraj *et al.*, 2018; Méndez-Loranca *et al.*, 2023; Páez *et al.*, 2024).

A Celulose Bacteriana (CB) oferece vantagens sobre a Celulose Vegetal (CV), como maior pureza, por não conter lignina e hemicelulose, o que também torna sua produção mais econômica (Singhania *et al.*, 2021). O uso de resíduos agroindustriais no meio fermentativo reduz custos e melhora o rendimento da fermentação (Páez *et al.*, 2024). A CB também se destaca pela maior estabilidade térmica, elasticidade, biocompatibilidade e alta capacidade de absorção (Yu, 2014; Betlej *et al.*, 2021). Sua capacidade de absorção permite a incorporação de aditivos e dopantes, criando novos materiais biotecnológicos com diversas propriedades (Urbina *et al.*, 2021; Rodrigues *et al.*, 2024).

Biomateriais de CB com aditivos magnéticos têm demonstrado crescente potencial de aplicação, podendo ser produzidos por métodos simples de aditivação (Chaabane *et al.*, 2020; Qiao *et al.*, 2022), como a adição de nanopartículas de óxidos de ferro, via por rotas *in situ*, com a síntese da partícula dentro do biopolímero, ou *ex situ*, com a absorção de partículas sintetizadas externamente (Sriplai; Pinitsoontorn, 2021; Nypelö, 2022; Menchaca-Nal *et al.*, 2023). A escolha da rota de síntese e do tipo de dopante impacta diretamente nas características finais do material. Há vários campos de aplicação dos biopolímeros de CB magnética, como nas áreas de medicina, farmácia, diagnósticos, eletrônicos, tratamento de efluentes e imobilização de enzimas (Choi *et al.*, 2022; Saleh *et al.*, 2023; Rezazadeh *et al.*, 2024). Dentre estas áreas, a de blindagem contra ondas eletromagnéticas vem sendo bastante estudada (Fan *et al.*, 2022; Luo *et al.*, 2023; Peng *et al.*, 2023; Dai *et al.*, 2024).

As ondas eletromagnéticas transportam energia por oscilações dos campos elétrico e magnético, e são essenciais em tecnologias modernas, entretanto sua utilização traz alguns desafios, como a interferência eletromagnética (EMI), que gera impactos no funcionamento de dispositivos eletrônicos, no meio ambiente e na saúde humana (Nan *et al.*, 2023; Crane-Molloy, 2024; Zhang *et al.*, 2024). Materiais de blindagem são desenvolvidos para bloquear a transmissão de ondas entre meios, sua eficácia, conhecida também por EMI SE, é medida em decibéis (dB), depende de propriedades como espessura e frequência das ondas (Orasugh; Ray, 2023). Metais, materiais de carbono e compósitos magnéticos são eficientes, porém apresentam desafios como peso, corrosão e desempenho em altas frequências (Surendraloya; Habibullakhan, 2023). Dentro deste meio, pesquisas produzem materiais para blindagem utilizando películas de CB magnética, visando o equilíbrio entre desempenho, leveza e custo (Peng *et al.*, 2023; Dai *et al.*, 2024).

Tendo em vista este contexto, o objetivo deste trabalho foi produzir materiais de celulose bacteriana com magnetita, via coprecipitação *ex situ*, otimizar a síntese e propriedades destes biomateriais e avaliar o potencial de aplicação dele em sistemas de blindagem contra interferência de ondas eletromagnéticas.

1.1.OBJETIVO GERAL

Aprimorar material híbrido de celulose bacteriana magnética por meio da otimização de uma metodologia de incorporação de nanopartículas de magnetita, avaliando seu potencial de aplicação em sistemas de blindagem contra interferência de ondas eletromagnéticas.

1.2.OBJETIVOS ESPECÍFICOS

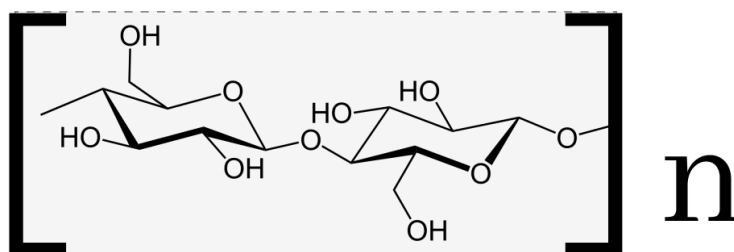
- Produzir celulose bacteriana com diferentes meios de cultura.
- Caracterizar as biomembranas obtidas, obtendo características relacionadas a produção de fibras e estabilidade e selecionar o meio fermentativo mais eficiente para a continuidade do estudo.
- Produzir películas de CB com nanopartículas de magnetita utilizando diferentes metodologias de coprecipitação, e realizar testes morfológicos e magnéticos nestes materiais.
- Otimizar uma das metodologias de incorporação, utilizando parâmetros existentes na literatura, e produzindo novos biopolímeros de CB magnética.
- Avaliar os impactos das otimizações adotadas nas características finais dos materiais produzidos.
- Realizar testes com os materiais obtidos via metodologia otimizada, para avaliar seu potencial de aplicabilidade em sistemas de blindagem contra interferências de ondas eletromagnéticas.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. CELULOSE BACTERIANA

A celulose é o polímero natural mais abundante na natureza, e um dos mais utilizados no mundo, sendo empregado em diversos tipos de aplicações ao longo de várias eras (Waidi *et al.*, 2024). A cadeia polimérica da celulose é composta de monômeros de $(C_6H_{10}O_5)_n$, ligados através de ligações glicosídicas β -1,4, conforme pode ser observado na Figura 1 (Kamidde; Saito, 1987; Delmer; Amor, 1995; Lynd *et al.*, 2002; Sharma *et al.*, 2019).

Figura 1- Estrutura molecular da celulose.



Fonte: A autora, 2024.

As fontes de celulose mais exploradas são o algodão e a madeira, mas também pode ser obtida a partir de algas marinhas e fermentação de fungos e bactérias específicas (PESIC, 2021). Dentre estas alternativas, a obtenção via fermentação bacteriana vem ganhando mais espaço em diversos segmentos de pesquisa, devido ao baixo impacto ambiental gerado, frente à extração em fontes vegetais, e também por suas características únicas, que a torna promissora em diversos tipos de aplicações biotecnológicas (Yang; Li, 2017; Amalraj *et al.*, 2018, Sarvananda *et al.*, 2024).

Os primeiros registros sobre a celulose bacteriana (CB) foram feitos por Brown, em 1886, onde foi observado a formação de uma película gelatinosa no caldo de fermentação de bactérias acéticas. Alguns estudos indicam que as bactérias produzem CB como um mecanismo de defesas contra raios UV e contaminantes externos, ou então elas formam estas películas para se manterem próximas à superfície, e conseguirem captar uma maior quantidade de oxigênio (Iguchi *et al.* 2000; Donini *et al.*, 2010; Costa, 2018).

A Celulose Bacteriana (CB) destaca-se em relação à Celulose Vegetal (CV) em vários aspectos, sua estrutura possui espessura nanométrica e oferece vantagens como melhor

estabilidade térmica, elasticidade, biocompatibilidade e alta capacidade de absorção (Moon *et al.*, 2011; Singhanian *et al.*, 2021). Quanto a sua produção, ocorre de forma mais rápida e menos dispendiosa que a da CV, sendo obtida via processo fermentativo com duração de 3 à 14 dias, em tanques ou reatores, dispensando a demanda áreas extensas, longos períodos de crescimento, grande uso de água, fertilizantes e agrotóxicos, como ocorre na obtenção de CV (Méndez-Loranca *et al.*, 2023; Páez *et al.*, 2024). A purificação da CB também é mais simples, por esta possuir um maior grau de pureza, com a ausência de lignina e hemicelulose, o que também reduz seus custos. Além disso, a produção de CB pode ser sustentavelmente aprimorada ao utilizar resíduos agroindustriais no meio de cultura (Yu, 2014; Betlej *et al.*, 2021). A Tabela 1, retirada e adaptada de Souza *et al.* (2023-a), apresenta um comparativo de algumas características da CB e CV.

Tabela 1. Comparação entre propriedades da Celulose Bacteriana (CB) e a Celulose Vegetal (CV).

Propriedades	Celulose Bacteriana	Celulose Vegetal	Referência
Pureza (%)	>99	<80	Silva <i>et al.</i> , 2021; Wang; Tavakolo; Tang, 2019
Grau de Cristalinidade (%)	60 - 90	40 - 78	
Tamanho das Fibras (nm)	~75	~315	Wasim <i>et al.</i> , 2021; Medeiros <i>et al.</i> , 2021
Sensibilidade das Fibras à Água	Low	High	
Módulo de Young (GPa)	15 - 30	39 - 100	Manimaran <i>et al.</i> , 2020; Amorim <i>et al.</i> , 2020

Fonte: Souza *et al.* (2023-a), adaptada.

A capacidade de absorver, reter e liberar substâncias torna a CB um biopolímero com potencial de servir de matriz ou *scaffold* para a confecção de novos materiais (Liu *et al.*, 2020). Após seu processo fermentativo, é obtido um hidrogel de CB, onde suas nanofibras retêm mais de 90% de sua massa total em água. Essa característica permite que absorva diversas substâncias e dopantes dispersos na água. Além de sua alta capacidade de absorção, a CB também é eficaz na liberação gradual dessas substâncias retidas (Campano *et al.*, 2016; Portela; Leal; Pedro, 2019; Jabbari; Babaeipour, 2023; Butulija *et al.*, 2024).

2.1.1. PROCESSO DE PRODUÇÃO

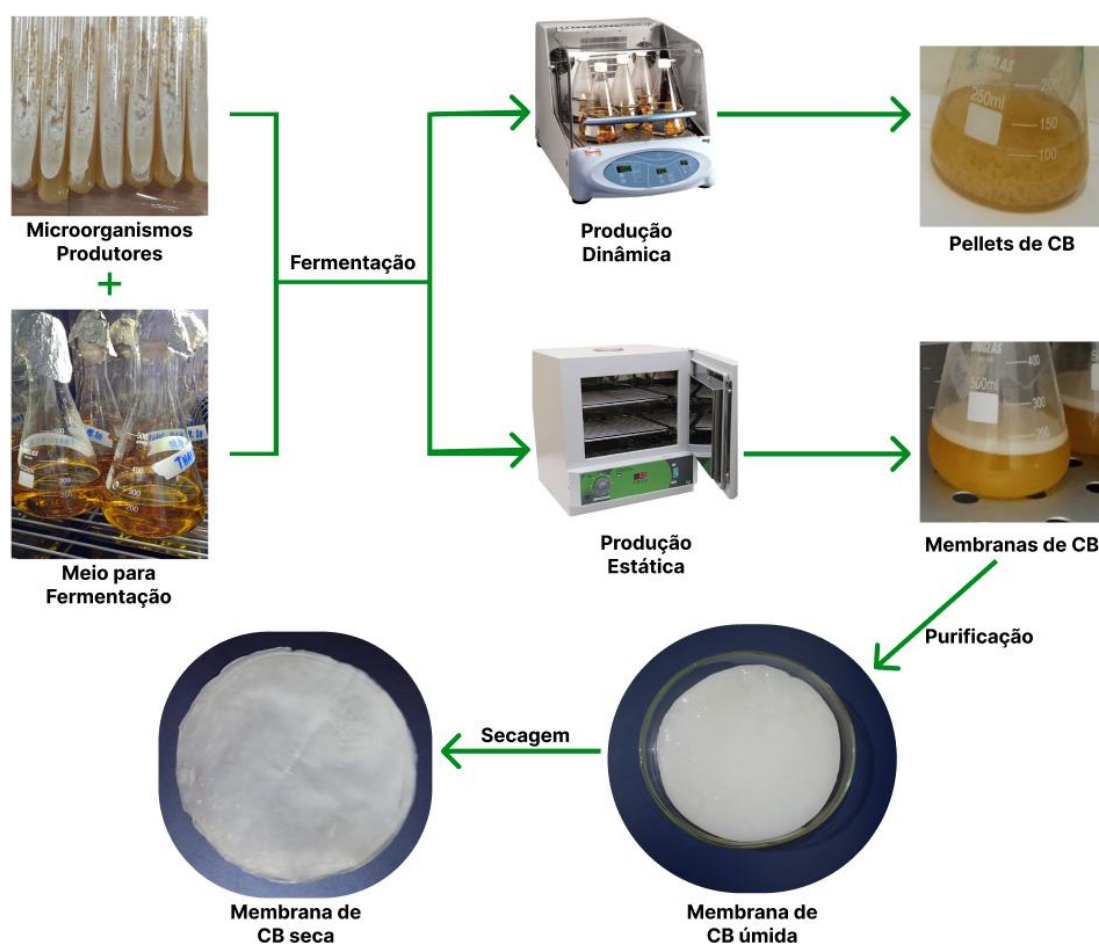
A produção de celulose bacteriana (CB) ocorre em camadas, formando películas mais espessas à medida que aumenta o tempo de sua fermentação, o processo é realizado por bactérias de gêneros como *Sarcina*, *Agrobacterium* e *Acetobacter* e também pode ser obtida com o uso de consórcios microbianos, como o presente no kombuchá. Esta bebida é feita a partir do chá (*Camellia sinensis*) fermentado por leveduras e bactérias como *Schizosaccharomyces pombe*, *Saccharomyces cerevisiae* e *Acetobacter xylinum*, que produzam uma membrana de celulose bacteriana chamada SCOBY. (Dufresne; Farnworth, 2000; Amarasekara; Wang; Grady, 2020; Urbina *et al.*, 2021).

Para a fermentação, é necessário preparar um meio de cultura que forneça os nutrientes essenciais para os microrganismos produtores de CB, são estas fontes de carbono, nitrogênio e alguns sais minerais. Durante esse processo, eles secretam fibras, após metabolizar fontes de carbono (Eslahi *et al.*, 2020; Ramírez-Carmona *et al.*, 2023). Dentre os meios, o mais utilizado é o formulado por Hestrin; Schramm (1954), composto por glicose, peptona, extrato de levedura, ácido cítrico e difosfato de sódio, entretanto possui um alto custo, por utilizar reagentes sintéticos, com um alto grau de pureza (Hestrin; Schramm, 1954; Wang Tavakoli; Tang, 2019; Quijano *et al.*, 2024).

Com o intuito de tornar o processo fermentativo mais acessível, várias pesquisas realizam substituições e reduções de alguns componentes deste meio, utilizando resíduos agro-industriais proveniente de cereais, grãos, frutas, legumes e outros vegetais, como a aveia, soja, milho, casca de mamão, trigo, tomate, laranja, maçã, uva, banana, manga, coco e cacau, algodão, palma e ervas de chá (Kurosumi *et al.*, 2019; Duarte, 2019; Urbina *et al.*, 2021). A modificação do meio de cultura, com a inserção de resíduos agroindustriais podem também aumentar a produtividade de CB no meio de cultura (Hussain *et al.*, 2019; Ul-Islam *et al.*, 2020; Płoska *et al.*, 2023; Páez *et al.*, 2024).

A produção de CB pode ocorrer de forma estática ou dinâmica, a principal diferença entre esses métodos está na forma final da biopelícula e nas suas propriedades mecânicas. Na produção estática, a CB assume um aspecto plano, e sua forma é dada de acordo com o formato do recipiente onde ocorre a fermentação. Na produção dinâmica, o produto final apresenta-se em forma de pérolas/pellets ou como fibras dispersas (Watanabe *et al.*, 1998; Sperotto *et al.*, 2021). O diagrama da Figura 2 ilustra o processo de produção de CB.

Figura 2 - Processo de produção da CB.



Fonte: A autora (2024).

Após o processo fermentativo, a CB passa por uma purificação para a remoção de subprodutos do metabolismo dos microrganismos, formados durante a fermentação, materiais residuais do meio e os próprios microrganismos. Essa purificação pode ser realizada através de vários procedimentos, como através da imersão da CB em uma solução quente de NaOH ou hipoclorito de sódio, por meio de radiação gama, dentre outras técnicas (Nascimento *et al.*, 2022). Se o objetivo final for a obtenção de materiais secos, a secagem da biopelícula pode ser realizada em estufa, forno, ao ar livre, congeladores e processos de secagem crítica, como a liofilização (Amarasekara; Wang; Grady, 2020).

2.1.2. MODIFICAÇÕES, DOPANTES E PROCESSAMENTOS

O uso de resíduos agroindustriais no meio fermentativo de CB pode conferir ao biopolímero propriedades especiais, entretanto a adição de outras substâncias e compostos, também podem modificar estrutura, e conceder/modificar outras características. Estas adições transformam a CB em uma matriz para a produção de vários tipos de compósitos e materiais híbridos (Rodrigues *et al.*, 2024).

Há uma grande variedade de aditivos e dopantes, que podem ser adicionados na CB, para a criação de novos materiais, esses compostos adicionais também são conhecidos como dopantes (Hu *et al.*, 2014; Torres; Arroyo; Troncoso, 2019; Zhong *et al.*, 2020). Estes aditivos podem ser de várias origens, como polímeros, por exemplo, polihidroxibutirato (PHB), acetato de polivinil (PVA) e celulose vegetal (CV), materiais naturais, como extratos de frutas e vegetais, metais e minerais, como cobre, prata e óxidos de ferro. Alguns destes podem alterar quimicamente a estrutura da CB, como o caso da mudança de polaridade do biopolímero, realizada com solventes orgânicos, a fim de se adicionar componentes hidrofóbicos, como óleos essenciais (Fernandes *et al.*, 2020; Gregory *et al.*, 2021).

Os dopantes incorporados no biomaterial, podem ser ou não liberados ao longo do tempo, a depender da metodologia e utilização final utilizados. Há várias formas de se realizar a incorporação, pode ser durante a fermentação e após a produção (Cazón; Vázquez, 2021). Os resíduos e extratos de frutas e vegetais inseridos no meio, que fornecem nutrientes para as bactérias produtoras, podem modificar e adicionar novas propriedades à CB. Também pode haver a adição de outros compostos, que não promovem algum papel nutricional para o crescimento das bactérias, e com a construção das nanofibras em camadas, estes compostos ficam contidos dentro da estrutura da CB.

Quanto à adição pós fermentação, existem várias formas de incorporação nas biopelículas, na maioria dos casos, a adição pode ser realizada via mecanismos simples, como a absorção de compostos dispersos em soluções (aquosas ou específicas) e misturas mecânicas, que já são utilizadas em várias pesquisas (Popa *et al.*, 2022). Há também processos em que os dopantes são sintetizados dentro das biomembranas de CB, com a adição de reagentes precursores, e conversão destes nas partículas desejadas (Usawattanakul *et al.*, 2021).

Muitas vezes, para se realizar os processos de adição, deve-se efetuar um processamento nas biomembranas, a depender do aditivo e objetivo final, estes processamentos visam a melhoria da incorporação de partículas, a CB possui poros nanométricos, logo partículas com dimensões nanométricas, nanopartículas, interagem de uma forma mais eficientemente com o biopolímero, acomodando-se em seus poros (Niculescu; Chircov; Grumezescu, 2022). Para alcançar uma distribuição mais uniforme de nanopartículas adicionadas à BC, muitos trabalhos adotam metodologias complementares, que evitam a aglomeração das nanopartículas, adotadas antes ou durante a adição (Guan *et al.*, 2022; Zhou *et al.*, 2024). Algumas destas técnicas são a hidrólise, processamento mecânico e técnicas de mixagem da CB com os aditivos.

A Hidrólise é uma técnica utilizada no intuito de despolimerizar a estrutura de celulose, abrindo suas cadeias para facilitar a ligação com outras substâncias, como polímeros, partículas metálicas, esta técnica pode ser realizada através de ácidos ou através de enzimas (Claro *et al.*, 2024). Na hidrólise ácida, são utilizados ácidos fortes para degradar a CB, expondo mais grupos hidroxila reativos, facilitando a funcionalização do material. Esse método é rápido e eficiente, entretanto precisa de um controle rigoroso para evitar a degradação excessiva do material (Cheng *et al.*, 2017; Bedasso *et al.*, 2024). Enquanto na hidrólise enzimática, a estrutura da CB é degradada pela enzima celulase, em condições mais brandas, preservando as propriedades mecânicas do biomaterial. Esse processo é geralmente mais lento e indicado para aplicações que exigem maior controle sobre o grau de modificação estrutural (Rovera *et al.*, 2020; Spagnuolo *et al.*, 2024).

O processamento mecânico da CB consiste em uma trituração, que fragmenta as fibras, transformando membranas de CB em uma pasta. Esta metodologia possibilita a moldagem do material e melhor homogeneização de aditivos nas fibras, é uma metodologia muito simples, e podem ser utilizados processadores domésticos e moinhos de facas e de bolas para sua execução (Saleh *et al.*, 2023; Silva *et al.*, 2023). De forma semelhante, a mixagem da CB em conjunto com os dopantes, com misturadores, de ultrassom, sonicadores e ultrassonicadores, também auxiliam na distribuição de partículas, evitando aglomerações e regiões menos concentradas (Maulana; Suryanto; Aminnudin, 2022; Salama *et al.*, 2023).

Outra estratégia envolve o emprego de substâncias específicas, Zhang *et al.* (2021) por exemplo, utilizaram poli-dopamina para garantir a dispersão uniforme de

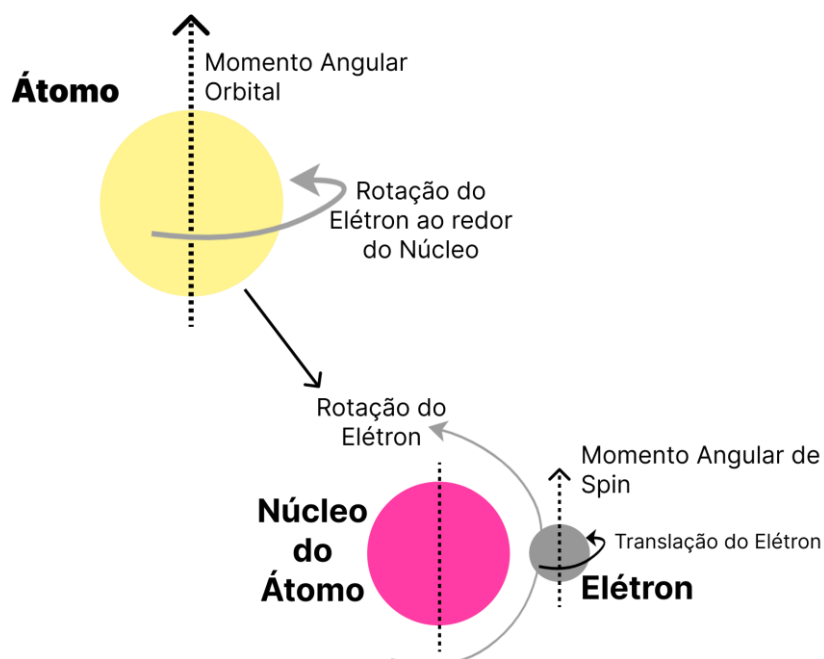
nanopartículas metálicas em um compósito de CB com óxido de grafeno. A seleção cuidadosa dos métodos de processamento e dos dopantes adequados é fundamental para obter um produto final com propriedades e características otimizadas (Zhang *et al.*, 2021; Shrivastav *et al.*, 2022; Wu *et al.*, 2023). Dentre os novos materiais baseados em CB, os biopolímeros magnéticos têm se destacado por seu grande potencial de aplicação e pela diversidade de métodos de produção. Os dopantes magnéticos, em particular, têm sido amplamente estudados no desenvolvimento de novos materiais biotecnológicos e dispositivos inovadores, em especial utilizando CB (Andriani; Apriyana; Karina, 2020; Sriplai; Pinitsoontorn, 2021; Kumar; Sood; Han 2022; Souza *et al.*, 2023-a).

2.2. CONSIDERAÇÕES SOBRE O MAGNETISMO

O magnetismo é uma propriedade que está relacionada ao movimento dos elétrons, e ao momento angular gerado por seus spins, quando submetidos a um campo magnético externo, produzindo efeitos de atração ou repulsão em relação a outros materiais (Callister; Rethwisch, 2020). Existem dois tipos de movimentos associados aos elétrons, conhecidos como momentos magnéticos, que podem ser comparados à rotação e translação da Terra (conforme ilustrado na Figura 3). O momento angular orbital de um elétron é determinado por sua translação ao redor do núcleo do átomo, enquanto o momento angular de spin é definido pela rotação do elétron em torno de seu próprio eixo (Cullity; Graham, 2011).

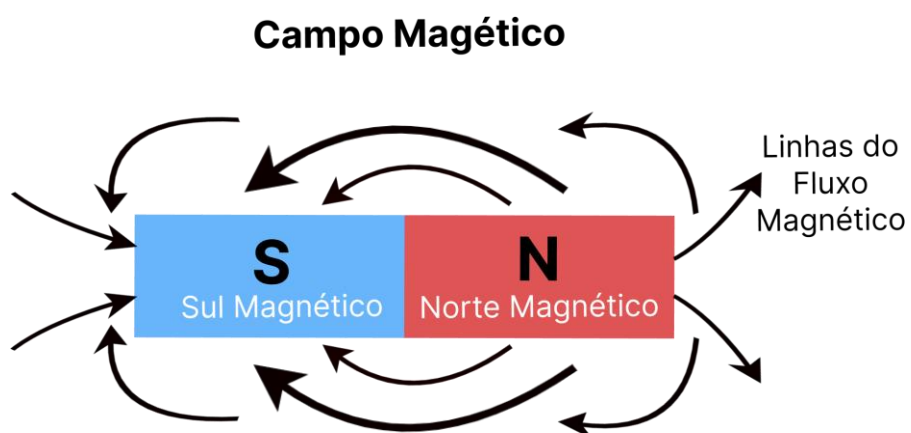
O movimento dos elétrons gera um campo de força no material, representado por linhas imaginárias de fluxo com direção e intensidade específicas, como ilustrado na Figura 4. Essas linhas são orientadas para descrever o fluxo que se estende do polo norte magnético ao sul (Shackelford, 2022). Alguns materiais se magnetizam quando expostos a um campo externo ou correntes elétricas, enquanto outros possuem a capacidade de gerar campos magnéticos de forma espontânea (Spaldin, 2012).

Figura 3 - Movimentação do elétron de translação e rotação, gerando respectivamente momentos orbital e de spin.



Fonte: A autora. (2024).

Figura 4 - Representação da força de campos magnéticos, através de linhas de fluxo que vão do Norte ao sul magnético.



Fonte: A autora. (2024)

Os materiais podem apresentar comportamentos distintos quando expostos a um campo magnético externo, seus spins eletrônicos se alinham de formas específicas, gerando um momento magnético resultante. Regiões do material onde todos os spins estão

alinhados na mesma direção são conhecidas como domínios (Guimarães; Oliveira, 2009). Com base no alinhamento desses spins e domínios, os materiais são classificados como ferromagnéticos, paramagnéticos, diamagnéticos, ferrimagnéticos ou antiferromagnéticos (Halliday; Resnick; Walker, 2013).

Materiais diamagnéticos são aqueles cujos átomos não produzem um momento magnético resultante, pois os momentos magnéticos dos elétrons em cada átomo se cancelam mutuamente. Quando submetidos a um campo magnético externo, os spins dos elétrons se orientam na direção oposta ao campo (Spaldin, 2012; Callister; Rethwisch, 2020; Yamato; Kimura, 2020; Shackelford, 2022). Água, diamante, grafite e celulose bacteriana são alguns exemplos de materiais diamagnéticos.

Em materiais Paramagnéticos, os spins dos elétrons estão dispostos de forma aleatória, mas, ao serem expostos a um campo magnético externo, se alinham na mesma direção do campo. Após a remoção do campo, os spins retornam ao estado inicial, já que as interações magnéticas entre seus átomos são fracas demais para manter o alinhamento (Spaldin, 2012; Callister; Rethwisch, 2020; Shackelford, 2022 Hajalilou; Tavakoli; Parvini, 2023). A magnitude dos momentos magnéticos em materiais paramagnéticos pode ser influenciada por mudanças de temperatura. São exemplos deste tipo de material, alumínio, magnésio e sulfato de cobre.

Já materiais ferromagnéticos quando são submetidos a um campo magnético externo, seus spins, ou a maior parte deles, se alinham na mesma direção do campo. Devido à forte interação entre os spins, esse alinhamento é mantido mesmo após a remoção do campo externo (Spaldin, 2012; Callister; Rethwisch, 2020; Shackelford, 2022 Hajalilou; Tavakoli; Parvini, 2023). Exemplos incluem ferro, níquel e cobalto.

Assim como os ferromagnéticos, os materiais ferrimagnéticos têm grande parte de seus spins alinhados a favor de um campo externo. Entretanto, uma parte de seus spins se alinha em direção oposta, com uma menor intensidade, resultando em um momento magnético diferente de zero. Esse alinhamento persiste mesmo após a retirada do campo magnético externo (Spaldin, 2012; Callister; Rethwisch, 2020; Shackelford, 2022 Hajalilou; Tavakoli; Parvini, 2023). Alguns óxidos de ferro, como magnetita, maghemita e ferritas são exemplos de materiais ferrimagnéticos.

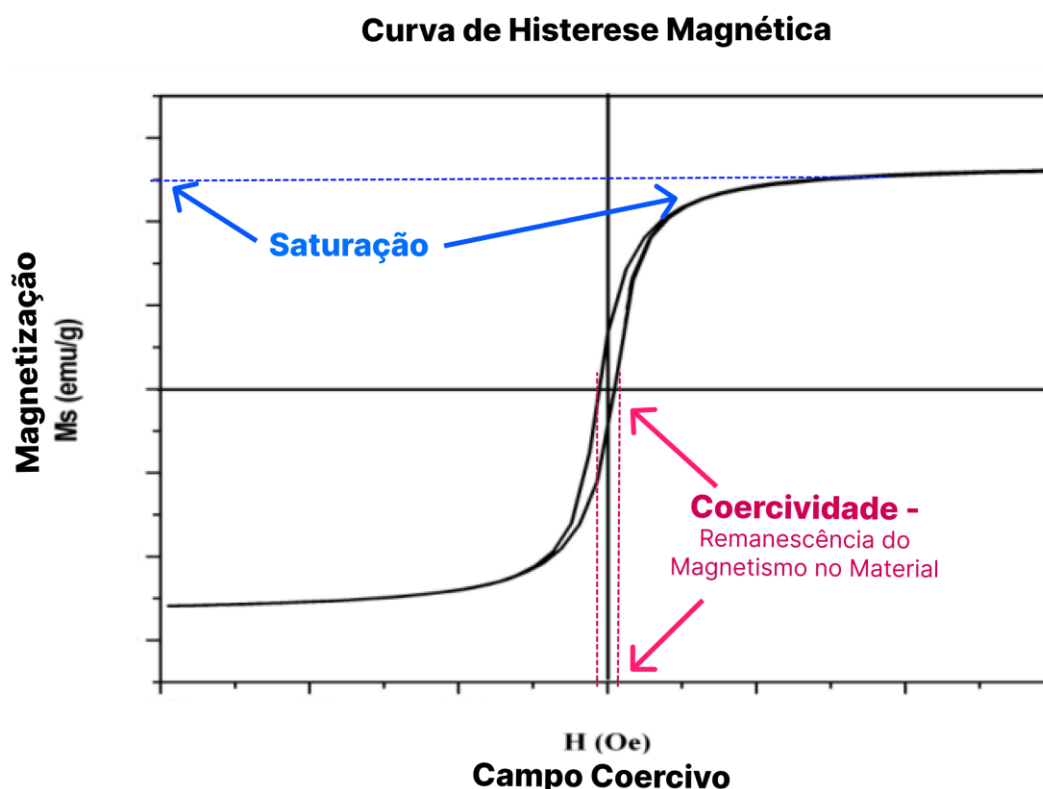
De forma distinta, em materiais antiferromagnéticos, os spins eletrônicos se alinham de forma antiparalela quando expostos a um campo magnético externo, anulando-se mutuamente, o que resulta em um momento magnético resultante próximo de zero (Spaldin, 2012; Callister; Rethwisch, 2020; Shackelford, 2022 Hajalilou; Tavakoli; Parvini, 2023). Alguns exemplos de materiais antiferromagnéticos são a hematita e óxido de níquel.

Quando um material ferromagnético ou ferrimagnético é submetido a um campo magnético externo, existe um limite no qual todos os spins e domínios do material se alinham na mesma direção do campo. Esse ponto é conhecido como magnetização de saturação (M_s), um parâmetro crucial para avaliar o magnetismo de materiais com propriedades magnéticas (Callister; Rethwisch, 2020; Hajalilou; Tavakoli; Parvini, 2023). Após atingir a saturação, um aumento adicional do campo externo não irá alterar a magnetização do material. Outro parâmetro importante é o campo coercivo (H_c), que mede a capacidade de um material manter o alinhamento de seus spins, quando há uma variação no campo magnético externo sem ser desmagnetizado, ou seja, sua resistência à desmagnetização (Shackelford, 2022).

De acordo com o valor de campo coercivo, os materiais magnéticos podem ser classificados como macios ou duros. Materiais magnéticos macios possuem campos coercivos baixos, permitindo respostas rápidas a variações no campo externo, são facilmente magnetizados e desmagnetizados. Isso os torna ideais para aplicações que exigem magnetismo instantâneo e variável, como núcleos de eletroímãs e sistemas de gravação de dados. Por outro lado, os materiais magnéticos duros possuem magnetização permanente devido à sua alta resistência à desmagnetização, caracterizada por um campo coercitivo elevado. Esses materiais são amplamente utilizados como ímãs permanentes (Guimarães; Oliveira, 2009; Halliday; Resnick; Walker, 2013).

A caracterização de um material magnético, e a medição de seus valores de M_s e H_c , é realizada com a utilização de um equipamento de Magnetometria de Amostra Vibrante (VSM). Nesse processo, o material é submetido a um campo magnético crescente até atingir a saturação, e, em seguida, o sentido do campo é gradualmente invertido para observar a remanescência do magnetismo no material (Ganapathe *et al.*, 2020). O resultado dessa análise é um gráfico chamado curva de histerese, como ilustrado na Figura 5.

Figura 5 - Exemplo de curva de histerese magnética, com seus pontos de magnetização de saturação e campo coercivo demarcados



Fonte: A autora (2024).

2.2.1. DOMÍNIOS MAGNÉTICOS EM NANOPARTÍCULAS

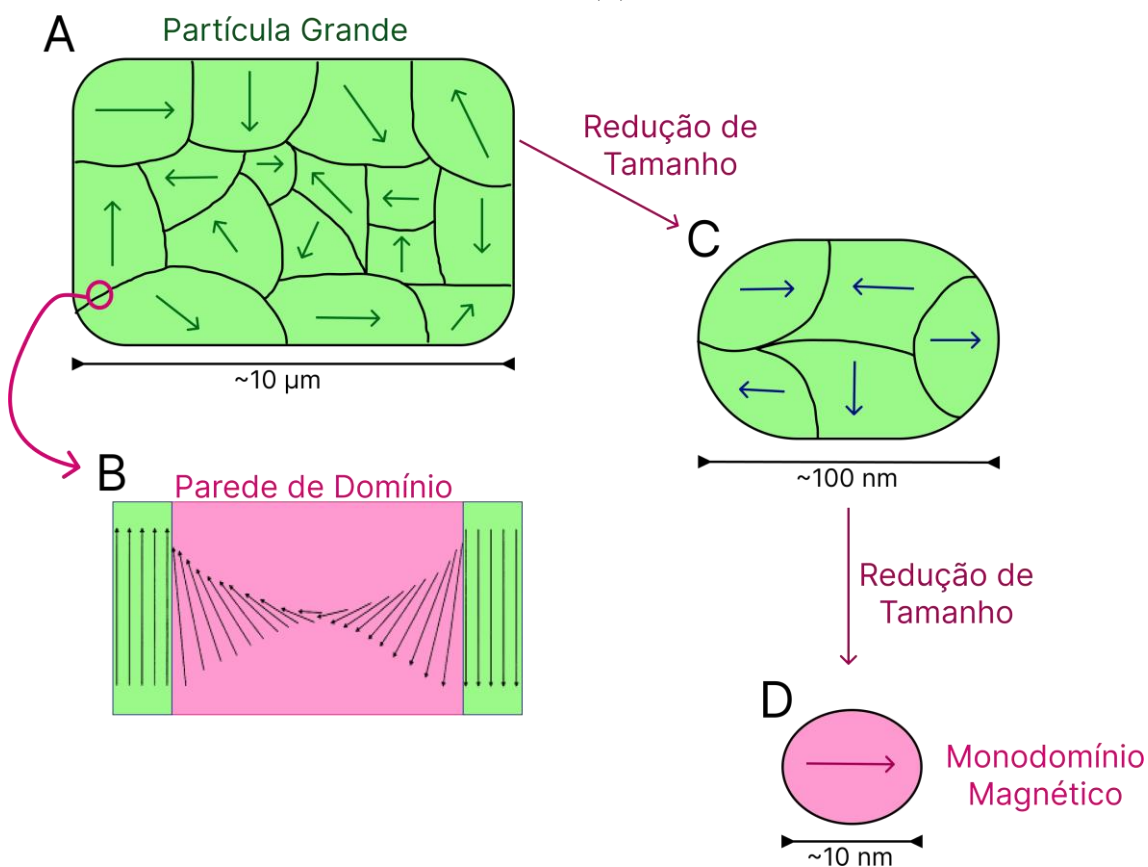
As partículas nanométricas, por estarem em um estado molecular estabilizado, apresentam propriedades distintas das com dimensões micrométricas (Yusoff; Salimi; Jamlos, 2018). Suas características são sensíveis à fatores como morfologia, cristalinidade e tamanho, e se destacam por terem uma grande área superficial em relação ao seu volume, podem ser utilizadas como aditivos, têm capacidade de serem recobertas com outros compostos, e podem formar monodomínios magnéticos (Francisquini; Schoenmaker; Souza, 2014).

Como mencionado anteriormente, ao ser exposto a um campo magnético, os spins eletrônicos de um material começam a se alinhar em uma direção específica, quando um grupo desses spins se alinha de maneira semelhante, formam-se domínios magnéticos (Francisquini, Schoenmaker; Souza, 2014). Esses domínios funcionam como pequenos ímãs dentro de materiais ferromagnéticos ou ferrimagnéticos, e são separados por paredes, regiões de transição finitas entre domínios adjacentes. Nessas paredes, os vetores

de momento magnético giram de uma direção para outra, como ilustrado na Figura 5B (Guimarães; Oliveira, 2009).

Em partículas de maiores dimensões (Figura 6A), ocorre a formação de múltiplos domínios magnéticos, no entanto, à medida que o tamanho do material diminui, o custo energético para manter as paredes de domínio aumenta (Figura 6CB). Assim, ao alcançar um tamanho crítico, torna-se energeticamente mais favorável manter um único domínio magnético dentro do material, em vez de múltiplos domínios. Dessa forma, a redução do tamanho das partículas a um diâmetro crítico, específico para cada material, resulta na formação de monodomínios magnéticos (Hao; Camley; Celinski, 2024) (Figura 6D). A Figura 6 ilustra a diminuição da quantidade de domínios em partículas de diferentes tamanhos.

Figura 6 - Domínios magnéticos em partículas de tamanhos diferentes. Multidomínios em materiais com partículas micrométricas (A). Ampliação das paredes de domínio. Multidomínios reduzidos em um material de dimensões intermediárias (C). Monodomínio em uma partícula que atingiu seu tamanho crítico (D).



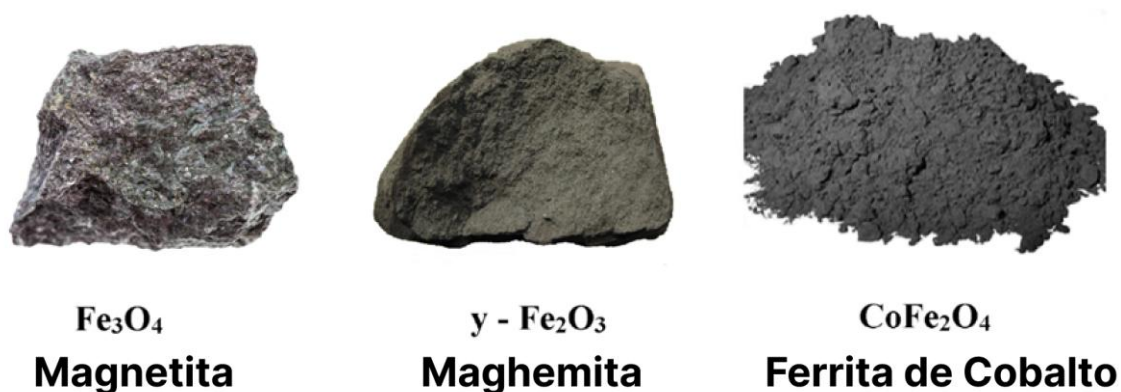
Fonte: A autora (2024).

Partículas com monodomínios magnéticos têm sido amplamente estudadas, por sua resposta mais rápida e eficiente a campos magnéticos externos (Francisquini; Schoenmaker; Souza, 2014; Yusoff; Salimi; Jamlos, 2018). Em certos materiais, quando o tamanho de suas partículas é ainda menor que o tamanho crítico, a magnetização torna-se espontânea em toda a partícula; no entanto, a direção da magnetização pode variar devido a oscilações térmicas, caracterizando um comportamento conhecido como superparamagnetismo (Samrot *et al.*, 2021).

Nesse comportamento, o sistema de partículas exibe propriedades semelhantes às de materiais paramagnéticos, como a variação do momento magnético em função da temperatura, mas com uma intensidade de momento magnético mais alta (Bustamante-Torres, 2022). Entre os nanomateriais magnéticos mais comumente estudados estão os óxidos de ferro, como magnetita, maghemita e hematita. Há também um campo de pesquisa significativo focado nas SPIONs (partículas superparamagnéticas de óxido de ferro, com diâmetro inferior a 20 nm) (Samrot *et al.*, 2021).

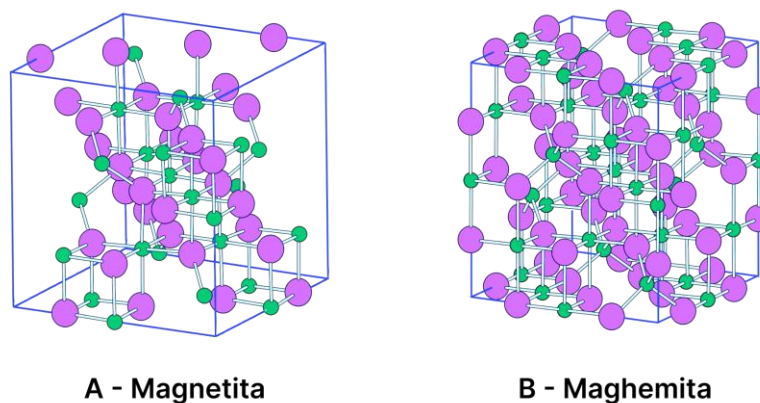
2.3. ÓXIDOS DE FERRO E MAGNETITA

Desde o final do período Neolítico até hoje, o ferro e seus derivados têm sido amplamente utilizados pela humanidade. De forma natural, o ferro é encontrado de forma recorrente em óxidos e oxihidróxidos, compondo um vasto grupo de todo 16 tipos de materiais (Silva; Pineda; Bergamasco, 2015). Dentro dessa categoria, há diversos tipos de óxidos e hidróxidos, um destes são as ferritas, materiais que geralmente possuem estruturas cristalinas de estrutura espinélio, granato ou hexagonal, propriedades ferrimagnéticas, ou ferromagnéticas, e podem ser mistas com outros metais (como a ferrita de cobalto, e a ferrita de bário), ou não (como a magnetita e a maghemita). Estes materiais se diferenciam pelo estado de oxidação do ferro (+2 ou +3) e pela proporção de íons Fe^{2+} e Fe^{3+} em sua estrutura (Schwermann; Cornell, 2008; Okrusch *et al.*, 2020). A Figura 7 expõe a magnetita e a maghemita em suas formas de rochas, encontradas na natureza, além da ferrita de cobalto.

Figura 7 - Magnetita, Maghemita Ferrita de Cobalto

Fonte: A autora (2023).

Assim, cada composto apresenta estruturas cristalinas e propriedades distintas, como coloração e magnetismo. As propriedades magnéticas podem variar conforme a proporção de íons Fe^{3+} e Fe^{2+} no composto, e também pelas vacâncias de oxigênio, e estruturas cristalinas associadas (Yusoff; Salimi; Jamlos, 2018; Okrusch *et al.*, 2020). Exemplos de óxidos e oxihidróxidos incluem a magnetita, hematita e maghemita, cujas estruturas cristalinas estão ilustradas na Figura 8.

Figura 8 - Estruturas cristalinas da magnetita(A), maghemita(B) e hematita(C). Onde os átomos de ferro estão na cor verde, e os de oxigênio em cor rosa.

Fonte: A autora, 2024

A Figura 8A mostra a estrutura cristalina da magnetita, que possui uma estrutura de espinélio inverso, e diferentemente de outros óxidos de ferro, contém os íons Fe^{3+} e Fe^{2+} em sua composição. Na sua rede cristalina, os íons Fe^{3+} ocupam tanto interstícios octaédricos (onde se ligam a 6 íons de O^{2-}) quanto interstícios tetraédricos (onde se ligam a 4 íons de O^{2-}). Enquanto os íons Fe^{2+} estão presentes apenas nos interstícios octaédricos, conectando-se a 4 íons de O^{2-} (Bhateria; Singh, 2019). Essa variação nos estados de oxidação dos íons de ferro e as interações entre seus spins resultam em momentos magnéticos diferentes de zero, o que confere a este óxido propriedades ferrimagnéticas (Oliveira; Fabris; Pereira, 2013; Dietrich *et al.*, 2023). Além disso, a magnetita possui um diâmetro crítico de 126 nm, logo partículas menores tendem a formar monodomínios magnéticos, o que tem incentivado trabalhos com partículas dentro dessa faixa de tamanho (Shokrollahi, 2017; Girardet *et al.*, 2022; Niculescu; Chircov; Grumezescu, 2022).

De modo semelhante, a maghemita também apresenta uma estrutura cristalina de espinélio inverso, conforme ilustrado na Figura 8B. Esse óxido é composto exclusivamente por íons Fe^{3+} , que ocupam tanto interstícios octaédricos (cada íon de ferro ligado a 6 íons de O^{2-}) quanto interstícios tetraédricos (cada íon de ferro ligado a 4 íons de O^{2-}) (Oliveira; Fabris; Pereira, 2013; Dietrich *et al.*, 2023). A presença exclusiva de íons Fe^{3+} gera vacâncias catiônicas em sua estrutura, o que confere à maghemita um comportamento ferrimagnético (Bhateria; Singh, 2019). O diâmetro crítico da maghemita é de 50 nm (Shokrollahi, 2017; Girardet *et al.*, 2022; Niculescu; Chircov; Grumezescu, 2022).

Ferritas combinadas com outros metais, ferritas metálicas, também são amplamente utilizadas na indústria e em pesquisas, as mais comuns são as de bário, cobalto, manganês, níquel e estrôncio (Fontanive *et al.*, 2014; Houbi *et al.*, 2021). Suas estruturas cristalinas variam de acordo com o tipo de metal adicionado, entretanto, a mais comum é a de espinélio, como por exemplo a da ferrita de cobalto, onde os íons metálicos ocupam posições tetraédricas e octaédricas alternadamente, em uma matriz cristalina cúbica, com íons de ferro e cobalto presentes nesses sítios. A disposição dos íons metálicos influencia diretamente as propriedades magnéticas da ferrita. (Amiri; Salavati-Niasari; Akbari, 2019; Akhlaghi; Najafpour-Darzi, 2021; Narang; Pubby, 2021; Menchaca-Nal *et al.*, 2023).

Os óxidos e oxihidróxidos de ferro desempenham um papel essencial na extração de ferro metálico, na produção de corantes, na fabricação de ligas magnéticas para ímãs, dentre outros usos industriais. Devido às suas variadas propriedades magnéticas, as nanopartículas de óxido de ferro são amplamente estudadas e utilizadas em diversas aplicações. Entre as aplicações em potencial, estão nas áreas de dispositivos eletrônicos, sistemas de imobilização de enzimas, processos de tratamento de água, dispositivos de armazenamento de dados, amplificadores sonoros, sensores, sistemas para tratamentos médicos, entre outras (Niculescu; Chircov; Grumezescu, 2022; Dudchenko *et al.*, 2023).

Muitas pesquisas buscam a obtenção de nanopartículas de óxido de ferro com monodomínios magnéticos, devido às suas características magnéticas intensas. No entanto, há também estudos focados na obtenção de nanopartículas de óxido de ferro com propriedades superparamagnéticas, conhecidas como SPIONs, que possuem diâmetros muito menores que seus raios críticos. Segundo Girardet *et al.* (2022), a magnetita e a maghemita formam monodomínios magnéticos quando têm dimensões abaixo de 30 ± 5 nm, e assumem comportamento superparamagnético quando inferiores a 20 ± 5 nm. A síntese de nanopartículas com monodomínios e de SPIONs é bastante desafiadora, uma vez que há diversas metodologias de produção, com parâmetros que impactam nas características magnéticas e nas dimensões finais das partículas formadas (Narayanaswamy *et al.*, 2021; Akhtar *et al.*, 2023).

Uma das formas mais utilizadas para a produção de nanopartículas e SPIONs, em especial de Magnetita, é através de mecanismos químicos, como o de coprecipitação (Andronenko *et al.*, 2023).

2.4. MECANISMO DE COPRECIPITAÇÃO DE MAGNETITA

Há diversas formas de sintetizar a magnetita, rotas físicas, químicas e biológicas, entretanto as rotas químicas são as mais empregadas, devido à sua maior versatilidade e variedade de metodologias (Dheyab *et al.*, 2020; Bustamante-Torres *et al.*, 2022). Cada método de síntese confere características específicas às partículas formadas, como tamanho e cristalinidade, o que influencia diretamente as propriedades magnéticas finais, especialmente na obtenção de nanopartículas (Francisquini; Schoenmaker; Souza, 2014; Yousif *et al.*, 2023).

Os principais mecanismos de formação de óxidos de ferro descritos na literatura são coprecipitação, decomposição térmica, microemulsão, método sol-gel, poliol e síntese hidrotermal. Dentre esses, os métodos de coprecipitação se destacam, sendo os mais utilizados, por ter uma execução simples, eficiente, de baixo custo e pode ser realizada em larga escala (Spaldin, 2010; Dheyab *et al.*, 2020; Bustamante-Torres *et al.*, 2022; Yousif *et al.*, 2023).

Esta síntese pode ser realizada em temperatura ambiente, ou em altas temperaturas, e é feita a partir de sais ferrosos e férricos (como nitratos, cloretos e sulfatos), em uma certa estequiometria, com a adição de uma base para realizar a precipitação das partículas de óxido (Schwertmann; Cornell, 2008; Ganapathe *et al.*, 2020). A Equação 1 mostra de maneira geral a reação para obtenção de Fe_3O_4 , enquanto que a Figura 9 representa um esquema de síntese de coprecipitação (Ganapathe *et al.*, 2020).

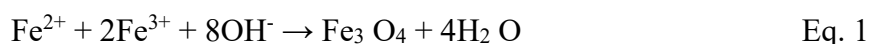
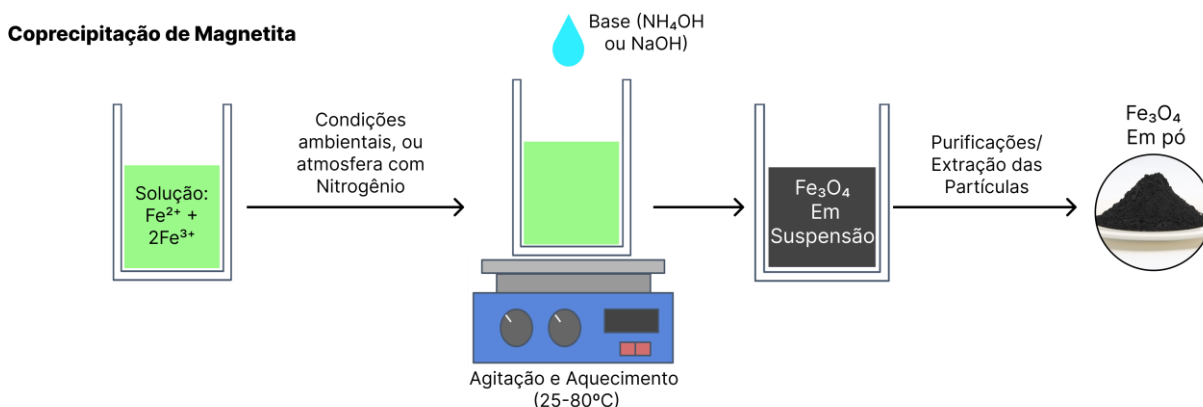


Figura 9 - Esquema com a síntese de magnetita através da coprecipitação.



Fonte: A autora (2024)

Fatores como o tipo de sais utilizados, proporções molares, agitação do meio, temperatura, pH, dentre outros, exercem influência sobre os tamanhos, distribuição, cristalinidade e formato das partículas produzidas. Trabalhos como os de Yazdani; Seddigh (2016) e Chanthiwong *et al.* (2020) demonstram por meio de estudos comparativos utilizando diversas combinações entre sais de ferro.

Segundo Yazdani; Seddigh (2016), a diferença dos tamanhos finais dos cristalitos de Fe_3O_4 formados, em rotas utilizando diferentes sais de ferro, ocorre por causa de dois fatores, o controle exercido pelas forças iônicas dos reagentes sobre o crescimento das partículas, onde a redução da força iônica resulta em uma redução no tamanho; e também por causa da teoria da dupla camada elétrica. Essa teoria sugere que, ao expor uma superfície carregada a um fluido, formam-se duas camadas: a primeira é composta por íons atraídos para a superfície, enquanto a segunda contém íons dispersos no fluido, e atraídos pela primeira camada. A primeira camada exerce uma força de atração mais intensa sobre a superfície e é carregada com cátions ou ânions, enquanto a segunda camada apresenta uma mistura equilibrada de cargas (Yazdani; Seddigh, 2016; Shin *et al.*, 2022).

Desta forma, quando a superfície apresenta carga negativa, a primeira camada é ocupada por cátions, enquanto a segunda camada é preenchida por ânions. A substituição de ânions influencia a espessura da camada eletrostática que circunda a partícula: ânions de maior tamanho resultam em uma camada mais espessa. Consequentemente, ocorre um aumento na resistência à difusão, o que, por sua vez, reduz as dimensões finais dos cristais produzidos (Yazdani; Seddigh, 2016; Shin *et al.*, 2022).

A temperatura de reação também exerce influência significativa na distribuição do tamanho das partículas formadas, estudos indicam que reações conduzidas em temperaturas entre 25 °C (temperatura ambiente) e 45 °C tendem a produzir cristalitos menores, enquanto que em temperaturas mais elevadas, resultam em partículas maiores. Esse efeito ocorre porque temperaturas mais altas fornecem mais energia às partículas, favorecendo um maior crescimento dos cristalitos de magnetita, devido ao aumento das colisões entre elas (Riaz; Bashir; Naseem, 2013; Gutierrez *et al.*, 2024).

Outro aspecto importante é a velocidade de agitação do processo, a adoção de uma agitação resulta em uma maior oxidação de íons Fe^{2+} , produzindo assim partículas de Fe_3O_4 com propriedades magnéticas mais intensas, entretanto quando a agitação se torna excessiva, a reação ocorre de forma mais desordenada, podendo produzir outros tipos de óxidos de ferro, e partículas com defeitos (Valenzuela *et al.*, 2009; Rahmawati *et al.*, 2017; Syahida *et al.*, 2022). Em Valenzuela *et al.* (2009), por exemplo, a adoção de uma agitação de 10.000 rpms foi capaz de produzir partículas de magnetita com cristalitos de tamanho médio de 10 nm, menores que as produzidas em um agitador magnético convencional, e alta magnetização de saturação. Porém, as sínteses com agitações de

18.000 e 25.000 rpms produziram respectivamente, uma maior quantidade de outros óxidos de ferro, além da magnetita.

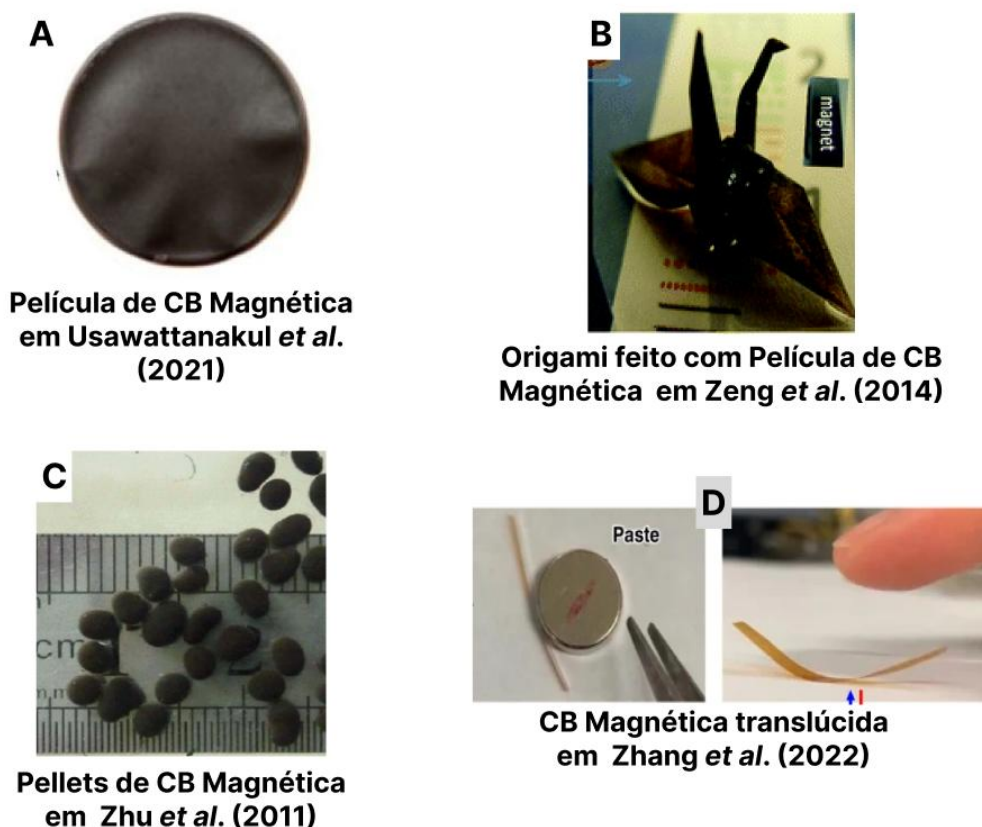
Após a síntese pode haver algum processo de purificação das partículas, a fim de se retirar reagentes residuais e produtos secundários. Contudo, muitos trabalhos não realizam esta etapa e alegam ter obtido partículas puras ao final do processo (Jiang *et al.*, 2010; Dehghanpour *et al.*, 2022). A metodologia de síntese de coprecipitação pode produzir partículas de magnetita com diversos tamanhos e propriedades magnéticas, a depender dos parâmetros operacionais adotados, o que faz desta metodologia bastante versátil para diversas aplicações. Muitas pesquisas utilizam esta metodologia para produzir nanopartículas de Fe_3O_4 para fazer novos materiais de CB magnética (Chaabane *et al.* 2020; Qiao *et al.*, 2022; Saleh *et al.*, 2023).

2.5. BIOPOLÍMEROS DE CELULOSE BACTERIANA MAGNÉTICA

Com a crescente expansão das pesquisas sobre materiais magnéticos biotecnológicos, muitas linhas de estudo têm explorado a produção de celulose bacteriana magnética para diversas aplicações, como em sensores, componentes eletroeletrônicos, contrastes em ressonância magnética, tratamentos médicos, *drug delivery*, sistemas de imobilização de enzimas etc. (Chaabane *et al.* 2020; Sriplai; Pinitsoontorn, 2021; Qiao *et al.*, 2022; Rezazadeh *et al.*, 2024).

As características visuais dos biomateriais de CB magnética podem variar dependendo dos tipos e porcentagens de dopantes adicionados. De forma geral, as nanopartículas magnéticas, que são adicionadas ao biopolímero têm coloração preta, e conferem ao material tonalidades que variam de cinza grafite a preto, a Figura 10 A, B, C e D demonstra alguns exemplos encontrados em trabalhos da literatura. Entretanto, a coloração pode variar também com a adoção de metodologias adicionais durante a produção do material, Zhang *et al.* (2022) produziram uma CB com coloração mais clara e translúcida (Figura 10 D), resultado de um tratamento de hidrólise ácida na CB, antes da dopagem, e também por causa da baixa concentração de magnetita adicionada (até 12% em massa). Os autores utilizaram essa metodologia para alinhar as orientações espaciais dos nanocristais de CB magnética, criando um material translúcido, ideal para aplicações fotônicas.

Figura 10 – Materiais produzidos com Celulose Bacteriana magnética. Película produzida por Usawattanakul *et al.* (2021) (A), Origami feito com uma membrana flexível, criada por Zeng *et al.* (2014) (B), Pellets produzidos por Zhu *et al.* (2011) (C), e Membrana translúcida feita por Zhang *et al.* (2022) (D).



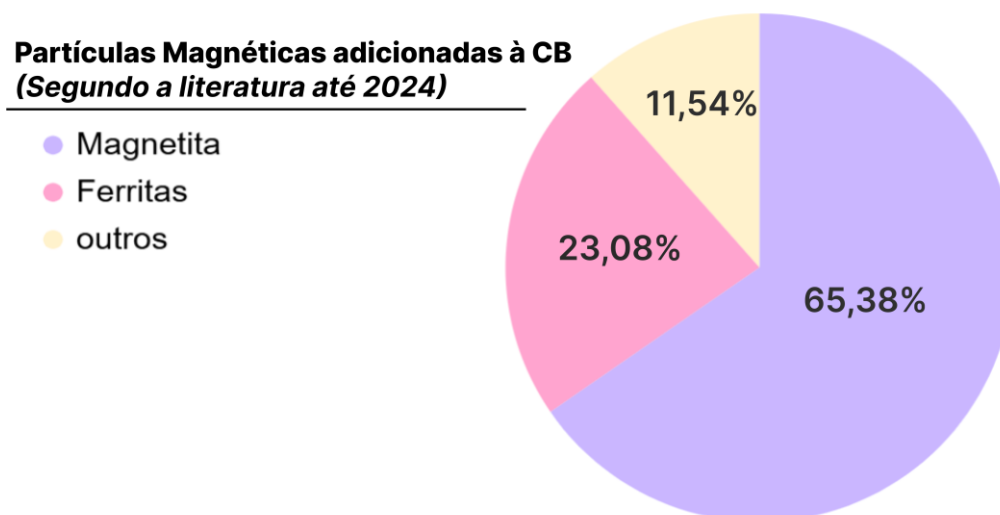
Fonte: A autora (2024)

Como pode ser observado também na Figura 10A, B e D, geralmente os biopolímeros de CB magnética são obtidos em forma de filmes flexíveis, o que torna este material bastante atrativo em suas aplicações. Entretanto, pode-se também produzir este biomaterial com outros formatos, no trabalho de Zhu *et al.* (2011) (Figura 10C), os autores obtiveram pellets magnéticos, devido à incorporação de partículas de magnetita em biopolímeros esféricos de CB, fermentados em condições dinâmicas.

Várias opções de dopantes com propriedades magnéticas podem ser adicionados a compósitos de materiais híbridos de CB, como ligas de níquel e cobalto, óxidos de ferro

e derivados (magnetita, maghemita, hematita e ferritas) (Sriplai *et al.*, 2020-a; Houbi *et al.*, 2021; Niculescu; Chircov; Grumezescu, 2021). As escolhas dos compostos dopantes variam de acordo com as aplicações e objetivos de cada trabalho, entretanto, há uma maior recorrência do uso da magnetita, devido a seu baixo custo de síntese, biocompatibilidade, alta magnetização e variedade de rotas sintéticas (Zhu *et al.*, 2011; Sriplai *et al.*, 2018; Yingkamhaeng *et al.*, 2018; Chaabane *et al.*, 2020; Usawattanakul *et al.*, 2021). O gráfico presente na Figura 11 expressa a recorrência de óxidos de ferro em artigos publicados entre os anos de 2009 e 2024, encontrados na base de dados do Google acadêmico.

Figura 11 - Gráfico com a porcentagem de partículas de óxidos de ferro utilizados na dopagem da BC, segundo a literatura.



Fonte: A autora (2024).

De maneira geral, as partículas utilizadas para a confecção de materiais de CB magnética apresentam tamanho em escala nanométrica, para promover uma melhor interação com as fibras nanométricas do biopolímero. Além disso, existem várias metodologias para incorporar esses dopantes nas fibras de CB, incluindo processos que realizam a síntese dos dopantes *in situ* (síntese dentro da CB) ou *ex situ* (síntese externa à CB, adição de partículas prontas) (Nypelö, 2022).

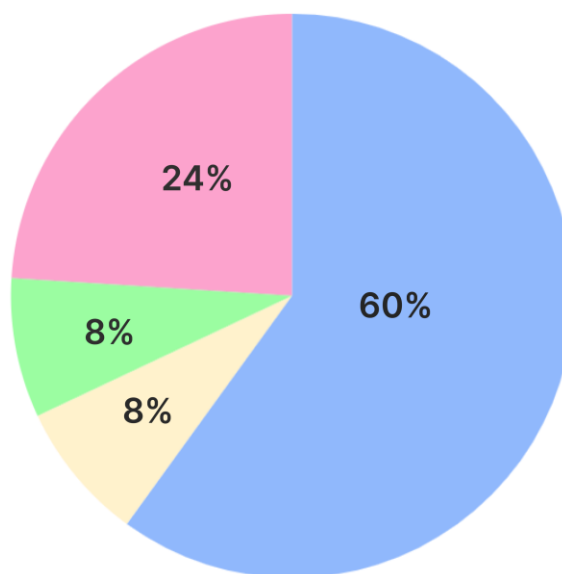
2.5.1. METODOLOGIAS DE INCORPORAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS À CELULOSE BACTERIANA

As metodologias para incorporação de nanopartículas magnéticas são variadas, e podem ser escolhidas com base nas características desejadas para o material final, utilizando um processo ou conjunto de métodos específicos. As técnicas mais comuns incluem reações *in situ*, como coprecipitação (Qiao *et al.*, 2022; Menchaca-Nal *et al.*, 2023), decomposição térmica (Zeng *et al.*, 2014; Mira-Cuenca *et al.*, 2021) e eletrólise (Zhou *et al.*, 2009; Yang *et al.*, 2022), ou processos de adição de partículas previamente sintetizadas, *ex situ* (Menchaca-Nal *et al.*, 2023; Souza *et al.*, 2023a). O gráfico apresentado na Figura 8 indica a frequência do uso dessas metodologias de incorporação em artigos publicados entre os anos de 2009 e 2024, encontrados na base de dados do Google acadêmico.

Figura 12 - Gráfico com a porcentagem de metodologias de dopagem de BC com óxidos de ferro utilizadas na literatura.

Formas de incorporação de partículas magnéticas na CB (Segundo a literatura até 2024)

- Coprecipitação *in situ*
- Decomposição Térmica *in situ*
- Eletrólise *in situ*
- Processos *ex situ*



Fonte: A autora (2024).

Como é possível observar na Figura 8, a metodologia de coprecipitação *in situ*, e a adição de partículas previamente sintetizadas, são as mais utilizadas. Alguns autores, como Chanthiwong *et al.* (2020), afirmam que a metodologia de coprecipitação *in situ*

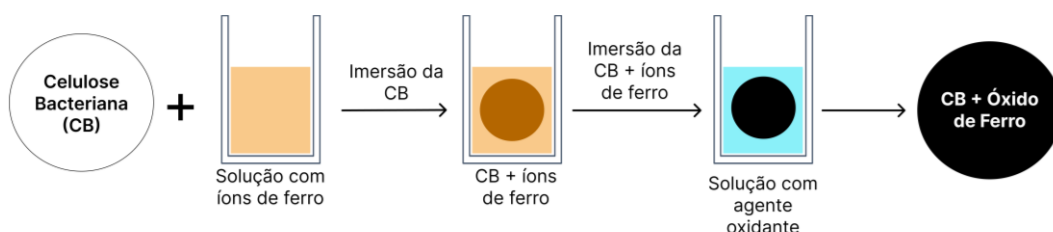
proporciona uma boa distribuição de partículas na matriz de CB, e tem uma execução simples e adaptável, com o ajuste dos reagentes utilizados.

A outra forma de incorporação mais recorrente, adição de partículas obtidas externamente à CB, *ex situ*, é muitas vezes adotada em trabalhos que buscam determinadas nanopartículas que devem ser produzidas em condições específicas, sem a interferência da CB, para se ter um maior controle sobre a síntese; ou reações em condições que degradaria o biopolímero. Em Salidkul *et al.* (2021), por exemplo, foi adotada uma metodologia *ex situ*, uma vez que nanopartículas desejadas foram obtidas em uma reação onde a temperatura foi maior que 800°C, capaz de degradar a CB, caso fosse realizada de forma *in situ*.

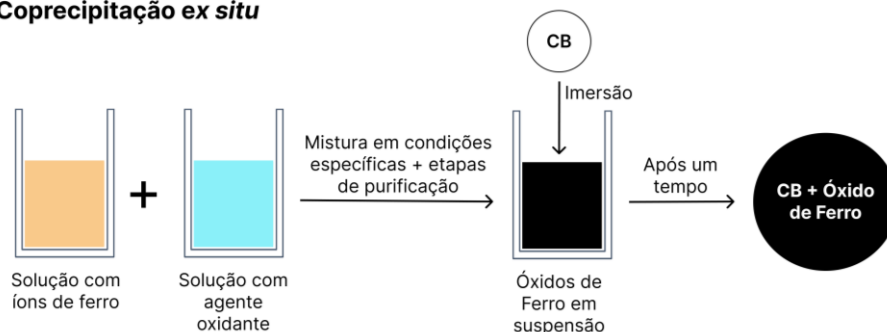
A Figura 13 apresenta de forma esquemática os processos de coprecipitação *in situ* e *ex situ* de magnetita, uma vez que a magnetita é a nanopartícula mais utilizada como dopante magnético em CB, e a coprecipitação é a metodologia mais utilizada para se obter este composto (conforme comentado na sessão 2.4).

Figura 13 - Processos de coprecipitação de magnetita *in situ* (A) e *ex situ* (B).

A - Coprecipitação *in situ*



B - Coprecipitação *ex situ*



Fonte: A autora (2024).

Conforme ilustrado na Figura 13A, no processo de coprecipitação *in situ*, a celulose bacteriana (CB) é inicialmente imersa em uma solução contendo reagentes precursores (sais ferrosos e férricos), que são absorvidos pelo biopolímero. Em seguida, o material impregnado é submetido à imersão em um meio oxidante (geralmente uma base forte), onde os reagentes são convertidos em Fe_3O_4 , conforme foi ilustrado na Equação 1, na seção 2.4. “MECANISMO DE COPRECIPITAÇÃO DE MAGNETITA” (Sriplai; Pinitsoontorn, 2021). Esta metodologia pode ser observada em trabalhos como os de Chanthiwong *et al.* (2020), Usawattanakul *et al.* (2021), Chen *et al.* (2021), Chen *et al.* (2022), Qiao *et al.* (2022) e Menchaca-Nal *et al.* (2023).

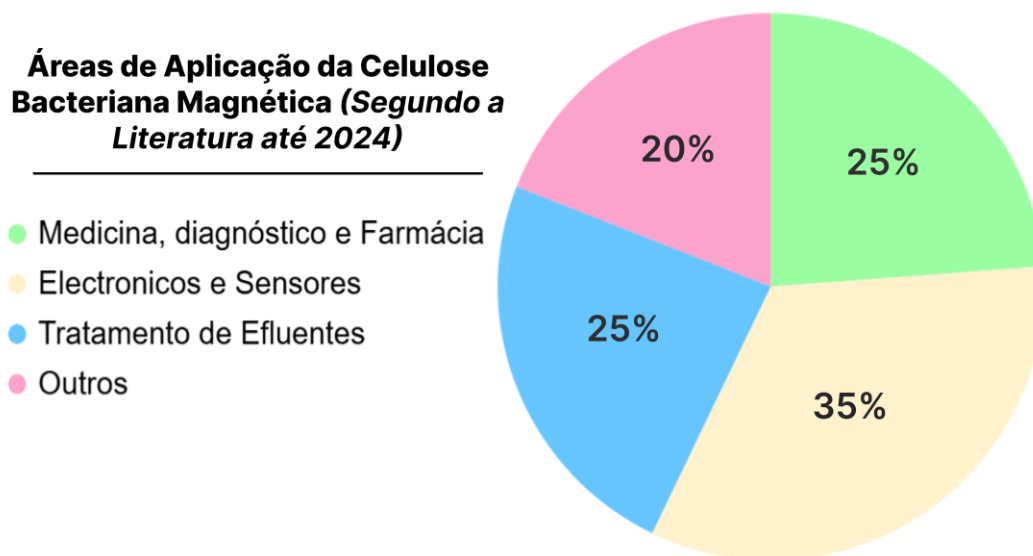
Já na coprecipitação *ex situ* (Figura 13B), as partículas de magnetitas são sintetizadas conforme descrito no item 2.4 “MECANISMO DE COPRECIPITAÇÃO DE MAGNETITA”, e são adicionadas à CB pela imersão em um meio líquido com o biopolímero, este processo pode ser encontrado em trabalhos como os de Zhu *et al.* (2011), Sriplai *et al.* (2018), Salles *et al.* (2022) e Zhang *et al.* (2022).

A escolha dos métodos de produção de nanopartículas magnéticas, e da forma de incorporação destas na CB, desempenha um papel crucial nas características finais do material obtido. Para garantir o sucesso na produção de um composto de CB com óxidos de ferro, é essencial considerar a aplicação final desejada e todos os parâmetros envolvidos na metodologia selecionada.

2.5.2. APLICAÇÕES DA CELULOSE BACTERIANA MAGNÉTICA

Há diversos tipos de aplicações para biomateriais magnéticos de CB, dentre as quais, as mais citadas são nas áreas de sensores, eletroeletrônicos, medicina e farmácia, catálise e sistemas de tratamento de água, aplicações nas quais necessitam a utilização de materiais magnéticos, com as características específicas que podem ser encontradas na CB, como flexibilidade e biocompatibilidade (Zhu *et al.* 2011; Campano *et al.* 2016; Andriani; Yuthi; Karina 2020; Chanthiwong *et al.* 2020; Chaabane *et al.* 2020; Salidkul *et al.* 2021; Kumar; Han; Sood 2022; Qiao *et al.* 2022). O gráfico presente na Figura 14 demonstra a recorrência destas áreas de aplicações em artigos publicados entre os anos de 2009 e 2024, encontrados na base de dados do Google acadêmico.

Figura 14 - Áreas de aplicações da biocelulose magnética, sugeridas por trabalhos na literatura (porcentagens com as ocorrências de sugestões).



Fonte: A autora. (2024).

Aplicações Médicas e Farmacêuticas

Devido à biocompatibilidade da celulose CB, várias pesquisas médicas e farmacêuticas têm explorado sua utilização como matriz para o desenvolvimento de novos biomateriais (Amorim *et al.*, 2022). Entre as principais aplicações destacam-se a criação de curativos avançados, implantes biomédicos, engenharia de tecidos, sistemas *drug delivery* e contrastes para testes de ressonância magnética (Eslahi *et al.*, 2020; Aditya *et al.*, 2022; Rezazadeh *et al.*, 2024).

A celulose bacteriana, e seus compósitos, tem se mostrado promissora na fabricação de curativos avançados, devido à sua capacidade de retenção de água e permeabilidade ao oxigênio. Estes curativos conseguem armazenar medicamentos para tratar enfermidades, permitindo a circulação de ar e protegendo as áreas lesionadas contra contaminantes. Além disso, a adição de algumas nanopartículas magnéticas pode conferir propriedades antibióticas aos curativos (Chaabane *et al.*, 2020; Ameen; Majrashi, 2023). Maruthupandy *et al.* (2021) desenvolveram um compósito de CB com grafeno e magnetita, avaliando sua ação antimicrobiana contra bactérias patogênicas como *E. coli* e *P. mirabilis*, onde o material apresentou excelente desempenho.

Em sistemas de liberação controlada de fármacos (*drug delivery*), as propriedades magnéticas dos biomateriais de CB facilitam o direcionamento de medicamentos para regiões específicas. Um exemplo disso é o estudo de Chaabane *et al.* (2020), em que os autores desenvolveram um complexo de CB modificada com nanopartículas de magnetita, resultando em um sistema eficiente para o tratamento de tumores em camundongos. Este material também demonstrou propriedades antimicrobianas, e também alcançou resultados satisfatórios como quimioterápico em camundongos, atuando na inibição do crescimento tumoral.

Em implantes biomédicos, a CB se destaca por sua resistência e capacidade de ser moldada em diferentes formas, tornando-se uma base ideal para a fabricação de estruturas, *stents* e dispositivos de fixação. A incorporação de nanopartículas magnéticas permite nestes materiais a visualização aprimorada por técnicas de ressonância magnética, eliminando a necessidade de procedimentos cirúrgicos invasivos. Em Mira-Cuenca *et al.* (2021), foi desenvolvida uma tinta composta por fibras de CB e nanopartículas de magnetita, destinada à aplicação em implantes. Essa tinta demonstrou ótimos resultados como agente de contraste de relaxamento transversal, sendo detectada com eficiência em testes de ressonância magnética realizados em carne de porco.

Aplicações em Sistemas de tratamento de efluentes

Devido às suas fibras nanométricas, a CB se torna um excelente meio filtrante (Galdino Jr. *et al.*, 2020). Para alcançar uma filtragem seletiva, diversas pesquisas têm explorado o uso de dopantes em biocompósitos de CB, incluindo nanopartículas magnéticas. Em um estudo realizado por Saleh *et al.* (2023), foi desenvolvido um compósito de CB com magnetita capaz de limpar efluentes contendo laranja de metila, um corante amplamente utilizado na indústria têxtil. Devido à interação com os íons Fe^{3+} da magnetita, o biomaterial demonstrou eficiência ao absorver e inativar o corante.

Outro exemplo de aplicação bem-sucedida é o estudo de Chen *et al.* (2021), que testaram um compósito de CB com magnetita para tratar efluentes contendo Vermelho do Congo. Os resultados mostraram que o material foi eficaz na remoção do corante.

Além disso, há relatos de uso desses biocompósitos na remoção de metais pesados, Zhou *et al.* (2009) desenvolveram hidrogéis de CB com magnetita que demonstraram a

capacidade de absorver chumbo de efluentes aquosos. Neste tipo de aplicação, as propriedades magnéticas dos biomateriais também facilitam sua separação do meio tratado, na revisão de Mikhailidi *et al.* (2023), foi apresentado um esquema gráfico detalhando como os biopolímeros magnéticos de CB podem ser recuperados em sistemas de tratamento, com a transferência do material entre tanques de absorção e dessorção utilizando um ímã eletromagnético.

Aplicações eletroeletrônicas

Avanços na área de eletroeletrônicos exercem influência nas outras áreas, uma vez que todos os setores dependem de dispositivos eletrônicos para desempenhar suas funções. Nesse contexto, materiais à base de CB combinados com nanopartículas magnéticas são utilizados na produção e aprimoramento de diferentes componentes e dispositivos, como sensores, atuadores elétricos, sistemas de armazenamento de dados e amplificadores de som (Guan; Guo, 2021; Sriplai; Pinitsoontorn, 2021; Kumar; Sood; Han, 2022; Choi *et al.*, 2022; Zhang *et al.*, 2022).

Estudos como os de Marins *et al.* (2013), Sriplai *et al.* (2020-a) e Chen *et al.* (2022) propuseram e testaram o uso de materiais magnéticos de CB nesta área, e destacaram a flexibilidade, leveza e a capacidade de se moldar em diversas geometrias, como grandes vantagens desse material para tais aplicações. Sriplai *et al.* (2020-a) também destacaram as propriedades piezoelétricas de filmes de CB com óxido de ferro, uma característica fundamental para o desenvolvimento de sensores piezoelétricos altamente sensíveis. Já no trabalho de Chen *et al.* (2022), foi desenvolvido um sensor de CB com ferrita de cobalto, capaz de monitorar frequências de oscilação e velocidades de movimentos, sendo aplicado em uma jaqueta de tecido.

Aplicações em diversos dispositivos também já foram relatadas, como em sistemas de amplificadores de som, no trabalho de Zeng *et al.* (2014), que destacou a flexibilidade e magnetização do material. Em Salidikul *et al.* (2021), aplicações em dispositivos de armazenamento de dados também foram explorados, devido à coercividade magnética que pode ser alcançada pelos materiais. Além do uso em sistemas de armazenamento de dados, Sriplai *et al.* (2018) sugeriram o uso dos biomateriais magnéticos também em atuadores elétricos, devido à resposta rápida do material a campos magnéticos externos. Usawattanakul *et al.* (2021) também propuseram o uso de biomembranas de CB

com magnetita no design de novos dispositivos eletrônicos. Enquanto Olsson *et al.* (2010), desenvolveram um aerogel de CB magnética, apresentando alta coercividade e magnetização de saturação, sendo indicado para aplicação em atuadores elétricos.

Embora muitas pesquisas surgiram aplicações nesta área, poucas apresentaram protótipos em funcionamento. Em contraste, estudos como os de Galland *et al.* (2013) e Tarrés *et al.* (2017) criaram protótipos de amplificadores de som utilizando membranas feitas de nanofibras de celulose vegetal tratada, um material semelhante à CB, impregnadas com nanopartículas magnéticas, obtendo resultados promissores. Esses trabalhos indicam que protótipos semelhantes podem ser desenvolvidos com biomateriais magnéticos de CB, com perspectivas de resultados satisfatórios.

Nesta área há também uma crescente demanda para materiais que possam ser inseridos em sistemas de blindagem de ondas eletromagnéticas, em geral compósitos e materiais híbridos magnéticos e/ou condutores. Trabalhos como o de Fan *et al.* (2022), Luo *et al.* (2023), Peng *et al.* (2023) e Dai *et al.* (2024) produziram e testaram materiais semelhantes, contendo CB, derivados de celulose e magnetita, e obtiveram protótipos eficientes e finos.

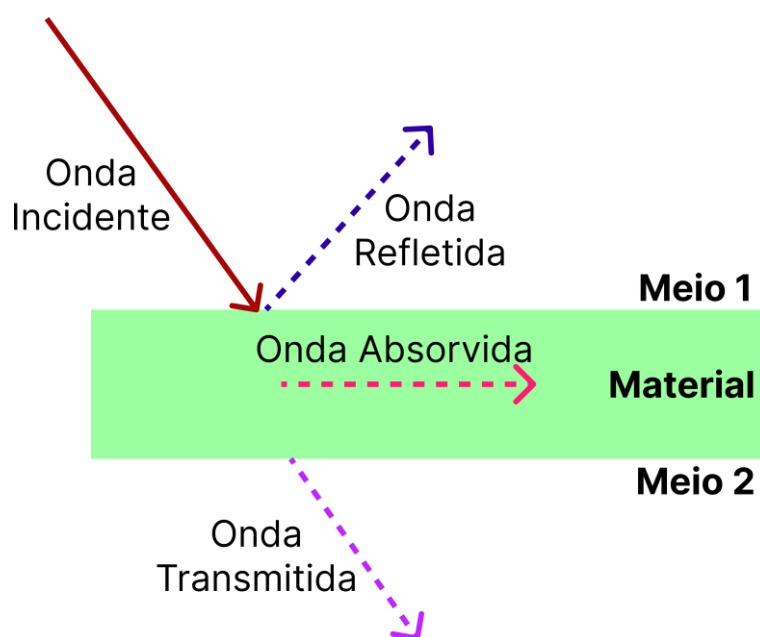
2.6. BLINDAGEM DE ONDAS ELETROMAGNÉTICAS

Ondas eletromagnéticas são oscilações de campos elétricos e magnéticos que se propagam pelo espaço, transportando energia. Existem sete tipos destas, as de rádio, micro-ondas, infravermelho, luz visível, ultravioleta, raios x e raios gama, onde a diferença entre elas são suas frequências e comprimentos (Lauterbach, 2021). Por terem a capacidade de propagar energia sem a necessidade de conexões e meios físicos, as ondas eletromagnéticas são essenciais para várias tecnologias, como a comunicação por satélite, internet sem fio e sistemas de navegação GPS. Entretanto, sua utilização também traz alguns desafios, como interferências (também conhecida como EMI), e impactos sobre dispositivos eletrônicos, meio ambiente e animais, o que torna a blindagem eletromagnética crucial para garantir a eficiência e segurança das operações tecnológicas (Bridova; Moravcik, 2022; Jin, 2023).

A Efetividade de Blindagem contra Interferência Eletromagnética, ou EMI SE (Electromagnetic Interference Shielding Effectiveness), mede a capacidade de um

material em reduzir a intensidade de campos eletromagnéticos. Ao incidir sobre um material, as ondas podem ser absorvidas, transmitidas ou refletidas, onde a quantificação destes efeitos é dada em decibéis (dB), e pode ser representada pelos coeficientes de reflexão (R), absorção (A) transmissão (T), que, devido à conservação de energia, obedecem à relação: $R+A+T=1$ (Mathur; Raman, 2020; Kondawar; Modak, 2020; Orasugh; Ray, 2023). A Figura 15 ilustra este processo de interação de um material com a incidência de uma onda.

Figura 15 - Interação de um material com uma onda incidente, com a reflexão, absorção e transmissão desta.



Fonte: A autora (2024).

O uso da blindagem contra EMI impacta de forma significativa na sociedade moderna, que depende cada vez mais de tecnologias sensíveis a interferências, no setor de saúde, por exemplo, equipamentos como ressonâncias magnéticas precisam de ambientes livres de EMI para operar com precisão. No campo eletroeletrônico, a blindagem protege redes de comunicação, como o Wi-Fi e 5G, de interferências externas que poderiam comprometer a transmissão de dados, e também causar danos à saúde, causando doenças e tumores (Seker; Simsek, 2022; Nan *et al.*, 2023; Crane-Molloy, 2024; Zhang *et al.*, 2024). Além disso, em áreas militares e aeroespaciais, esta proteção é vital para garantir o funcionamento de sistemas estratégicos e prevenir possíveis ataques cibernéticos ou sabotagens por interferências.

Para avaliar a eficácia da blindagem, sistemas de medição de ondas eletromagnéticas são utilizados, incluindo câmaras anecóicas, analisadores vetoriais de redes (VNA) e equipamentos de medição espectral. Essas ferramentas permitem medir a intensidade das ondas emitidas, absorvidas, transmitidas e refletidas pelos materiais avaliados, com quantificações em decibéis (dB) (Cardillo *et al.*, 2024). Parâmetros como, a espessura do material e a frequência das ondas são analisados, para ajustar os sistemas de blindagem às necessidades específicas de cada aplicação (Lv *et al.*, 2024).

A efetividade total de blindagem (SE_T) de um material é calculada em dB pela divisão da potência transmitida (P_{Trans}) pela potência incidente (P_{Inc}), emitida pelo equipamento de análise. O SE_T pode ser subdividido em efetividade de blindagem por reflexão (SE_R) e por absorção (SE_A) (Mei *et al.*, 2020; Orasugh; Ray, 2023). Materiais eficazes para blindagem eletromagnética devem apresentar baixos coeficientes de transmissão, indicando uma menor passagem de ondas através de um material. Um coeficiente médio de transmissão de 0,1, por exemplo, resulta em uma blindagem de 20dB, padrão para equipamentos de blindagem comercial. O processo de blindagem geralmente busca melhorar os coeficientes de reflexão e/ou absorção, entretanto deve-se ter cautela com materiais com altos coeficientes de reflexão, pois isso pode gerar poluição eletromagnética secundária (Jia *et al.*, 2024; Pu *et al.*, 2024).

Tendo em vista esta demanda, pesquisas recentes têm focado no desenvolvimento de materiais para EMI SE, geralmente estes têm características condutivas e/ou magnéticas capazes de refletir ou absorver as ondas. Metais, como cobre, alumínio e aço, são amplamente utilizados, em compósitos, materiais híbridos, como o MXene, e ligas, devido à sua alta condutividade elétrica e capacidade de reflexão de ondas eletromagnéticas. Entretanto, algumas limitações como peso elevado, baixa flexibilidade e suscetibilidade à corrosão, tornam-se desafiadoras durante sua produção (Budumuru *et al.*, 2023; Li *et al.*, 2023; Surendraloya; Habibullakhan, 2023).

Materiais de carbono nanométricos, como grafeno e nanotubos de carbono, também se destacam em várias pesquisas, se mostrando promissores para blindagem EMI, por serem altamente condutivos, leves e mecanicamente robustos. Porém, possuem uma menor eficiência na blindagem de ondas com frequências altas, como as utilizadas nas redes 5G, o que leva muitas pesquisas a aditivar filmes de grafeno com nanopartículas, como óxidos de ferro (Tahalyani; Akhtar; Kar, 2022; LI *et al.*, 2023; Bagotia, 2024).

Os Materiais magnéticos, também bastante utilizados para EMI SE, atuam principalmente absorvendo e convertendo a energia eletromagnética, presente nas ondas, em calor, por meio de mecanismos como perdas por histerese, correntes de Foucault e relaxamento magnético. Ligas metálicas magnéticas, como ligas de níquel e nanopartículas de óxido de ferro, são bastante utilizados como dopantes, na produção de compósitos e materiais híbrido, estas últimas conseguem conferir propriedades magnéticas e de blindagem à filmes finos e flexíveis, deixando sua aplicabilidade mais versátil (Yang *et al.*, 2022; Li *et al.*, 2023; Rayar *et al.*, 2023).

3. SELEÇÃO DE MEIOS DE CULTURA PARA A PRODUÇÃO DE CELULOSE BACTERIANA

Visando uma otimização da produção do material final, foram testados meios de cultura diferentes, para a fermentação da CB. Para a seleção do meio de cultura, foi levada em consideração a produtividade de fibras, e para isto, foram avaliados aspectos como o crescimento das membranas ao longo do tempo, percentual de água, cristalinidade e densidade das biopelículas, ensaio termogravimétrico.

3.1. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1.1. MANUTENÇÃO DO MICRORGANISMO E FERMENTAÇÃO

Manutenção do microrganismo

Para a produção das biomembranas foi utilizada a bactéria *Komagataeibacter hansenii* UCP1619, obtida do Banco de Culturas do Núcleo de Pesquisas em Ciências Ambientais e Biotecnologia (NPCIAMB) da Universidade Católica de Pernambuco (UNICAP). A bactéria foi cultivada em meio HS, descrito por Hestrin e Schramm (1954), e adaptado por Hungund e Gupta (2010). A composição do meio inclui 2,0% de glicose (m/v), 0,5% de extrato de levedura (m/v), 0,5% de peptona, 0,27% de Na₂HPO₄ (m/v) e 0,15% de ácido cítrico (v/v).

Preparação do pré-inóculo

O pré-inóculo foi preparado conforme a metodologia descrita por Costa *et al.* (2017) e Galdino *et al.* (2019). Primeiramente a bactéria foi ativada, sendo inoculada em meio de ágar HS, e em seguida, incubada a 30 °C por 48 horas. As células ativadas foram utilizadas para preparar o pré-inóculo, em meio HS líquido nas mesmas condições de incubação (48 horas a 30 °C).

Fermentação da CB com meio HS

Para a produção da CB, 3% do pré-inóculo foram adicionados ao meio de produção, que foi o meio descrito por Hestrin e Schramm (1954), e adaptado por Hungund e Gupta (2010), com a mesma composição utilizada no meio de manutenção do microorganismo. As biopelículas de CB foram produzidas em condições estáticas a 30 °C, durante 15 dias. Após a produção, as membranas formadas foram removidas do líquido metabólico e seguiram para a limpeza e purificação, realizadas por imersão em uma solução de 4% de NaOH por 2 horas, seguida de lavagens com água deionizada.

Fermentação da CB com meio de milhocina

Para a produção da CB, 3% do pré-inóculo foram adicionados ao meio de produção, que consistiu em uma versão modificada do meio HS, conforme descrito por Costa *et al.* (2017) e Galdino *et al.* (2019). Este meio contém 1,5% de glicose, 2,5% de milhocina, 0,27% de Na₂HPO₄, 0,15% de ácido cítrico e pH ajustado para 5. As películas de CB foram produzidas em condições estáticas a 30 °C, por um período de 15 dias. Após a produção, as biomembranas foram removidas do líquido metabólico para limpeza e purificação, realizadas por imersão em uma solução de 4% de NaOH por 2 horas, seguida de lavagens com água deionizada.

Fermentação da CB com meio de casca de mamão

Para a fermentação da CB, 3% do pré-inóculo foram adicionados ao meio de produção, utilizando-se um meio HS modificado, semelhante ao descrito por Singhaboot e Kroeksaku (2022), no qual é composto por 1,5% de glicose, 2,5% de extrato de casca

de mamão, 0,27% de Na₂HPO₄, 0,15% de ácido cítrico e pH ajustado para 5. A produção das películas de CB ocorreu em condições estáticas a 30 °C por 15 dias. Após esse período, as CBs foram removidas do líquido metabólico para limpeza e purificação, realizadas por imersão em solução de 4% de NaOH por 2 horas, seguidas de lavagens com água deionizada.

Secagem das Películas

As películas foram secas em duas diferentes condições, em estufa a 70 °C por 24 horas. e também via secagem por liofilização, onde inicialmente foram congeladas por 24 horas e, em seguida, colocadas no liofilizador por 48 horas.

3.1.2. METODOLOGIAS DE ANÁLISE

Crescimento das membranas

As membranas tiveram suas espessuras mensuradas ao longo de sua produção, durante 15 dias. A análise foi feita em triplicata, e em 200 ml de meio de cultura.

Densidade das membranas

As densidades das membranas foram calculadas de acordo com a metodologia descrita por Barbi *et al.* (2021), onde após a secagem, as biomembranas foram pesadas, e tiveram suas dimensões anotadas (diâmetro e espessura), para assim se obter seus respectivos volumes, para o cálculo.

Percentual de retenção de água pós-produção

Após a purificação, as membranas foram pesadas antes e depois da etapa de secagem. A quantidade percentual que elas armazenavam foi calculada através da equação:

$$\text{Água (\%)} = \frac{MCB_{úmida} - MCB_{seca}}{MCB_{úmida}} \times 100 \quad \text{Eq. 2}$$

Onde: MCBúmida = Massa da membrana de CB úmida
MCBseca = Massa da membrana de CB seca (fibras).

O experimento foi realizado em triplicata.

Difratometria de Raio-X (DRX)

A identificação das fases, presentes nas amostras deste trabalho, foi realizada por um difratômetro Shimadzu XRD-7000. As medidas serão realizadas com as amostras em forma de pó sobre suporte de alumínio, no intervalo de 10 a 80 graus em 2θ , com radiação Cu K α ($\lambda = 1,54056$) e velocidade de varredura de 0,5°/minutos em modo contínuo. A cristalinidade das membranas foi calculada através da metodologia de Ruland e Vonk, descrita em Cheah e Masaharu (2023).

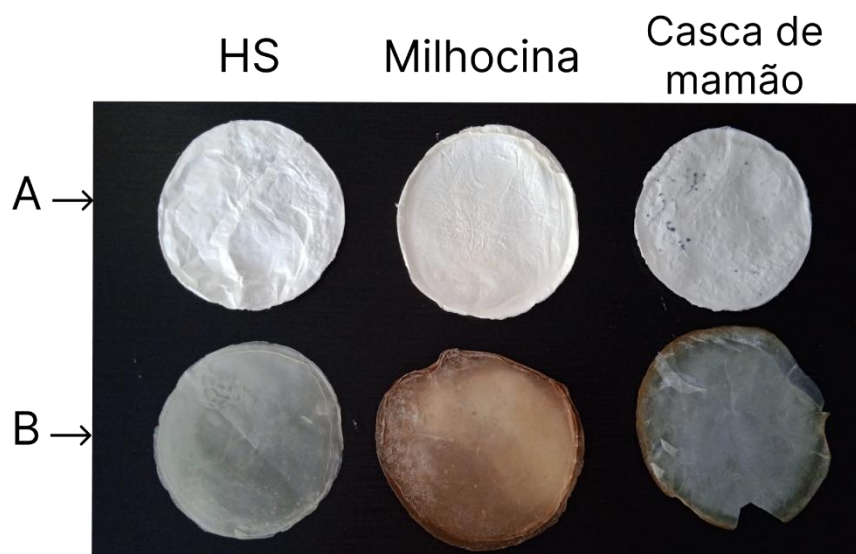
Análise Termogravimétrico (TGA)

As análises termogravimétricas serão realizadas em um aparelho Mettler Toledo TGA 2, com uma variação de temperatura, de 20°C (temperatura ambiente) à 600°C, com uma taxa de aquecimento de 10°C/min, sob um fluxo de nitrogênio de 50 mL/min.

3.2. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As biomembranas de CB obtidas podem ser visualizadas na Figura 16. Elas possuem uma aparência de hidrogel.

Figura 16 - Biopelículas produzidas por diferentes meios fermentativos, em um intervalo de 10 dias, após secagem em liofilizador (linha A), e estufa (linha B).

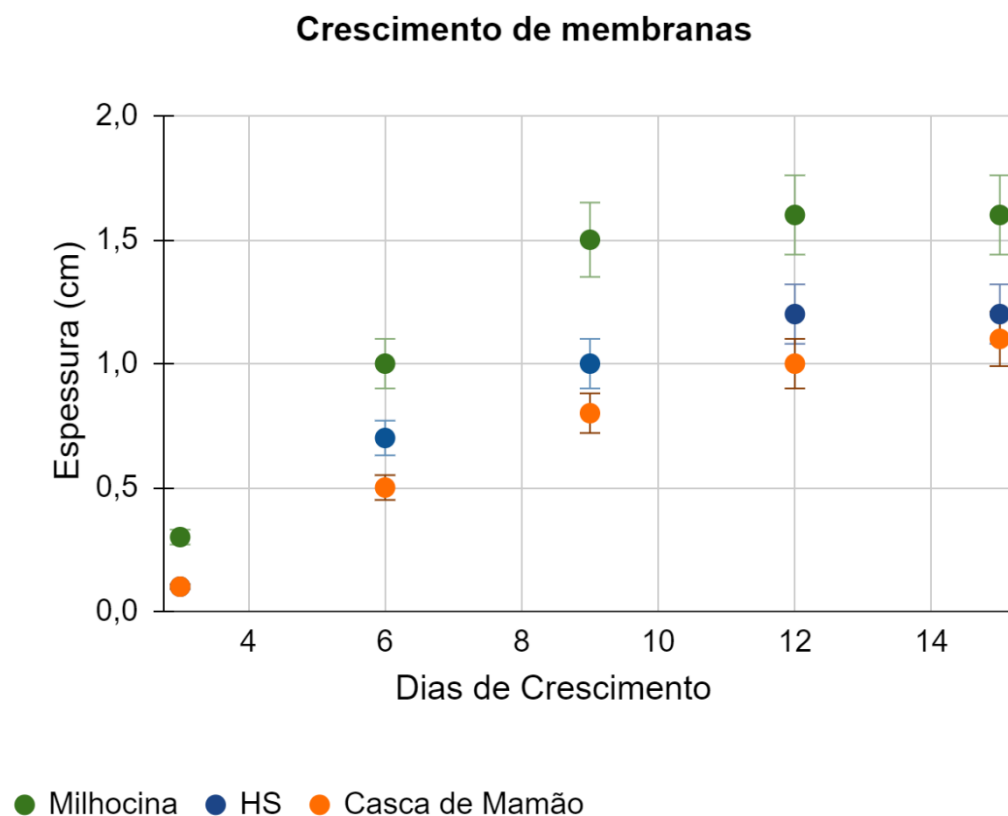


Fonte: A autora (2023).

3.2.1. CRESCIMENTO DE CB EM DIFERENTES MEIOS DE PRODUÇÃO

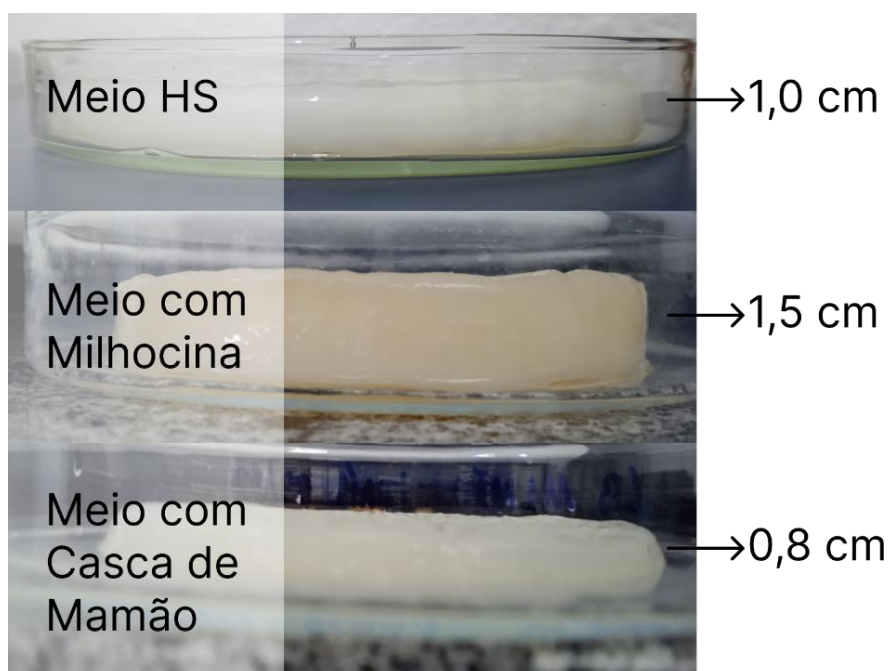
O gráfico da Figura 17 demonstra o crescimento das biopelículas de CB durante 15 dias de fermentação, com suas respectivas barras de erro. Para melhor ilustrar este crescimento, na Figura 18, pode-se observar algumas biopelículas de CB após 10 dias de crescimento, onde a película cultivada no meio contendo milhocina apresenta uma maior espessura, atingindo uma espessura de 1,5 cm.

Figura 17 - Gráfico com o crescimento das membranas de CB ao longo de 15 dias.



Fonte: A autora (2023).

Figura 18 - Membranas produzidas com os meios HS, de milhocina e de mamão após 10 dias de produção, com suas respectivas espessuras.



Fonte: A autora (2023)

Como apresentado nas Figuras 17 e 18, o meio contendo milhocina se destacou com um maior crescimento de CB, em estudos como os de Galdino *et al.* (2019) e Costa *et al.* (2017) também há a indicação de um crescimento mais expressivo em meios contendo milhocina, em comparação ao meio padrão HS. Em contraste, as películas obtidas pelo meio contendo casca de mamão apresentaram um crescimento mais lento, se comparado com o meio HS, Singhaboot; Kroeksakul (2022), que investigaram fermentações com casca de mamão, também observaram este comportamento

3.2.2. PERCENTUAL DE ÁGUA E DENSIDADE DAS PELÍCULAS

Também foram observadas a quantidade de água retida pelas películas ao final das fermentações, e a densidade destas após a secagem. A Tabela 2 apresenta estes dados para cada tipo de membrana, produzidas no mesmo intervalo de tempo.

Tabela 2 - Densidade e porcentagem de água retida pelas membranas de CB.

Amostra	Densidade média (g/cm³)	Água retida ao final da fermentação (%)
CB-Milhocina	0,836	97,575
CB-HS	0,788	98,089
CB-Mamão	0,649	99,014

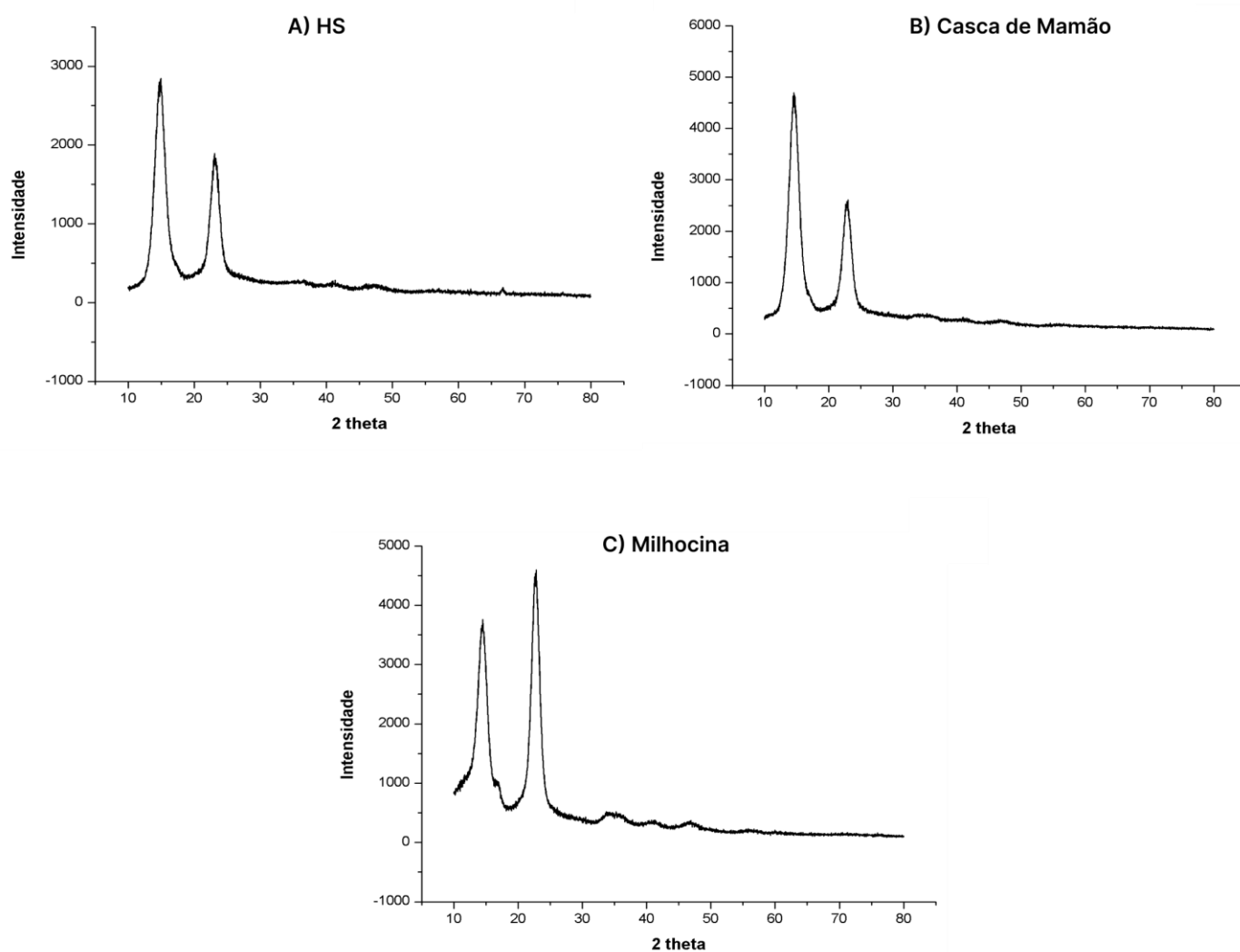
Fonte: A autora (2023).

As películas obtidas pela fermentação com casca de mamão apresentaram uma maior retenção de água e menor densidade, enquanto as biomembranas produzidas com o meio de milhocina retiveram menos água e apresentaram maior densidade. Ao relacionar a umidade retida, a densidade e a espessura de cada biomembrana após a fermentação, pode-se deduzir que o meio de milhocina promove uma maior produção de fibras. Isso se evidencia pelo fato de a membrana ser mais espessa, mais densa e com menor retenção de umidade. Em contraste, as membranas produzidas com casca de mamão apresentam menor espessura, menor densidade e maior teor de umidade, sugerindo uma menor quantidade de fibras formadas.

Barbi *et al.* (2021) observaram em suas películas de CB, produzidas em meio HS ao longo de 7 dias, uma densidade de $0,623 \pm 0,023$, valor semelhante ao encontrado no presente estudo, nas biopelículas produzidas com o meio de casca de mamão, enquanto as obtidas com meio HS apresentaram uma densidade maior que o trabalho citado (0,788), devido ao tempo prolongado de fermentação, o que permitiu maior produção de fibras pelas bactérias.

3.2.3. DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X

Figura 19 – Difratoograma de Raios-X das películas de celulose bacterianas obtidas via fermentação em diferentes meios, HS (A), com casca de mamão (B) e com milhocina (C).



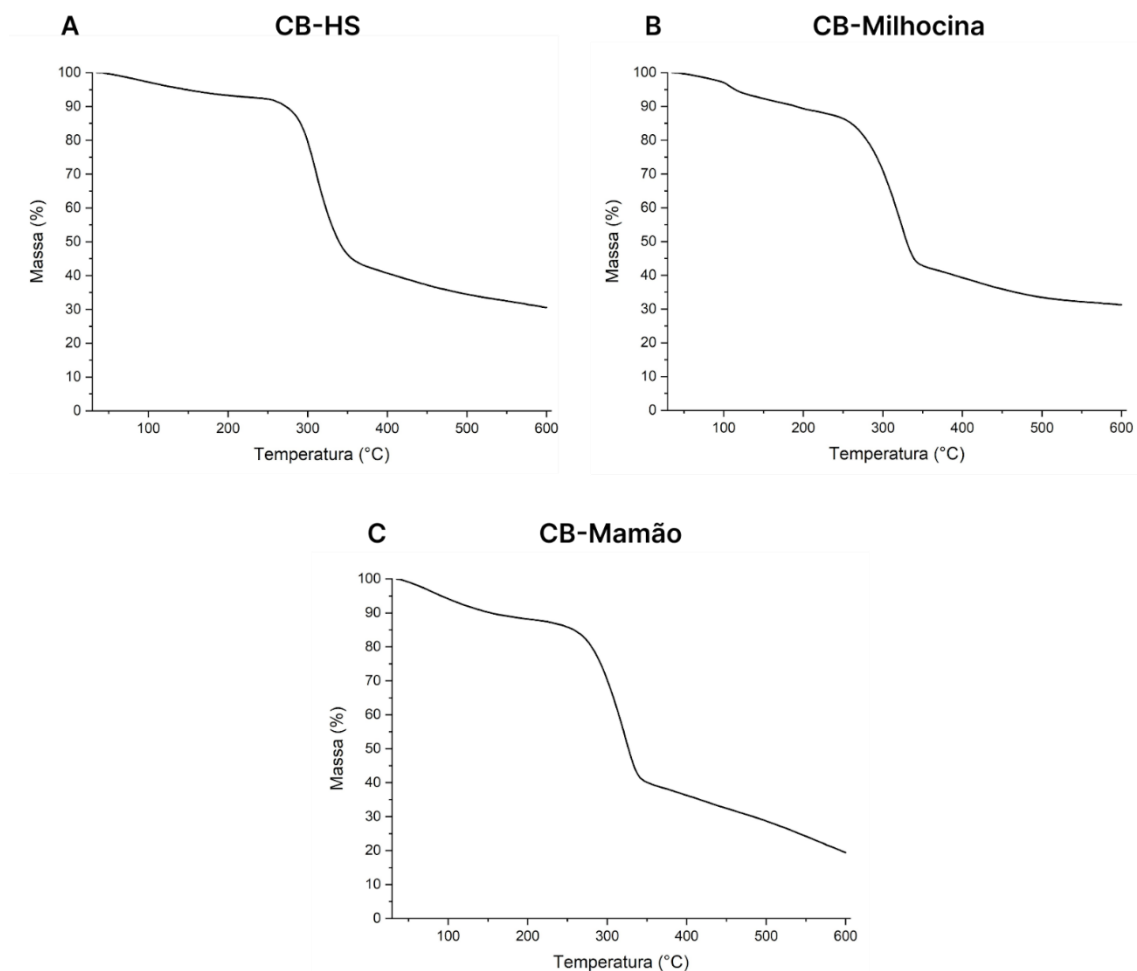
Fonte: A autora (2024).

A celulose feita a partir do meio contendo milhocina teve uma cristalinidade de aproximadamente 62%, um valor próximo à produzida pelo meio HS, que foi de 63%. A obtida pelo meio de cultura contendo casca de mamão foi de 66%, este aumento da cristalinidade pode estar relacionado à presença de frutose neste resíduo, e à baixa velocidade de crescimento (Exposta na Figura 17), autores como Khandelwal, Windle e Hessler (2016), Ruan *et al.* (2023), Yu *et al.* (2023) e Phan e Tran (2023), relataram que condições, onde a fermentação ocorre de forma mais lenta, favorecem o crescimento ordenado das fibras, aumentando a cristalinidade das películas formadas. No trabalho de Yu *et al.* (2023), os autores também relataram que em meios de cultura contendo frutose, o crescimento ocorreu de forma mais lenta e proporcionou uma maior cristalinidade nas membranas de CB.

3.2.4. ENSAIO TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA)

a Figura 20 pode-se observar os gráficos da análise termogravimétrica referentes as biomembranas de CB produzidas. A Tabela 3 apresenta os valores referente às degradações do material em cada fase, de acordo com os dados retirados dos gráficos de TGA.

Figura 20 - Ensaio termogravimétrico das CBs produzidas, por fermentação em meio HS (A), meio com milhocina (B) e com casca de mamão (C).



Fonte: A autora (2023).

Tabela 3 - Estágios de degradação dos materiais de CB produzidos, de acordo com o estudo dos gráficos de TGA.

Amostras	CB-HS	CBP-Milhocina	CB – Mamão
Intervalo de degradação do 1º Estágio (°C)	50 - 243	51 - 254	41-200
Perda de massa da amostra até o 1º Estágio (%)	8	5	22
Intervalo de degradação do 2º Estágio (°C)	273 - 367	263 - 344	265 - 346
Perda de massa da amostra até o 2º Estágio (%)	57	57	60

Massa mantida ao final da análise (%)	30	31	19
---------------------------------------	----	----	----

Fonte: A autora (2023)

Como observado nos resultados obtidos pelo teste termogravimétrico (Figura 20 e Tablea 3), as CBs obtidas através da fermentação em meio HS e de milhocina tiveram uma maior estabilidade térmica, do que a produzida com meio de casca de mamão. Este efeito ocorreu devido às películas fermentadas com meio HS e de milhocina possuírem uma maior densidade, e fibras que a fermentada com meio de casca de mamão.

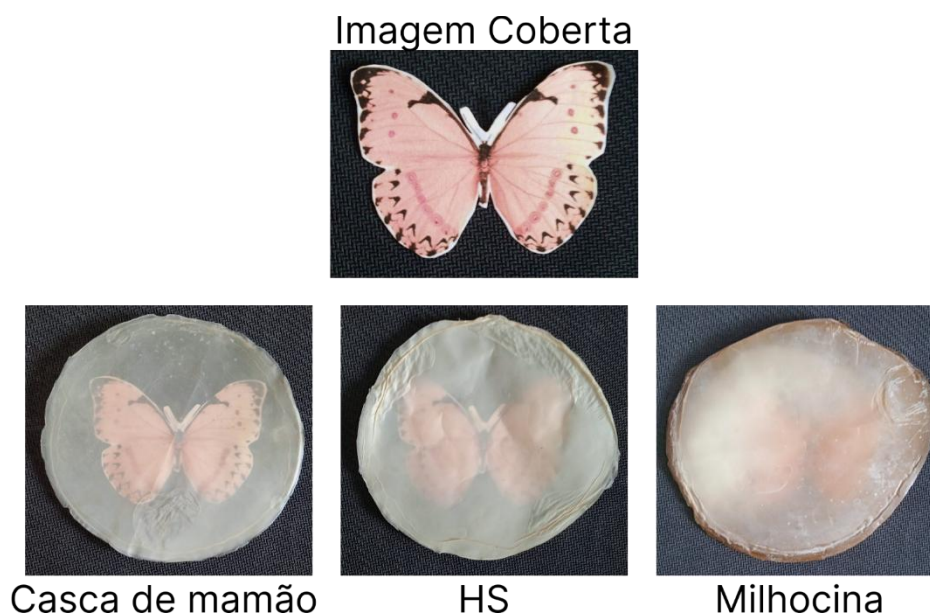
Relacionando os resultados obtidos pelos estudos de crescimento das membranas, densidade, retenção de água e TGA, pode-se afirmar que o meio com a adição de casca de mamão proporciona uma menor produção de fibras, provocando assim uma menor densidade, espessura de membranas e estabilidade térmica, e uma maior quantidade de água retida, devido ao espaçamento entre as fibras, por serem menos densas. Enquanto que o meio produzido com milhocina proporciona uma maior produção de fibras, logo as membranas obtidas via este meio apresentam maior densidade, espessura de membranas e estabilidade térmica. Entretanto, a CB produzida via meio HS obtiveram um maior percentual de retenção de água

Este comportamento pode ser explicado pela quantidade de nutrientes oferecidos por cada meio, que afeta tanto o crescimento da colônia de microrganismos quanto a produção de fibras de CB. Em comparação com a casca de mamão, a milhocina possui uma concentração maior de componentes que fornecem carbono e nitrogênio, como evidenciado nos estudos de Achal, Mukherjee e Reddy (2010), Calvache *et al.* (2016), Pavithra *et al.* (2017). Essas pesquisas apresentam tabelas nutricionais dos dois componentes, indicando que, embora a casca de mamão tenha um teor maior de carboidratos (9,82% contra 5,80% na milhocina), a milhocina contém outros compostos que servem como fontes adicionais de carbono e nitrogênio, como glicina, colina e niacina. A casca de mamão também possui antioxidantes como o 2,2-difenil-1-picrilhidrazil, cuja estrutura molecular mais complexa pode dificultar a digestão pelas bactérias.

As diferenças entre quantidades de fibras produzidas, bem como a densidade das películas produzidas podem ser notadas também visualmente, conforme ilustrado na

Figuras 21. Essa figura mostra as membranas produzidas após secagem em estufa, evidenciando menor densidade de fibras nas produzidas pela fermentação com casca de mamão, e uma maior densidade nas produzidas com milhocina.

Figura 21 - Membranas de CB secas, produzidas pelos diferentes meios fermentativos (Casca de mamão, HS e Milhocina), em um período de 10 dias, encobrindo uma imagem, para se observar assim suas respectivas transparências.



Fonte: A autora (2023)

Devido à alta taxa de crescimento, o meio de produção de milhocina foi selecionado para produzir as biomembranas de celulose que dariam seguimento ao estudo.

4. ESTUDO DE ROTAS DE COPRECIPITAÇÃO E INCORPORAÇÃO DE MAGNETITA EM CELULOSE BACTERIANA

Como mencionado anteriormente, existem diferentes metodologias de síntese e incorporação de magnetita em compósitos e materiais híbridos de CB. Nesta sessão estão relatadas 2 metodologias de coprecipitação das nanopartículas, *in situ* e *ex situ*, utilizando películas de CB inteiras e trituradas. Testes para conferir o percentual de nanopartículas que foram incorporadas, análises morfológicas e de magnetismo, indicaram os aspectos

das partículas formadas, e do material final, bem como evidenciaram algumas vantagens e desvantagens de cada rota de produção

4.1. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1.1. METODOLOGIAS DE COPRECIPITAÇÃO DE MAGNETITA

Para realizar a incorporação de magnetita na CB, foi utilizado o processo de coprecipitação, entretanto, na literatura há de forma predominante dois tipos de metodologia, a coprecipitação *in situ* e *ex situ*. Foi feito então um estudo comparativo acerca destes processos.

A fim de se realizar uma comparação igualitária, as sínteses de incorporação de Fe_3O_4 foram realizadas com os mesmos parâmetros físicos e químicos. A única diferença entre os métodos foi o local de precipitação das nanopartículas: no processo *in situ*, a coprecipitação ocorreu dentro dos hidrogéis de CB, enquanto nas sínteses *ex situ*, as partículas foram inicialmente produzidas em meio aquoso e depois inseridas nos hidrogéis. Outro fator considerado foi a utilização de películas de BC com e sem processamento. Dessa forma, foram obtidos quatro tipos de amostras diferentes, conforme descrito na Tabela 4.

Tabela 4 - Descrição das amostras produzidas de CB com magnetita.

Amostra	Estado da BC utilizada	Tipo de síntese de Fe_3O_4
CB-MAG	Não processada	coprecipitação <i>in situ</i>
CBP-MAG	Processada	coprecipitação <i>in situ</i>
CB-COMAG	Não Processada	coprecipitação <i>ex situ</i>
CBP-COMAG	Processada	coprecipitação <i>ex situ</i>

Fonte: A autora (2023)

O processamento da CB foi feito através de um mixer da marca Oster, modelo FPSTHB2610R017. as biomembranas não processados possuem um aspecto sólido e

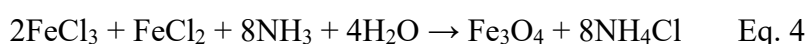
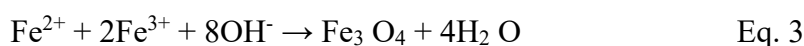
gelatinoso, enquanto aqueles que foram processados possuem uma consistência cremosa, como um gel, conforme pode ser visualizado na Figura 22.

Figura 22 - Aspectos visuais de hidrogéis de BC sem processamento (A), e com processamento (B).



Fonte: A autora (2023)

O processo de coprecipitação de magnetita, em todas as metodologias foi realizado de forma semelhante a descrita por Chanthiwong *et al.* (2020) e Salles *et al.* (2022), com adaptações, onde os autores reproduziram a seguinte equação química:



Coprecipitação in situ

Os hidrogéis de CB foram inicialmente imersos em uma solução de cloreto de ferro (II) e (III) em uma proporção molar de 1:2, onde permaneceram em repouso por 48 horas. Em seguida, foram colocados em uma solução aquosa contendo 8 mol de NH_4OH a 28% por 30 minutos, adquirindo uma coloração mais escura, o que indicou a formação de partículas de Fe_3O_4 . Após o processo de coprecipitação, as membranas formadas foram secas em uma estufa com circulação de ar a 60°C por 48 horas, resultando nas amostras CB-COMAG e CBP-COMAG.

Coprecipitação ex situ

Primeiramente, foi preparada uma solução de cloreto de ferro (II) e (III) em uma proporção molar de 1:2, em temperatura ambiente. Gradualmente, uma solução aquosa contendo 8 mol de NH_4OH a 28% foi adicionada, ao longo de 30 minutos. A reação ocorreu conforme descrito na Equação 1, resultando em uma suspensão aquosa de

magnetita. Após a adição, a agitação foi interrompida para permitir a decantação das nanopartículas de magnetita. Concluído esse processo, o sobrenadante foi removido e as partículas foram coletadas. Em seguida, as partículas foram ressuspensas em água destilada, onde os hidrogéis foram imersos e permaneceram em repouso por 48 horas. Após esse período, o material impregnado com a BC foi coletado e seco em uma estufa com circulação de ar a 60°C por 48 horas, obtendo-se assim as amostras CB-MAG e CBP-MAG.

4.1.2. METODOLOGIAS DE ANÁLISE

Percentual de Magnetita Incorporada

Para determinar o percentual de nanopartículas incorporadas em cada material, foi empregado um método baseado no ganho de massa de cada amostra, adaptado de Hebeish *et al.* (2016). As biomembranas de CB foram pesadas antes e após a incorporação das nanopartículas, e esses valores foram aplicados na seguinte equação:

$$M_{mag} (\%) = \frac{M_{totalf} - M_{fibras}}{M_{totalf}} \times 100 \quad \text{Eq. 5}$$

Onde:

M_{totalf} = Massa final da película

M_{fibras} = Massas das fibras de BC, levando em conta o peso inicial de celulose e a porcentagem de água retida por esta, que é de 98%.

Difratometria de Raio-X (DRX)

As fases presentes nas amostras foram identificadas com um difratômetro Shimadzu XRD-7000. As medições foram realizadas com as amostras em pedaços pequenos e em pó sobre um suporte de alumínio, cobrindo o intervalo de 10 a 80 graus em 2θ , utilizando radiação Cu K α ($\lambda = 1,54056$) e uma velocidade de varredura de 0,5°/min em modo contínuo. Os tamanhos das partículas foram calculados com a equação de Scherrer, conforme descrito por Burton *et al.* (2009) e Mascolo *et al.* (2013), as cristalinidades das partículas obtidas foram calculadas de acordo com a metodologia de Ruland e Vonk, descrita em Cheah e Masaharu (2023).

Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

Para identificar os grupos funcionais presentes na amostra, foram realizados ensaios de espectroscopia na região do infravermelho utilizando um espectrômetro Shimadzu IRTracer 100, abrangendo a faixa de 400 a 4000 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} e 128 varreduras.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para a análise em Microscopia Eletrônica de Varredura, as amostras foram recobertas com uma fina camada de ouro. As imagens foram obtidas com um microscópio da marca Tescan, em temperatura ambiente, capturando grandezas micrométricas e nanométricas.

Análise Termogravimétrico (TGA)

As análises termogravimétricas serão realizadas em um aparelho Mettler Toledo TGA 2, com uma variação de temperatura, de 20°C (temperatura ambiente) à 600°C, com uma taxa de aquecimento de 10°C/min, sob um fluxo de nitrogênio de 50 mL/min.

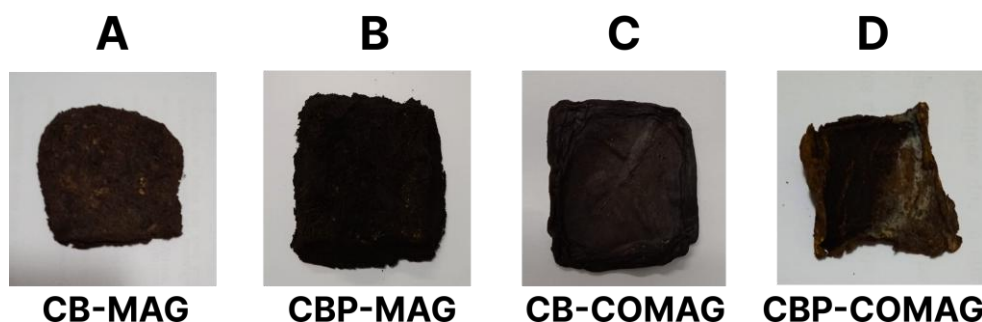
Magnetometria de Amostra Vibrante (VSM)

As curvas de histerese magnéticas foram obtidas com um magnetômetro de amostra vibrante (VSM) da marca MicroSense, em temperatura ambiente, aplicando-se um campo magnético que variou de -20 a 20 kOe. O equipamento operou com uma sensibilidade de 10^{-5} meu.

4.2. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 23 demonstra as amostras finais obtidas via as rotas sintéticas executadas. Elas possuíram aspectos semelhantes, parecidos com um papel, e é possível notar a diferença de coloração nas biomembranas após a adição de magnetita.

Figura 23 - Aspectos visuais das amostras CB-MAG (A), CBP-MAG (B), CB-COMAG (C) e CBP-COMAG (D).



Fonte: A autora (2023)

4.2.1. PERCENTUAL DE MAGNETITA INCORPORADA

Os resultados obtidos após cálculos de percentual de magnetita incorporado à BC, via metodologias *in situ* e *ex situ* podem ser observados na Tabela 5.

Tabela 5 - Percentual de incorporação de Fe_3O_4 em cada uma das amostras de CB magnética produzidas.

Amostras	Metodologia	Percentual de magnetita nas Amostras (%)
CB-MAG	<i>ex situ</i> , CB inteira	78,57
CBP-MAG	<i>ex situ</i> , CB processada	82,92
CB-COMAG	<i>in situ</i> , CB inteira	80,39
CBP-COMAG	<i>in situ</i> , CB processada	83,62

Fonte: A autora (2023)

Conforme observado na Tabela 5, as metodologias que processaram a CB antes da incorporação apresentaram uma maior quantidade de magnetita. Esse efeito ocorre devido ao aumento da área superficial da CB, permitindo uma maior fixação das nanopartículas. Entre as metodologias que não realizaram o processamento da BC, a incorporação *in situ* apresentou um leve aumento em relação à *ex situ*, que pode ser explicado pela diminuição do tamanho dos íons de Fe em comparação com as nanopartículas de Fe_3O_4 , além de uma

maior afinidade dos íons pelos radicais alcoólicos presentes nas moléculas de celulose, facilitando a absorção de íons de ferro no interior da CB.

Contudo, a diferença percentual de incorporação entre as metodologias é pequena, o que possibilita a utilização eficiente de ambas, dependendo da aplicação final do material e da disponibilidade de matérias-primas.

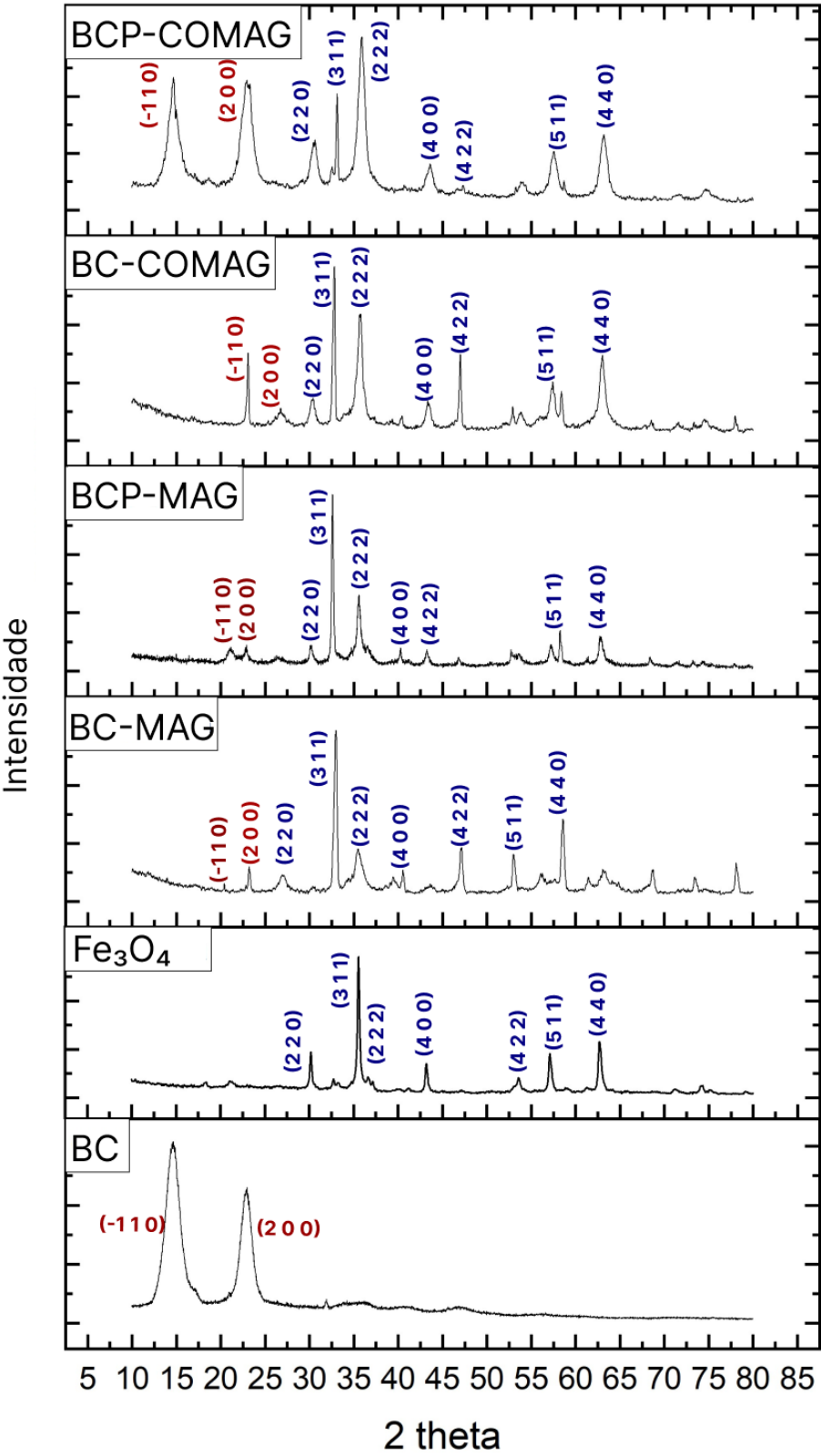
4.2.2. DIFRATOMETRIA DE RAIOS-X (DRX)

Os resultados obtidos através dos ensaios de DRX estão expressos na Figura 24.

De acordo com estudos na literatura, os planos apresentados no difratograma da Figura 24 $(-1\ 1\ 0)$ e $(2\ 0\ 0)$ são característicos da celulose (Galdino *et al.*, 2020; Daisuke *et al.*, 2022), enquanto os planos $(2\ 2\ 0)$, $(1\ 0\ 4)$, $(3\ 1\ 1)$, $(4\ 0\ 0)$, $(4\ 2\ 2)$, $(5\ 1\ 1)$ e $(4\ 4\ 0)$ correspondem à magnetita (Yazdani; Seddigh, 2016; Wroblewski *et al.*, 2020; Zheng *et al.*, 2023; Sabur; Gafur, 2024). Houve também o aparecimento de um pico referente ao plano $(2\ 2\ 2)$, o que pode indicar a possível formação de maghemita durante o processo de síntese, este outro tipo de óxido de ferro pode ter sido formado devido à vários fatores, como a presença de umidade e baixa velocidade de secagem após sua produção, e proporção de íons Fe^{2+} e Fe^{3+} , em um sistema aberto (Alibeigi; Vaezi, 2008; Kinebuchi; Kyono, 2021; Andronenko *et al.*, 2023).

A partir dos resultados do ensaio de DRX, foi possível calcular os tamanhos médios dos cristalitos das nanopartículas de magnetita incorporadas, os quais estão apresentados na Tabela 6.

Figura 24 - Gráficos do difratograma de raio-x das amostras obtidas.



Fonte: A autora (2023)

Tabela 6 - Tamanho médio dos cristalitos de magnetita formados e impregnados nos hidrogéis de CB.

Amostra	Tamanho médio dos cristalitos (nm)
Magnetita pura	20,20
CB-MAG	18,60
CBP-MAG	31,03
CB-COMAG	22,17
CBP-COMAG	8,02

Fonte: A autora (2023).

Dentre as amostras produzidas via coprecipitação *ex situ*, a amostra CB-MAG apresentou cristalitos de magnetita menores que os presentes em CBP-MAG, esta diferença de tamanhos pode estar relacionada à difusão das nanopartículas no meio CB + água. Na produção da amostra CB-MAG, as nanopartículas se infiltraram na biomembrana de CB não processada, de forma dificultada, com as fibras impedindo a passagem de partículas maiores para o interior da CB. Enquanto que na amostra CBP-MAG, as fibras de CB estavam fragmentadas, devido ao processamento, facilitando a passagem de nanopartículas maiores, bem como o aglutinamento de várias destas.

Estes mecanismos de síntese e formação dos cristais de Fe_3O_4 influenciaram também diretamente na cristalinidade das nanopartículas formadas. As prtículas obtidas via síntese *ex situ*, que foram adicionadas posteriormente às biomembranas (CB-MAG e CBP-MAG) foram de aproximadamente 43%, enquanto as obtidas através da síntese *in situ*, foram de 46% (CB-COMAG), e 71% (CBP-COMAG).

Já dentre as amostras obtidas via coprecipitação *in situ*, a CB-COMAG apresentou cristalitos de Fe_3O_4 de diâmetros médios maiores do que os presentes em CBP-COMAG. Na produção de CB-COMAG, os íons dos reagentes utilizados, cujos tamanhos são menores que os das nanopartículas de Fe_3O_4 , se infiltraram entre as fibras da CB, formando os cristais de magnetita nos espaços disponíveis. Já na produção de CBP-COMAG, os íons de ferro e amônia conseguiram atravessar o hidrogel processado de

forma sequencial, inicialmente a pasta formada com o processamento da CB recobriu os íons de ferro, dificultando a interação deste com os íons de amônia, adicionados posteriormente, resultando em uma precipitação lenta e controlada de Fe_3O_4 , e consequentemente, partículas menores.

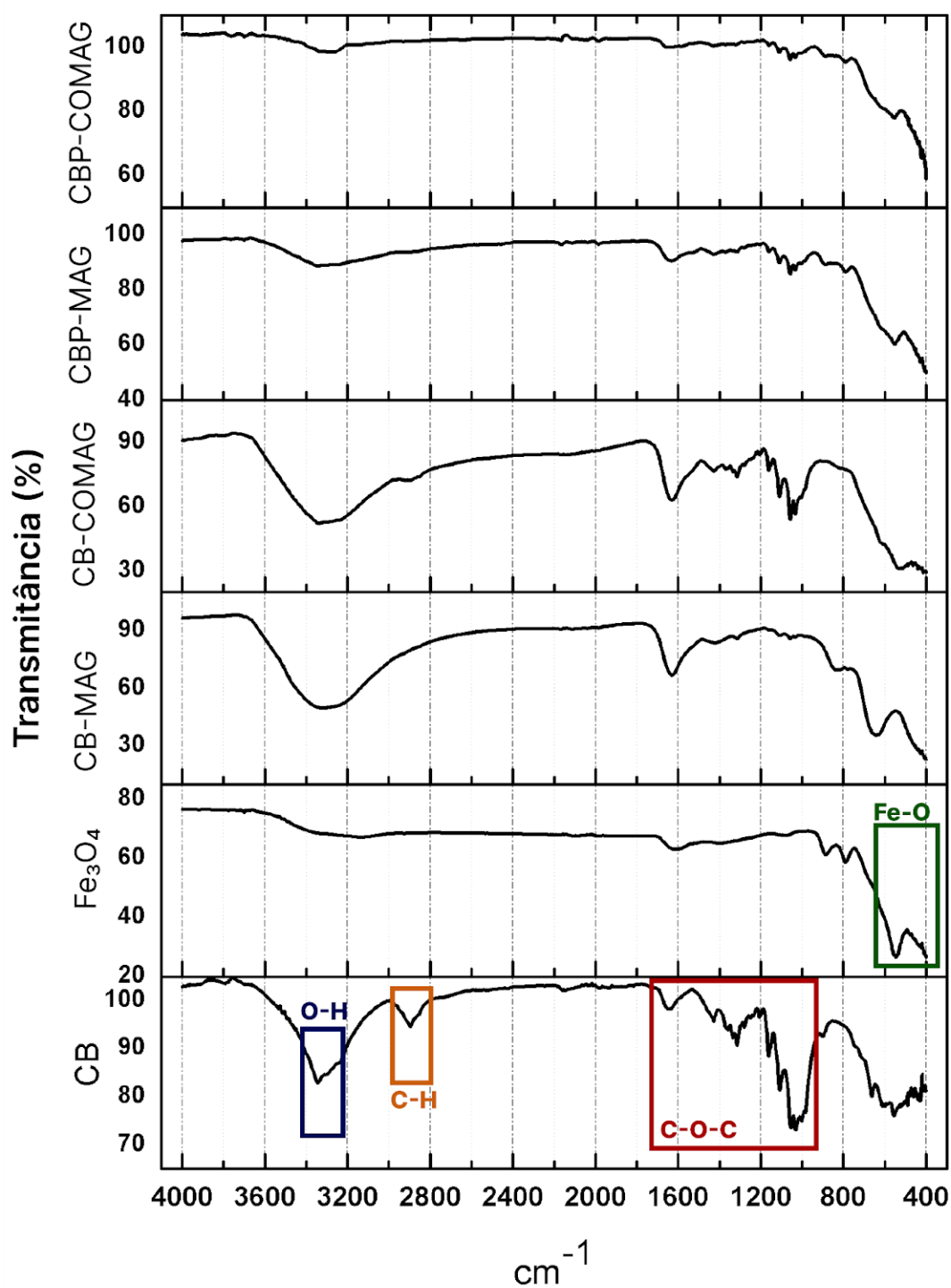
Comparando com resultados presentes na literatura, os tamanhos dos cristalitos presentes nas amostras CBP-COMAG (8,02 nm) e CB-MAG (18,60 nm), se aproximam das dimensões das nanopartículas obtida por Chanthiwong *et al.* (2020) (14 nm), que também utilizaram um processo de síntese de coprecipitação *in situ*, e que as obtidas por Yazdani e Seddigh (2016) (10,03 nm), que realizaram uma coprecipitação *ex situ* em condições semelhantes às do presente trabalho. Já os tamanhos dos cristalitos médios presentes nas amostras de magnetita pura (20,20 nm), CBP-MAG (31,03 nm) e CB-COMAG (22,17 nm), se aproximam das obtidas por Riaz, Bashir e Naseem (2014), que através do controle de pH durante a reação, obtiveram nanopartículas de Fe_3O_4 com cristalitos de tamanhos variados, de 25 a 100 nm.

Os resultados expressos na Tabela 6, indicam também que na amostra CBP-MAG, o tamanho médio dos cristalitos das nanopartículas de magnetita formadas é menor que raio crítico deste material, que segundo Girardet *et al.* (2022), é de 30 ± 5 nm, com isto há a formação de monodomínios magnéticos nesta amostra. Enquanto nas demais amostras, as partículas formadas estão na faixa de tamanhos onde segundo Girardet *et al.* (2022), a magnetita assume um comportamento superparamagnético (20 ± 5 nm).

4.2.3. ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

Os resultados obtidos na análise de FTIR podem ser observados nos gráficos da Figura 25.

Figura 25 - Gráficos de FTIR das amostras produzidas das amostras obtidas.



Fonte: A autora (2023).

Os resultados expressos no gráfico da Figura 25 demonstra picos vibracionais referentes à CB e magnetita em cada amostra, estudos como os de Chaabane *et al.* (2020) e Usawattanakul *et al.* (2021) identificaram picos vibracionais característicos das ligações

C-H assimétrico, CH₂, C-O, C-C e O-H nas faixas de 2914, 1415, 1080, 839 e 3122 cm⁻¹, respectivamente, os mesmos padrões observados nas amostras de CB-MAG, CBP-MAG, CB-COMAG e CBP-COMAG, associados à estrutura da BC. Além disso, Chaabane *et al.* (2020) e Niranjana, Abraham e Bushiri. (2023) relataram que os picos vibracionais das ligações Fe-O e Fe-O-C, característicos da magnetita, situam-se na faixa de frequência entre 586 e 598 cm⁻¹, também presentes nas amostras CB-MAG, CBP-MAG, CB-COMAG e CBP-COMAG.

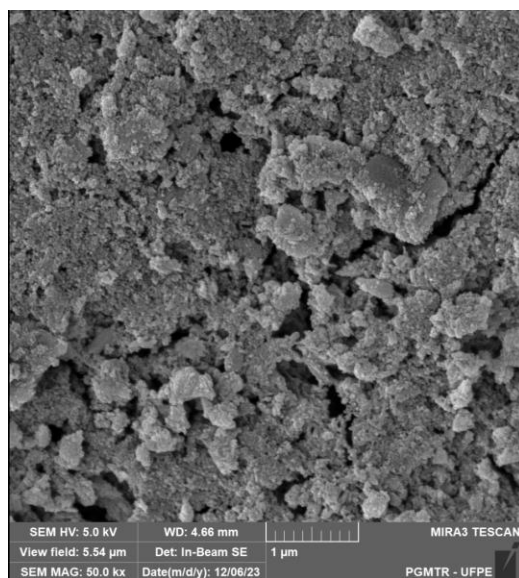
4.2.4. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

As estruturas dos materiais produzidos a partir de CB e magnetita podem ser observados com uma maior ampliação nas imagens obtidas através de MEV presentes na Figura 26.

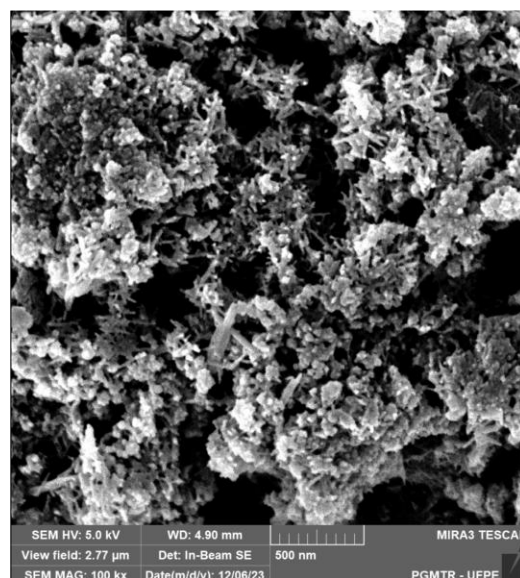
Conforme exposto na Figura 26, embora as quatro amostras tenham a mesma composição (CB e Fe₃O₄), a disposição desses compostos variou conforme o processo de produção utilizado. Nas amostras CB-MAG e CB-COMAG (Figuras 26 A e C), pode-se observar uma formação densa de aglomerados de nanopartículas, similar às obtidas por Zhou *et al.* (2009) e Salles *et al.* (2022). Já nas amostras CBP-MAG e CBP-COMAG (Figuras 26 B e D), é possível ver fibras cobertas por nanopartículas, tornando-as mais espessas, semelhantes à resultados descritos por Chaabane *et al.* (2020) e Chanthiwong *et al.* (2020).

Por terem passado por um processamento, as amostras CBP-MAG e CBP-COMAG tiveram suas fibras fragmentadas e reorganizadas em conjunto com os reagentes e/ou Fe₃O₄ formada/incorporada, resultando em uma disposição mais homogênea entre fibras e nanopartículas, permitindo a visualização de superfícies onde as fibras estão cobertas por nanopartículas. De forma contrária, nas amostras CB-MAG e CB-COMAG, as fibras mantiveram-se sem rearranjo, e as nanopartículas de magnetita se alojaram e aglomeraram nos espaços entre elas, recobrando as estruturas existentes e formando uma camada superficial mais espessa, que apareceu na análise de MEV com uma aparência mais densa.

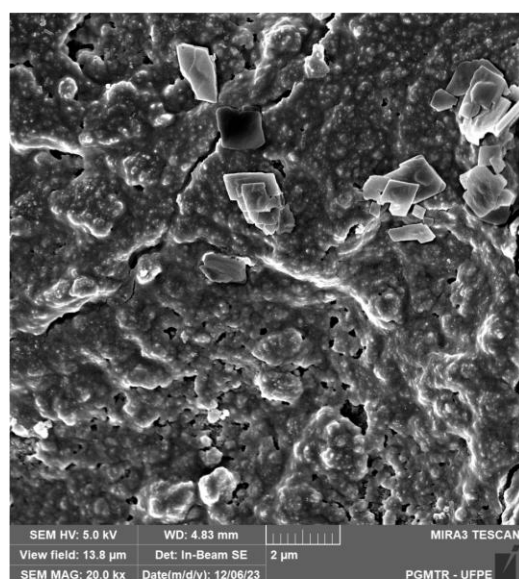
Figura 26 - Imagens de MEV das amostras CB-MAG (A), CBP-MAG (B), CB-COMAG (C) e CBP-COMAG (D).



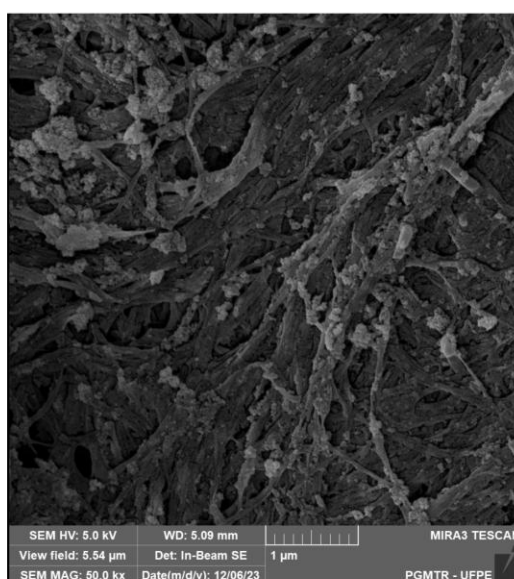
A) CB-MAG



B) CBP - MAG



C) CB-COMAG



D) CBP-COMAG

Fonte: A autora (2023)

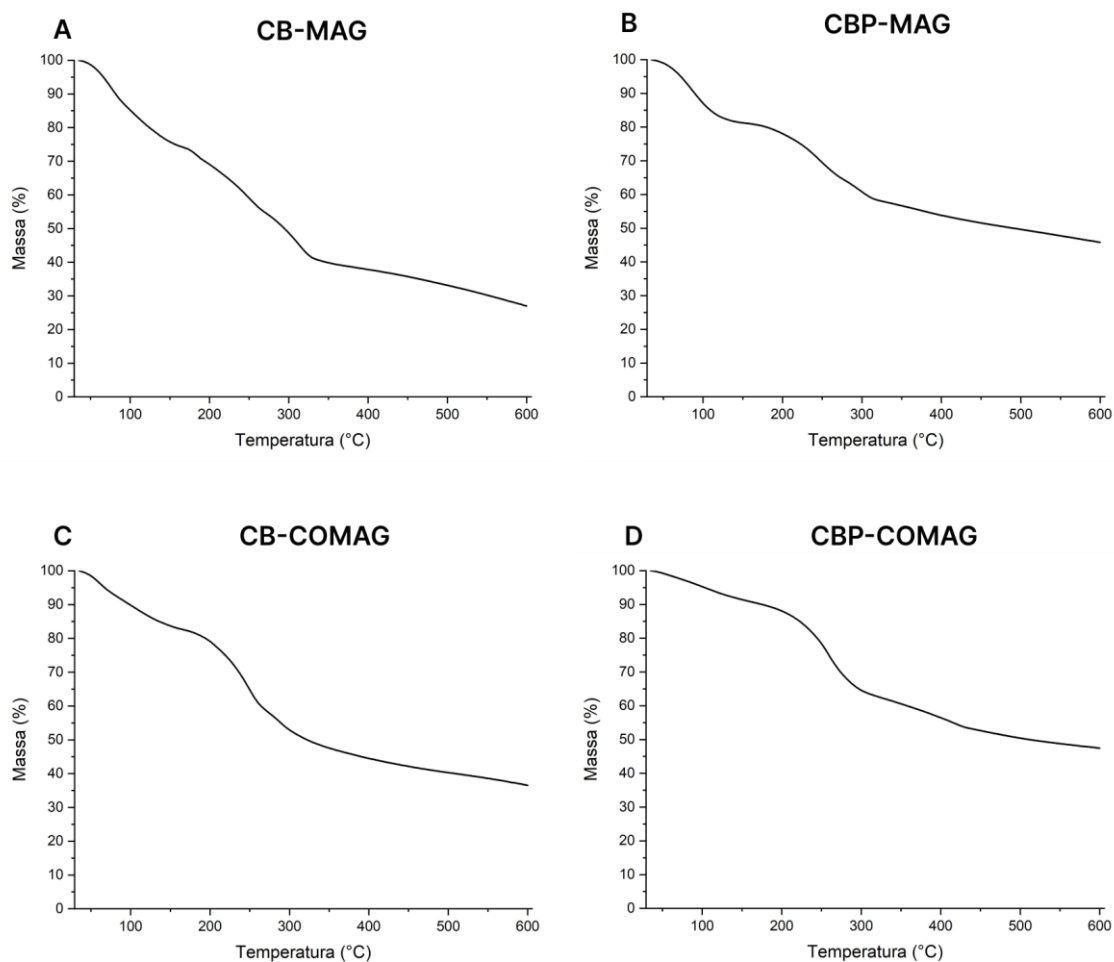
Um aspecto observado na amostra CB-COMAG, visível na Figura 26-C, é a presença de cristais de cloreto de ferro com dimensões micrométricas, que se destacam. Esses cristais indicam que nem todos os reagentes foram convertidos em magnetita

durante a síntese do material, sugerindo uma possível limitação desta metodologia de produção e incorporação.

Com base nos resultados obtidos nas análises de DRX, FTIR e MEV, é possível confirmar a presença e incorporação das nanopartículas de Fe_3O_4 no interior dos hidrogéis de CB.

4.2.5. ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA)

Figura 27 – Gráficos de TGA das amostras CB-MAG (A), CBP-MAG (B), CB-COMAG (C), CBP-COMAG(D).



Fonte: A autora (2023)

Tabela 7 – Estágio de decomposição das amostras no ensaio de TGA

	Estágios	CB-MAG	CBP-MAG	CB-COMAG	CBP-COMAG
1º	Intervalo de degradação (°C)	0 – 260	0 - 110	0 - 160	0 - 150
	Perda de massa da amostra até este estágio (%)	24	16	18	8
2º	Intervalo de degradação (°C)	270 – 330	205 - 310	200 - 265	240 - 295
	Perda de massa da amostra até este estágio (%)	59	41	40	25
3º	Intervalo de degradação (°C)	340 - 600	315 - 600	310 - 600	305 - 440
	Perda de massa da amostra até este estágio (%)	76	45	64	45
4º	Intervalo de degradação (°C)	-	-	-	450 - 600
	Perda de massa da amostra até este estágio (%)	-	-	-	53
	Massa conservada ao final do ensaio	24	55	36	47

Fonte: A autora (2023)

Como é possível notar nos gráficos da Figura 27 e nos dados expressos da Tabela 7, as amostras apresentaram comportamentos de degradação diferentes, de acordo com a técnica de produção. No primeiro estágio de degradação, há a degradação de umidade residual nas amostras CBP-MAG, CB-COMAG e CBP-COMAG, uma vez que as perdas de massa nestas foram menores de 20%, em temperaturas de até 150°C. Enquanto que na amostra CB-MAG, esta fase se esticou até os 330°C, onde pode ter ocorrido, além da perda de umidade, a degradação de ligações glicosídicas (C-O-C), próprias da celulose. (Zhao *et al.*, 2020; Dong *et al.*, 2021; Paajanen, Rinta-Paavola; Vaari, 2021). O segundo

estágio de degradação das demais amostras terminaram numa temperatura próxima, também indicando a possível das ligações glicosídicas presentes na CB.

A degradação do carbono residual, pós carbonização pode terminar entre 590 à 700°C, um efeito que pode ter ocorrido no 2º estágio da amostra CB-MAG, no 3º estágio das amostras CBP-MAG e CB-COMAG, e no 4º estágio da amostra CBP-COMAG (MARUTHUPANDY *et al.*, 2021). Entretanto, outro efeito que pode ter ocorrido é a degradação de maghemita, uma vez que os biomateriais deveriam terminar o ensaio de TGA com um maior percentual de massa conservada, por possuírem uma alta concentração de magnetita, que é capaz de resistir a temperaturas acima de 400°C. Entretanto, há indícios da formação de maghemita nas amostras, que foram indicados no DRX (Figura 24), e a temperatura de degradação deste material está entre 200 à 400°C (Gehring *et al.*, 2009; Li *et al.*, 2019). A Amostra CBP-COMAG, em especial, apresentou um 3º estágio de degradação que terminou em 440°C, e em sua análise de DRX, apresentou grandes intensidade de picos correspondentes à maghemita.

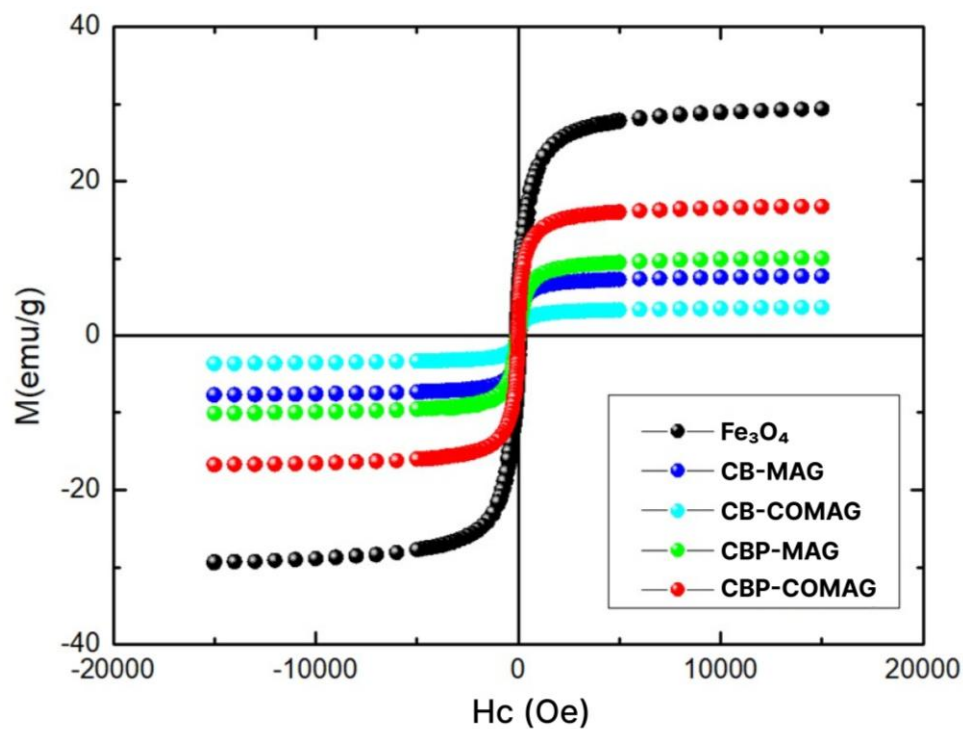
Quanto às massas conservadas ao final do teste, a amostra CBP-MAG obteve uma maior conservação (55%), o que pode ter ocorrido pela sua grande quantidade de partículas incorporadas e tamanho de cristais (que foi maior que os das outras, segundo resultados do DRX), uma vez que partículas menores são mais reativas que as maiores (Chen *et al.*, 2021). A amostra CBP-COMAG teve a segunda maior conservação (47%), a pesar de suas partículas serem as menores, este comportamento ocorreu devido à alta concentração de partículas incorporadas, e a alta cristalinidade, uma vez que partículas de Fe_3O_4 mais cristalinas são mais estáveis e menos reativas e menos susceptíveis a oxidação em altas temperaturas (Gavilán *et al.*, 2021).

4.2.6. MAGNETOMETRIA DE AMOSTRA VIBRANTE (VSM)

O magnetismo de cada amostra pode ser observado no gráfico de VSM descrito nas Figuras 28 e 29.

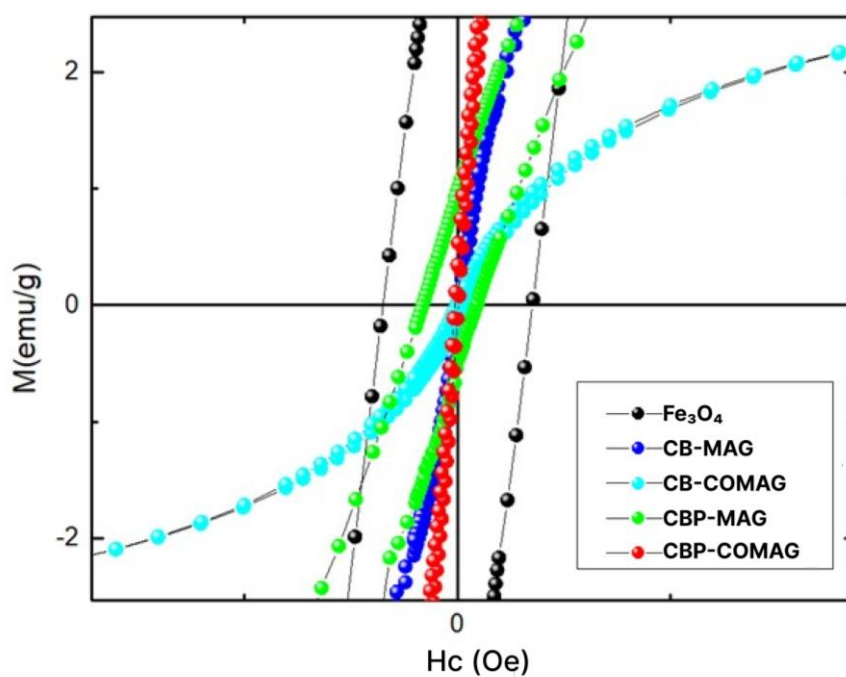
A partir dos resultados apresentados nos gráficos das Figuras 28 e 29, foi possível identificar a magnetização de saturação (M_s) e o Campo coercivo (H_c) de cada amostra, que estão resumidos na Tabela 8

Figura 28 - Curvas de histerese magnética das amostras produzidas, com destaque na saturação magnética de cada curva.



Fonte: A autora (2023).

Figura 29 - Curvas de histerese magnética das amostras produzidas, com destaque no campo coercivo de cada curva.



Fonte: A autora (2023).

Tabela 8 - Valores obtidos da magnetização de saturação (Ms) e campo coercivo de cada amostra (B).

Amostra	Magnetização de Saturação (emu/g)	Campo Coercivo (Oe)
Fe ₃ O ₄	29	87,57
CB-MAG	8	3,80
CBP-MAG	10	22,07
CB-COMAG	3	6,23
CBP-COMAG	17	1,04

Fonte: A autora (2023).

Conforme ilustrado na Figura 28 e na Tabela 8, as amostras produzidas com CB processada, CBP-COMAG e CBP-MAG, apresentaram maiores valores de magnetização de saturação (Ms), este efeito ocorreu devido ao maior percentual de material magnético incorporado aos hidrogéis, conforme demonstrado na Tabela 6. Como a CB, devido à sua natureza diamagnética, não exerce interferências na magnetização, o aumento na concentração de partículas de Fe₃O₄ é um dos principais fatores que aumenta a magnetização das amostras. De maneira semelhante, Sriplai *et al.* (2020-b) também observaram que o aumento de Ms depende diretamente do percentual de Fe₃O₄ em amostras magnéticas de CB.

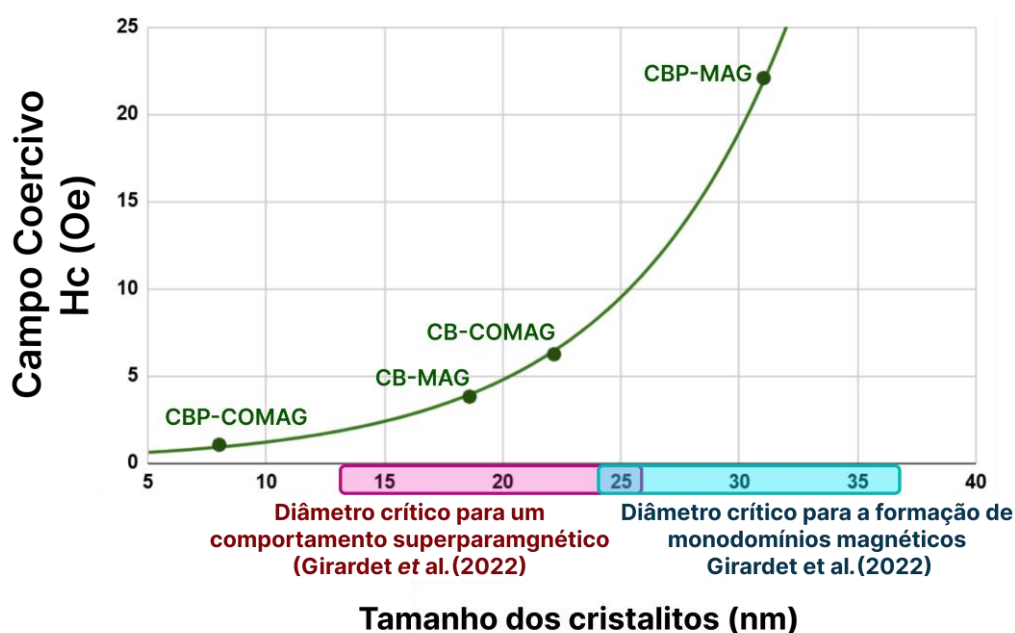
Outro fator que influenciou os valores de magnetização foi a distribuição das nanopartículas em cada material. Conforme observado nas imagens de MEV (Figura 26), e explicado no item 4.2.4 “*MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)*”, cada amostra apresentou uma disposição específica entre partículas e fibras de CB, de acordo com a metodologia de incorporação utilizada. Desta forma, as amostras produzidas com CB processada (CBP-MAG e CBP-COMAG) exibiram uma maior homogeneidade entre nanopartículas e fibras, assegurando a presença de Fe₃O₄ tanto nas regiões externas quanto internas dos materiais, acarretando em uma maior indução eletromagnética, e valores maiores de Ms. Em contraste, nas amostras sem processamento (CB-MAG e CB-COMAG), os nanocristais de magnetita se depositaram predominantemente nas superfícies, devido à limitação de acesso imposta pela estrutura

das fibras, consequentemente a indução eletromagnética durante a análise de VSM foi menor, ocorrendo apenas nas superfícies, e diminuindo os valores de M_s .

Na amostra CB-COMAG, que apresentou menor magnetização de saturação (M_s), a presença de resíduos de cloreto de ferro não reagidos, identificados na análise de MEV (Figura 26-C), impactou negativamente o valor de M_s , tornando-o inferior ao da amostra CB-MAG, apesar de esta última conter uma menor quantidade de magnetita.

Além disso, o tamanho médio dos cristais de magnetita incorporados em cada amostra influenciou seus valores de campo coercivo (B), como pode ser observado na Figura 29. O gráfico da Figura 30 ilustra a relação entre esses dois fatores, mostrando que o campo coercivo variou de forma exponencial conforme o tamanho dos cristalitos de Fe_3O_4 em cada amostra.

Figure 30. Relação entre campo coercivo e tamanho de partículas de magnetita.



Fonte: A autora (2023).

A variação ocorreu devido aos tamanhos dos nanocristais se aproximarem dos diâmetros críticos da magnetita, permitindo a formação de monodomínios magnéticos (como no caso da CBP-MAG) e a manifestação de comportamento superparamagnético (como em CB-MAG, CB-COMAG e CBP-COMAG), conforme discutido na seção 4.4.2.

“DIFRATOMETRIA DE RAIO-X (DRX)”. Partículas superparamagnéticas respondem rapidamente às mudanças no sentido do campo magnético externo, mas não retêm magnetismo, resultando em um campo coercivo próximo de zero. Enquanto, nanopartículas de maior tamanho tendem a exibir características ferrimagnéticas, permitindo ao material manter magnetização quando exposto a um campo magnético externo e, portanto, apresentando um campo coercivo mais elevado (Cullity; Graham, 2011; Spaldin, 2012; Girardet *et al.*, 2022).

A amostra CBP-MAG, com alta magnetização de saturação e elevado campo coercivo, é adequada para aplicações em sistemas de armazenamento de dados (Salidkul *et al.*, 2021), amplificadores de som e componentes eletrônicos (Zeng *et al.*, 2014), devido ao seu comportamento similar ao ferrimagnetismo. Por outro lado, a amostra CBP-COMAG, que combina alta magnetização com rápida resposta a mudanças no campo magnético, pode ser utilizada em áreas como sistemas de liberação controlada de fármacos (Salles *et al.*, 2022), contrastes para exames de ressonância magnética (Mira-Cuenca *et al.*, 2021) e tratamento de efluentes contendo corantes (Qiao *et al.*, 2021). As amostras também podem ter um potencial na aplicação em sistemas de blindagens de ondas eletromagnéticas.

5. OTIMIZAÇÃO DE METODOLOGIA DE COPRECIPITAÇÃO *EX SITU* EM CELULOSE BACTERIANA PROCESSADA

Diante dos resultados obtidos na sessão 4 “ESTUDO DE ROTAS DE COPRECIPITAÇÃO E INCORPORAÇÃO DE MAGNETITA EM CELULOSE BACTERIANA”, a síntese de coprecipitação *ex situ*, com o uso de CB processada, foi selecionada para ser otimizada. A amostra obtida pela síntese *in situ*, CBP-COMAG pode ter apresentado uma maior magnetização de saturação, percentual de incorporação, cristalinidade e menor tamanho, entretanto, durante seu ensaio de DRX e TGA, foi também a amostra que teve maiores indícios de formação de Maghemita.

Enquanto, a síntese via coprecipitação *ex situ*, com o uso de CB processada, CBP-MAG, também apresentou resultados satisfatórios, com um percentual de incorporação e magnetização de saturação semelhante à CBP-COMAG, e com uma intensidade menor em planos referentes à Maghemita (Figura 26), e maior resistência térmica, segundo estudo de TGA. Esta amostra obteve também um maior campo coercivo, o que pode ser

interessante, a depender das aplicações finais. Por ser uma síntese *ex situ*, sua otimização pode contar também com a presença de um meio agitado, um parâmetro que pode trazer melhorias às propriedades magnéticas das nanopartículas de Fe_3O_4 , e exercer um maior controle sobre suas dimensões finais (Valenzuela *et al.*, 2009; Rahmawati *et al.*, 2017; Syahida *et al.*, 2022). Por ocorrer de forma externa à membrana de CB, pode também ser realizado um processo de purificação das partículas que serão incorporadas, o que aumentaria a qualidade do material final (Jiang *et al.*, 2010; Dehghanpour *et al.*, 2022).

5.1. MATERIAIS E MÉTODOS

5.1.1. OTIMIZAÇÕES NA SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA

Para otimizar a síntese de magnetita via coprecipitação, houve a adoção de certos parâmetros, baseados em resultados positivos encontrados na literatura. Como mencionado no item 2.4 “*MECANISMO DE COPRECIPITAÇÃO DE MAGNETITA*”, estes parâmetros auxiliam no controle reacional, favorecendo a síntese de partículas de magnetita mais estáveis, e com características superparamagnéticas, uma vez que as aplicações avaliadas posteriormente, requerem partículas com respostas rápidas a campos magnéticos externos (Budumuru *et al.*, 2023).

Diferentemente da síntese anterior, que utilizou uma razão molar de 1:2 de íons de Fe^{2+} e Fe^{3+} , nesta síntese foi utilizada uma proporção de 1:2,1, pois segundo autores como Goss (1988), Eom *et al.* (2011) e Shahid ; Choi (2020), um leve aumento na quantidade de mols de íons Fe^{3+} , favorece a formação de magnetita, e diminui a probabilidade da formação de Maghemita. Com isto, foram preparadas soluções de cloreto de ferro 2 e 3 (FeCl_3 e FeCl_2), nas concentrações molares de respectivamente 3,329 mol/L e 1,96 mol/L, e sob agitação vigorosa de aproximadamente 10.000 rpm, 75 ml da solução de FeCl_3 e 60 ml da solução de FeCl_2 foram misturadas à 3L de água destilada, por 10 minutos. A adoção de uma agitação resulta em uma maior oxidação

de íons Fe^{2+} , produzindo assim partículas de Fe_3O_4 com propriedades magnéticas mais intensas (Valenzuela *et al.*, 2009; Rahmawati *et al.*, 2017; Syahida *et al.*, 2022). Em seguida, 100g de NH_4OH foram gotejados, em um fluxo de 5,6 ml/min. Após a adição completa, a solução assumiu uma coloração preta, confirmando a formação de Fe_3O_4 .

Após a síntese, foi realizada uma purificação semelhante ao descrito por Jiang *et al.* (2010) e Dehghanpour *et al.* (2022), para retirar quaisquer impurezas das partículas, que poderiam levar à oxidação do material em maghemita, durante sua secagem e manuseio, preservando assim suas propriedades. Um detergente de oleato de amônio, com 15g de ácido oleico, 20 ml de água destilada e 10 ml de hidróxido de amônia, foi adicionado à solução de magnetita logo após sua síntese. O oleato de amônio isolou as partículas de magnetita, e as estabilizando, formando micelas. A mistura foi agitada durante 20 minutos, e em seguida foi gotejada uma solução de ácido clorídrico, em uma concentração de 1:2 (vol). O ácido neutralizou o excesso de NH_4OH presente na solução, provocando assim o decantamento das partículas de Fe_3O_4 .

Com o auxílio de um ímã, as partículas de magnetita foram recolhidas e lavadas com água destilada e isopropanol, retirando assim o surfactante que as envolviam, após lavagens, foram secas em chapa aquecedora. As nanopartículas obtidas foram nomeadas de MAG N.

5.1.2. OTIMIZAÇÃO NA INCORPORAÇÃO DAS NANOPARTÍCULAS À CB

Antes da incorporação, a CB foi processada, através de um processador Mallory, modelo New B. Power, com potência de 1000W e rotação de 16,750 rpm, resultando em uma pasta homogênea. Em seguida, as nanopartículas foram incorporadas à pasta de CB no mesmo equipamento, nas proporções de 40%, 50%, 60% e 70% de magnetita, originando as amostras denominadas CB40MAG, CB50MAG, CB60MAG e CB70MAG, respectivamente.

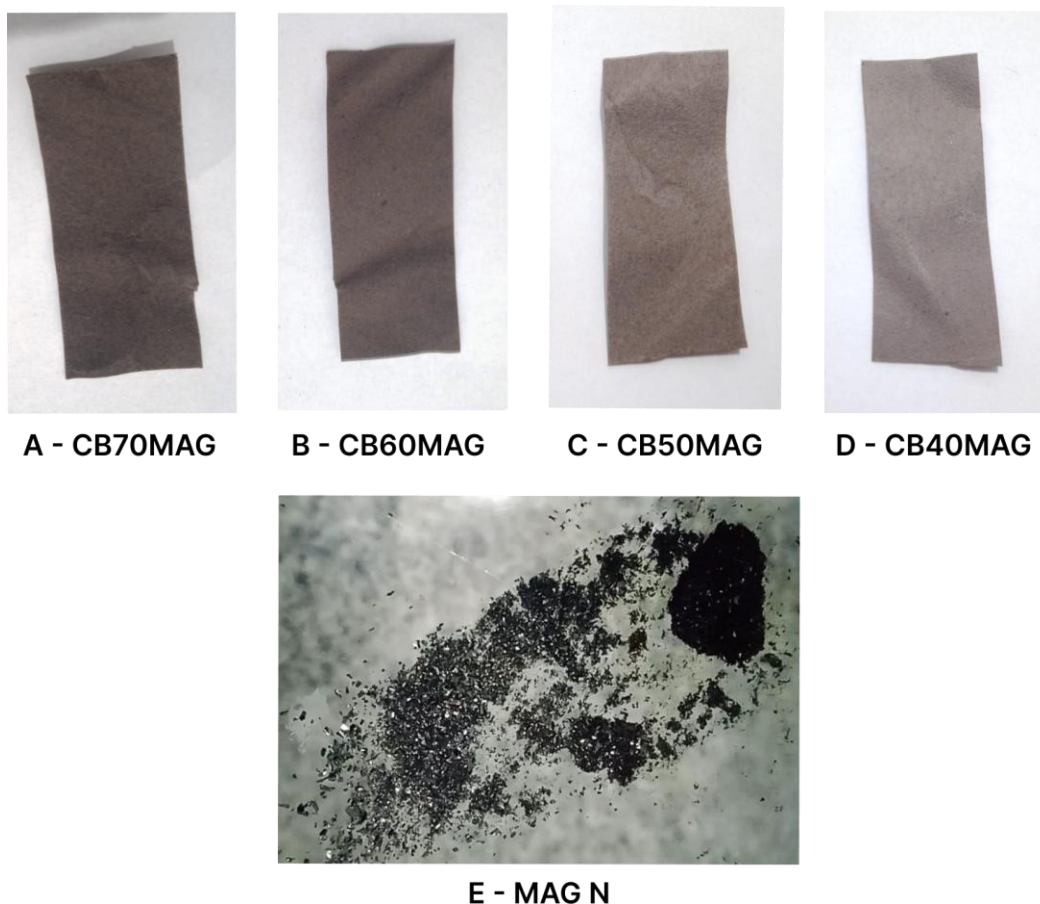
5.1.3. METODOLOGIAS DE ANÁLISE

Foram realizadas as análises de difratometria de raio-x (DRX), espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), microscopia eletônica de varredura (MEV), ensaio termogravimétrico (TGA) e magnetometria de amostra vibrante (VSM), todas estas análises seguiram as mesmas metodologias relatadas no item 4.1.2.

5.2. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As biomembranas de CB magnética apresentaram um aspecto visual uniforme, com uma coloração mais escura, de acordo com a quantidade de magnetita adicionada. A Figura 31 apresenta os materiais obtidos.

Figura 31 - Biomembranas de Celulose Bacteriana magnéticas com concentrações de 40% (A), 50% (B), 60% (C) e 70% (D) de magnetita, e Magnetita obtida pela síntese com otimizações (E).

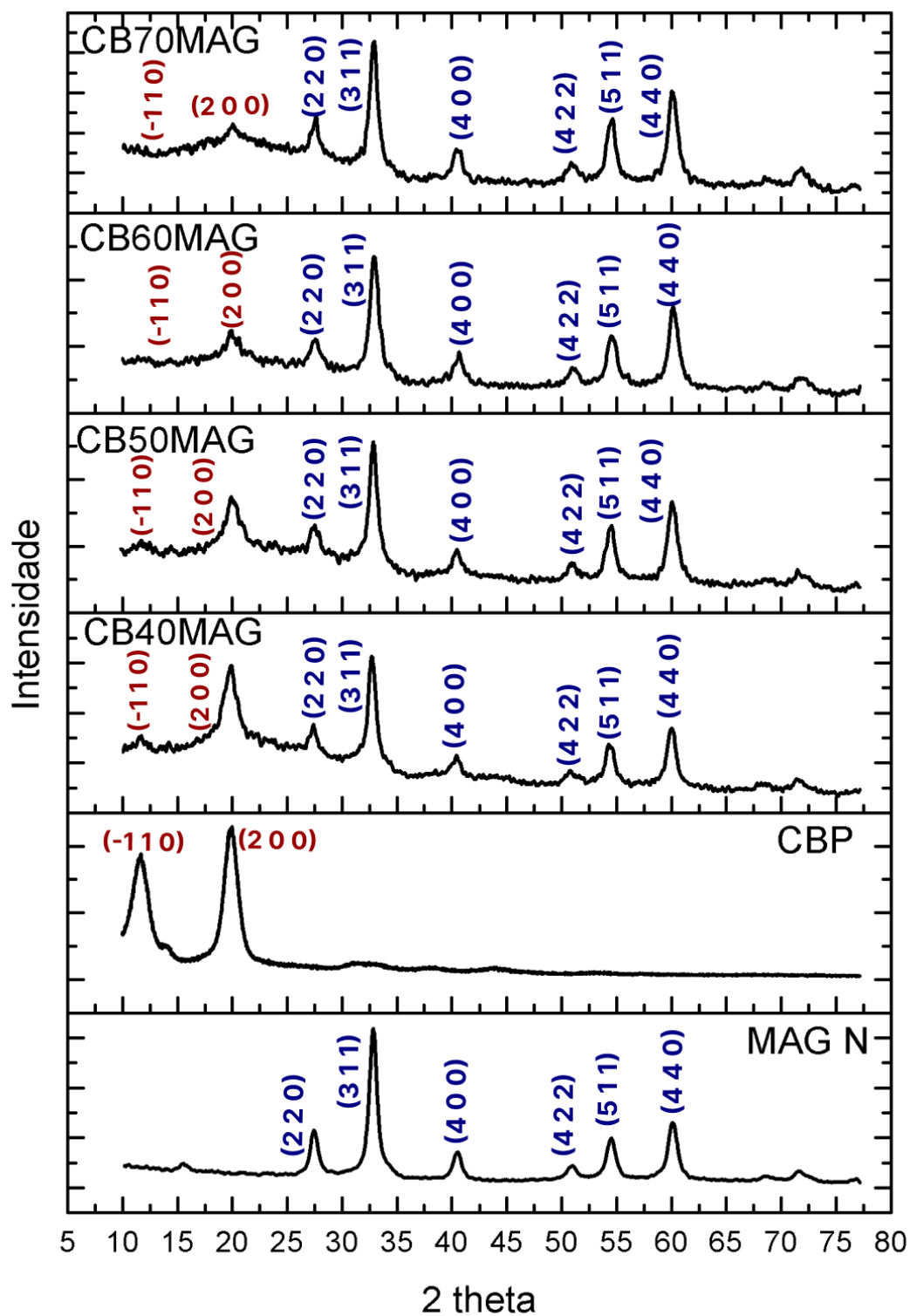


Fonte: A autora (2024).

5.2.1. DIFRATOMETRIA DE RAIO-X (DRX)

Os gráficos dispostos na Figura 32 demonstram os difratogramas das amostras novas de CB magnética, bem como das nanopartículas sintetizadas através da metodologia otimizada.

Figura 32 - Gráficos de DRX dos materiais produzidos, CB70MAG, CB60MAG, CB50MAG, CB40MAG (Amostras de CB com respectivamente 40, 50, 60 e 70% de magnetita), CBP (CB processada e seca em forma de película) e MAG N (nanopartículas de magnetita obtidas).



Fonte: A autora (2024).

Conforme demonstrado na Figura 32, as amostras produzidas com as melhorias no processo apresentaram em seu ensaios de DRX os planos cristalinos (-1 1 0) e (2 0 0), característicos da celulose (Galdino *et al.*, 2020; Daisuke *et al.*, 2022), e os planos (2 2 0), (1 0 4), (3 1 1), (4 0 0), (4 2 2), (5 1 1), (4 4 0), referentes à magnetita (Yazdani; Seddigh, 2016; Wroblewski *et al.*, 2020; Zheng *et al.*, 2023; Sabur; Gafur, 2024). Diferente das amostras anteriores, não houve o surgimento de picos relacionados ao plano (2 2 2), o que indica que não houve a oxidação da magnetita em maghemita ao longo da síntese, comprovando uma melhoria na síntese, que pode ter sido provocada pelo leve excesso de íons Fe^{3+} , que favorece a formação de Fe_3O_4 , e pelo processo de purificação, que ajuda a proteger as partículas formadas de reagentes residuais, impedindo a oxidação destas (Goss, 1988; Shahid; Choi, 2020) .

A magnetita produzida pela metodologia otimizada apresentou cristalitos com diâmetro médio de 6,96 nm, um tamanho significativamente menor que o das partículas obtidas durante o estudo apresentado na sessão 4, onde as partículas apresentaram cristalitos entre 8,02 e 18,6 nm (Amostras CBP-COMAG e CB-MAG, respectivamente). A diminuição deste diâmetro ocorreu devido ao aumento do controle dos parâmetros sintéticos na obtenção de Fe_3O_4 , conforme discutido na seção 2.4, onde a mudança na proporção de íons de ferro 2 e 3, aumento da agitação e purificação da amostra influenciaram de forma significativa no tamanho final das nanopartículas (Goss, 1988; Jiang *et al.*, 2010; Eom *et al.*, 2011; Shahid; Choi, 2020).

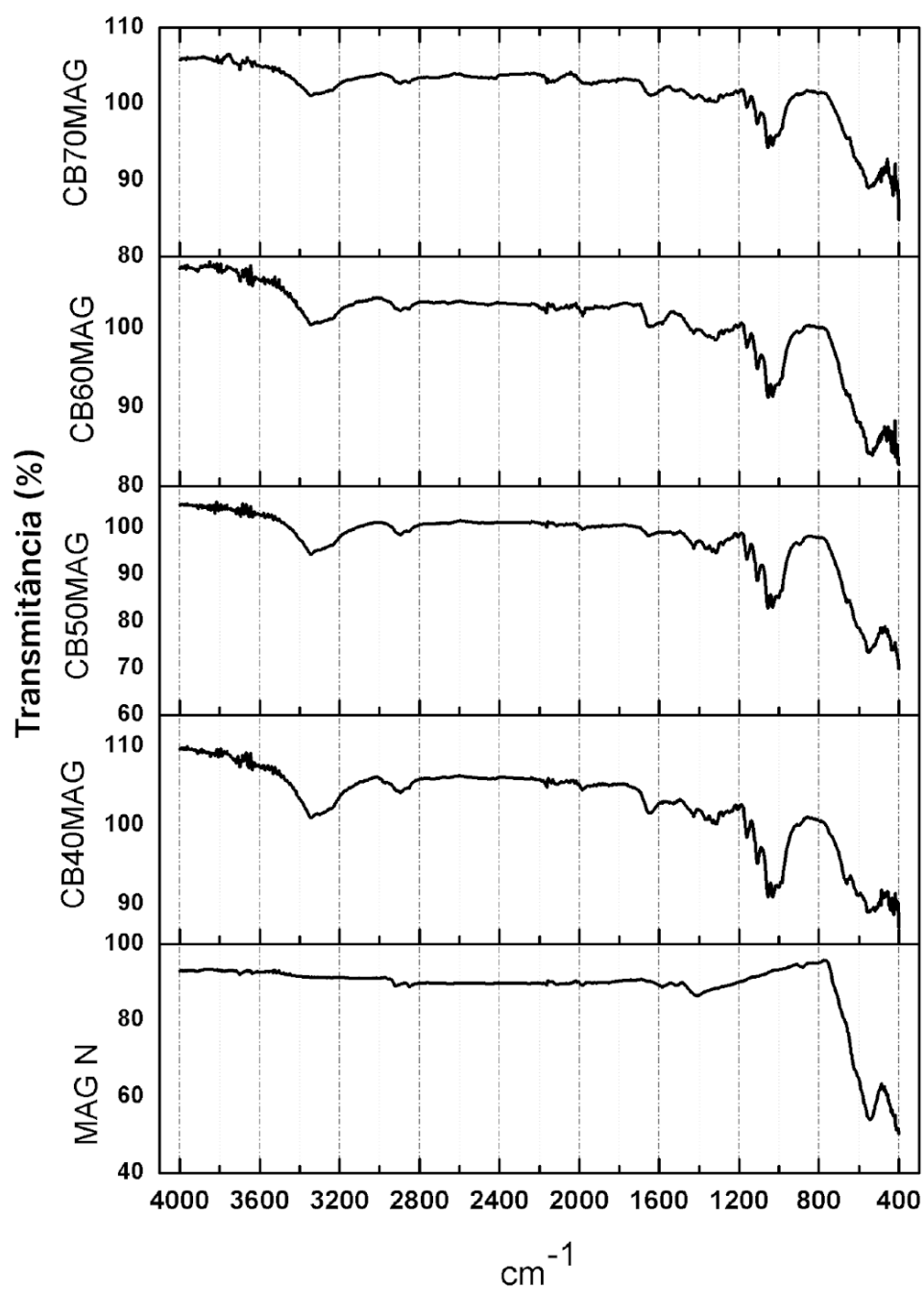
Com este valor de diâmetro médio, as novas nanopartículas de magnetita podem ser classificadas como superparamagnéticas, uma vez que segundo Giradet *et al.* (2022), o diâmetro crítico para a partículas de Fe_3O_4 assumirem tal comportamento é de 20 ± 5 nm. Khanam *et al.* (2022) também sintetizaram nanopartículas de magnetita via coprecipitação, e obtiveram partículas com tamanhos de cristalitos semelhantes, de 6,8 nm.

As cristalinidades das nanopartículas também apresentaram valores diferentes das sintetizadas durante a síntese de coprecipitação *ex situ* sem as otimizações, as obtidas nesta etapa apresentaram uma cristalinidade de 60,5%, enquanto as anteriores, 43%. O aumento da cristalinidade indica que as partículas obtidas através da síntese otimizada possuem uma maior organização molecular, com estruturas com padrões mais alinhados e regulares, o que provoca um aumento de sua estabilidade, e menor absorção de água, conseqüentemente, um menor risco de conversão em Maghemita.

5.2.2. ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

Os Gráficos presentes na Figura 33 demonstram os resultados obtidos no ensaio de FTIR.

Figura 33 - Gráficos de FTIR dos materiais produzidos, CB70MAG, CB60MAG, CB50MAG, CB40MAG e MAG N.



Fonte: A autora (2024).

As novas amostras apresentaram picos vibracionais característicos das ligações químicas presentes na celulose, em 2914, 1415, 1080, 839 e 3122 cm^{-1} , referentes respectivamente às ligações C-H assimétrico, CH_2 , C-O, C-C e O-H (Chaabane *et al.*, 2020; Usawattanakul *et al.*, 2021), e também picos vibracionais referentes às ligações Fe-O e Fe-O-C, nos comprimentos de onda 586 à 598, confirmando assim a presença de magnetita, e sua ligação à CB. Devido à quantidade de Fe_3O_4 incorporada, é notável o aumento na transmitância dos picos referentes às ligações de ferro nas amostras CB60MAG e CB70MAG.

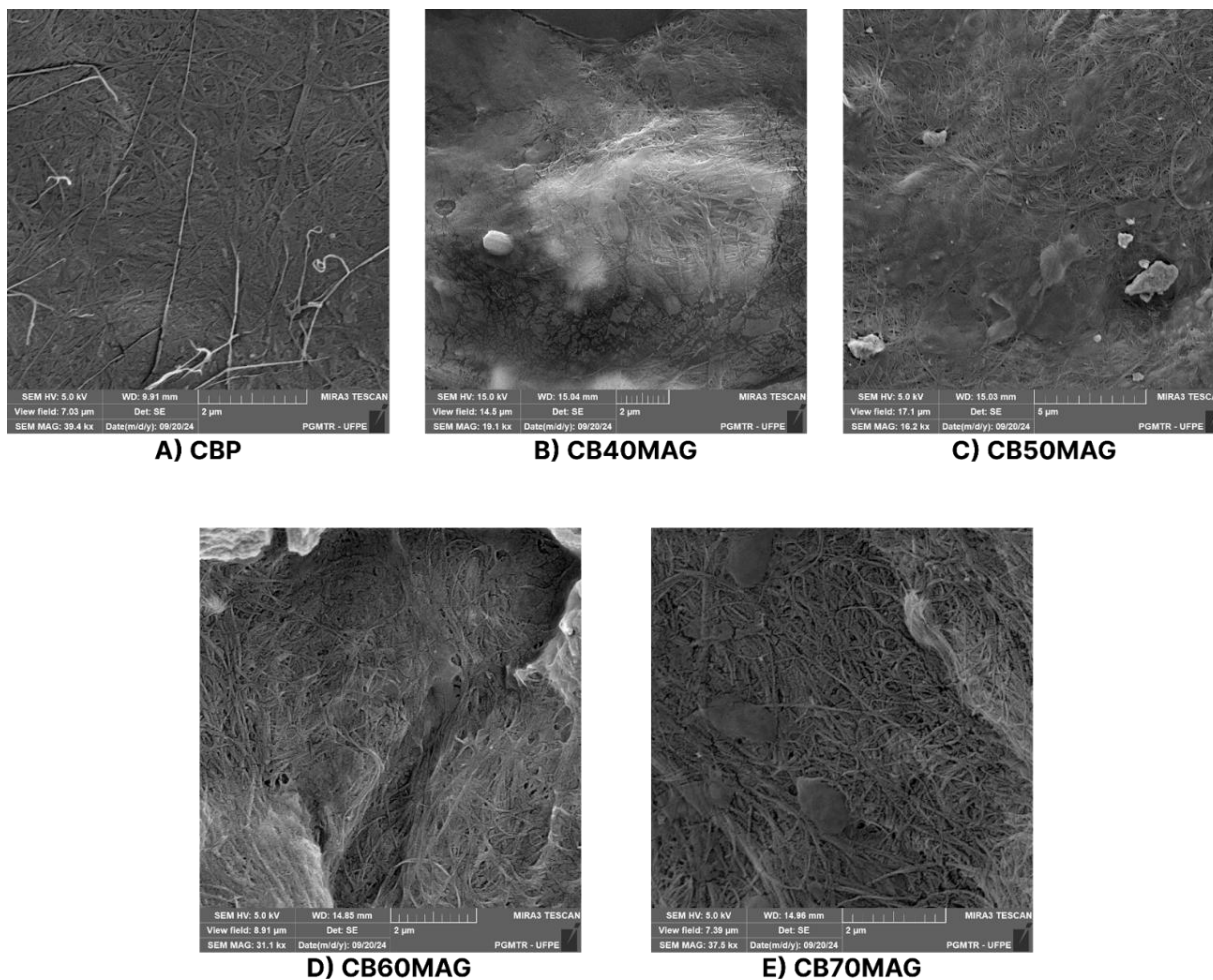
5.2.3. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

As imagens obtidas através da microscopia eletrônica de varredura, demonstrando a área superficial dos materiais produzidos, podem ser visualizadas na Figura 34.

Segundo as imagens obtidas pelas microscopias eletrônicas de varredura (Figura 4), as amostras apresentaram superfícies nas quais fibras de CB e nanopartículas de magnetita são visíveis. A disposição dos compostos nas amostras é semelhante à obtida em trabalhos como os de Chaabane *et al.*, 2020 e Chanthiwong *et al.*, 2020, onde é possível observar as nanofibras cobertas de nanopartículas, tornando-as mais espessas.

As fibras obtidas a partir de membranas de CB trituradas, se reorganizaram em conjunto com as nanopartículas adicionadas, formando assim uma superfície mais homogênea, e com poucos focos de aglomerações, conforme demonstrados nas imagens presentes na Figura 26. Este aspecto se assemelha aos das amostras produzidas através da metodologia de coprecipitação *ex situ*, com CB processada (CBP-MAG), entretanto esta amostra apresentou uma superfície com volume maior de partículas de Fe_3O_4 , devido à quantidade elevada de nanopartículas incorporadas na CB (82,92%), e o maior tamanho médio de seus cristalitos (31,03 nm) do que as produzidas nesta sessão.

Figura 34 - Imagens obtidas pelo MEV dos materiais produzidos, CB40MAG, com concentração de 40% de magnetita (A), CB50MAG, com concentração de 50% (B) de magnetita, CB60MAG, com concentração de 60% de magnetita (C) e CB70MAG, com concentração de 70% (D) de magnetita.

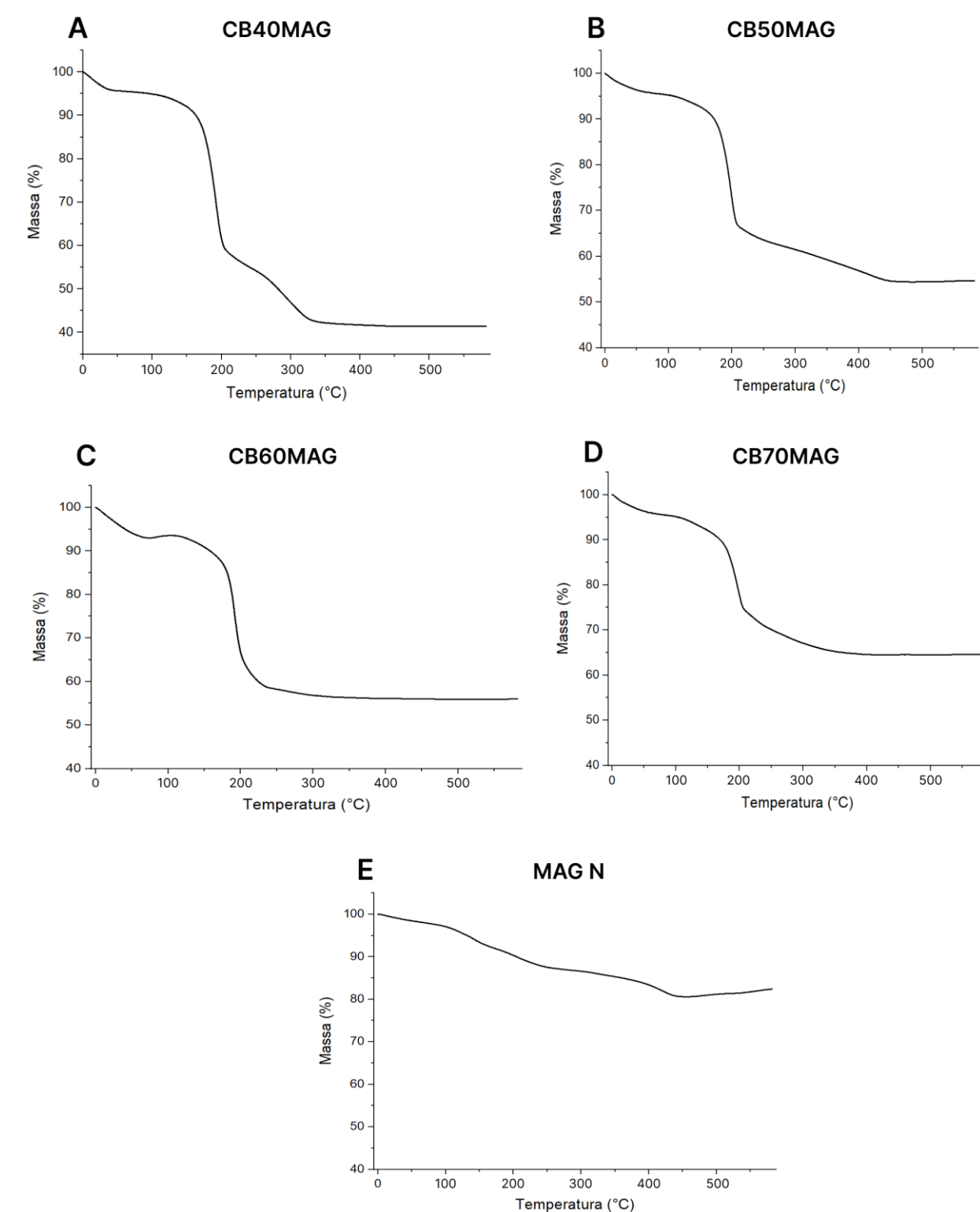


Fonte: A autora (2024).

5.2.4. ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICO (TGA)

Os resultados obtidos no ensaio de TGA podem ser observados nos gráficos da Figura 35, e na Tabela 9.

Figura 34 – Gráficos de TGA dos materiais produzidos, CB40MAG, com concentração de 40% de magnetita (A), CB50MAG, com concentração de 50% (B) de magnetita, CB60MAG, com concentração de 60% de magnetita (C), CB70MAG, com concentração de 70% (D) de magnetita, e MAG N, a magnetita pura obtida através da síntese otimizada (E).



Fonte: A autora (2024).

Tabela 9 – Estágios de degradação dos materiais a base de CB produzidos, durante análise de TGA.

Estágios	MAG N	CB40MAG	CB50MAG	CB60MAG	CB70MAG
Intervalo de degradação (°C)	110 - 260	30-93	30-137	30-132	30-136
1º Perda de massa da amostra até este estágio (%)	3	4	5	7	4
Intervalo de degradação (°C)	390 - 440	293-385	282-378	288-425	252-671
2º Perda de massa da amostra até este estágio (%)	19	43	34	42	36
Intervalo de degradação (°C)	-	-	430-593	430-593	-
3º Perda de massa da amostra até este estágio (%)	-	-	466-785	466-785	-
Massa conservada ao final do ensaio	81	42	54	58	64

Fonte: A autora (2024)

Como é possível visualizar nos gráficos da Figura 34 e nos dados da Tabela 9, houve um aumento da resistência térmica dos materiais com o aumento da concentração de magnetita. No primeiro estágio de degradação, as amostras com CB perderam menos de 10% de suas massas, até mais ou menos 135°C, tal perda foi possivelmente ocasionada por alguma umidade residual. A partir daí as amostras tiveram um segundo estágio de degradação, iniciado por volta dos 252-293°C, seguindo assim um padrão parecido com a CB, nesta temperatura começa a ocorrer a degradação das ligações glicosídicas (C-O-C) (Zhao *et al.*, 2020; Dong *et al.*, 2021; Paajanen; Rinta-Paavola; Vaari, 2021).

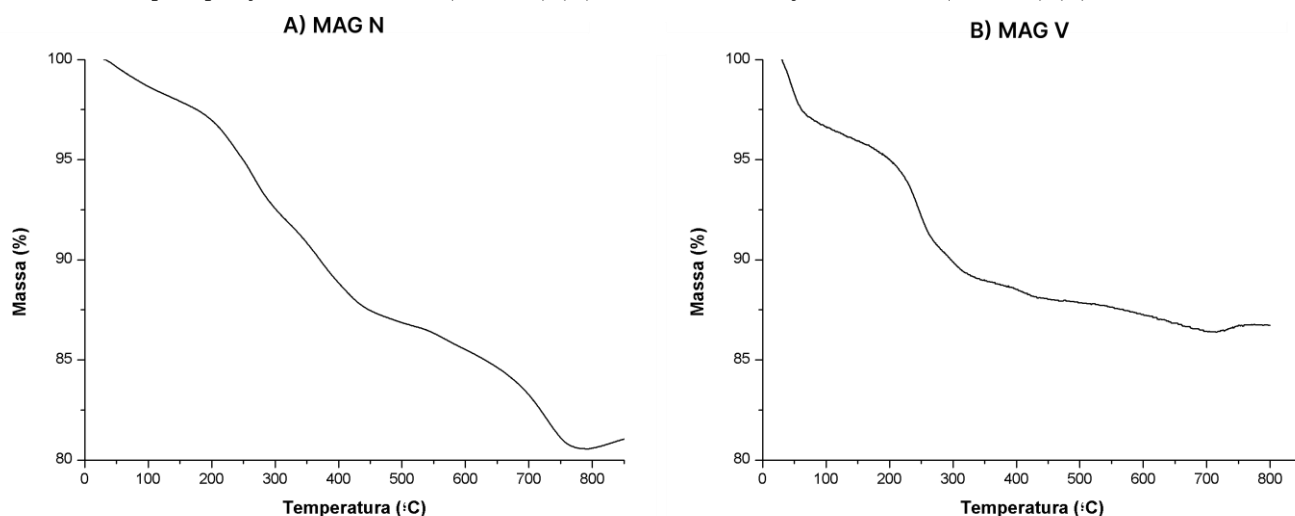
Com o aumento da concentração de magnetita nas amostras, a degradação das amostras seguiu de forma mais lenta, com isto as amostras CB60MAG e CB70MAG tiveram 2º estágio com uma duração e perda de massa mais lenta, e não apresentaram um 3º estágio, um padrão semelhante ao encontrado no ensaio da magnetita pura (Figura 34 E). Com esse mesmo princípio, a amostra CB50MAG apresentou um 3º estágio com perda de massa, e intervalo de temperatura mais suave que a amostra CB40MAG, que por sua vez, foi a amostra com um padrão de degradação mais semelhante à CB, com 3 estágios bem definidos.

O 3º estágio, representa a degradação de carbono residual, pós carbonização de celulose (Maruthupandy *et al.*, 2021), nas amostras com uma maior concentração de magnetita, esta degradação ocorreu de forma lenta, durante o 2º estágio, uma vez que ela termina entre 590 à 700°C.

Diferente dos resultados do ensaio de TGA realizado nas amostras anteriores (CB-MAG, CBP-MAG, CB-COMAG e CBP-COMAG), os obtidos para as amostras novas demonstraram um percentual final de massa conservada consistente com percentual de magnetita incorporado à cada uma. Este efeito indica a eficiência e precisão alcançadas pelas otimizações na metodologia incorporação de partículas.

De forma comparativa, a Figura 35 demonstra as curvas de TGA das nanopartículas de magnetita produzidas com e sem otimizações.

Figura 35 – Gráficos de TGA das amostras de Fe_3O_4 produzidas através das síntese de coprecipitação não otimizada (MAG V) (A), e com as otimizações adotadas (MAG N) (B).



Fonte: A autora (2024)

Como é possível notar, as partículas obtidas via síntese sem otimizações, MAG V, conservaram 87 % de sua massa, enquanto que as nanopartículas da amostra MAG N, conservaram no total 81%, apenas 6% a menos. Tal efeito ocorreu devido aos tamanhos das nanopartículas, uma vez que partículas menores são mais sensíveis à variação de temperatura, devido à maior área superficial, e degradam em temperaturas menores (Chen *et al.*, 2021).

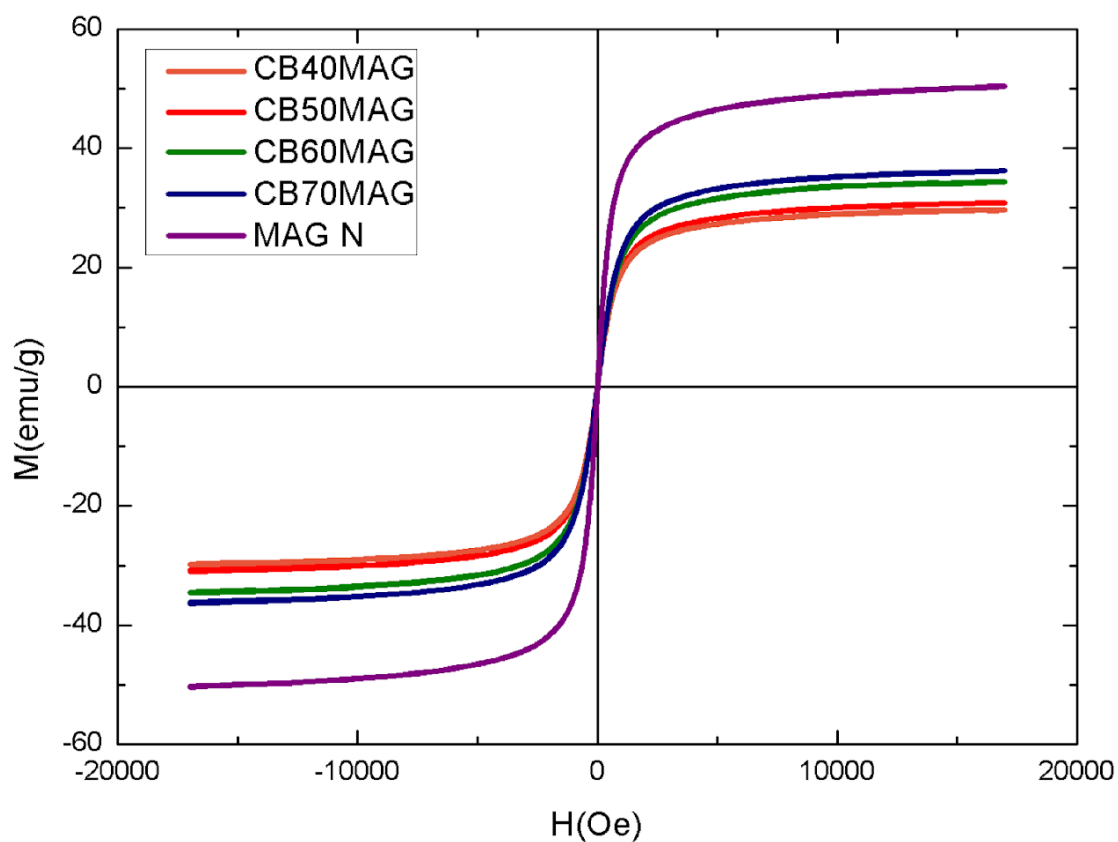
Entretanto, na amostra MAG V, é possível notar também um estágio de degradação expressivo e definido na faixa de 220 à 300°C, que pode ser um indício da presença de Maghemita, como já discutido em sessões anteriores, uma vez que partículas de Maghemita podem ter um estágio de degradação nesta faixa de temperatura (Gehring *et al.*, 2009; Li *et al.*, 2019). Em 700°C, nota-se um leve aumento de massa percentual, o que pode indicar que o oxigênio liberado durante as quebras de ligações químicas, interagiu novamente com o ferro, formando outros óxidos de ferro, como a maghemita ou hematita devido à alta temperatura (Kalska-Szostko *et al.*, 2015; Ponomar *et al.*, 2020).

Na amostra MAG N, há uma degradação com estágios mais suaves, até a temperatura de 450°C, onde a degradação fica mais lenta, e em seguida (aos 680°C), ocorre de forma mais rápida. Assim como na amostra MAG V, ocorre um aumento de massa percentual na amostra, indicando também a formação de novos óxidos de ferro a partir dos elementos livres, originados das ligações rompidas, e da alta temperatura (Kalska-Szostko *et al.*, 2015; Ponomar *et al.*, 2020). Como as nanopartículas desta amostra estão em dimensões menores (6,96nm), logo mais reativas, este aumento no percentual de massa começa em 650°C.

5.2.5. MAGNETOMETRIA DE AMOSTRA VIBRANTE (VSM)

As curvas de histerese das amostras, obtidas na análise de VSM podem ser observadas na Figura 36. Enquanto os valores resumidos das magnetizações de saturação (Ms) estão presentes na Tabela 10.

Figura 36 - Gráficos de VSM dos materiais produzidos, CB70MAG, CB60MAG, CB50MAG, CB40MAG e MAG N (nanopartículas de magnetita obtidas).



Fonte: A autora (2024).

Tabela 10 – Magnetização de Saturação das amostras de CB com magnetita, produzidas através da metodologia otimizada.

Amostra	Magnetização de Saturação (emu/g)
Magnetita nova	50,38
CB40MAG	29,69
CB50MAG	30,89
CB60MAG	34,42
CB70MAG	36,22

Fonte: A autora (2024).

Conforme demonstrado no gráfico de histerese presente na Figura 35 e Tabela 10, as amostras alcançaram maiores magnetizações de saturação (M_s), a magnetita nova, por exemplo, alcançou um valor de aproximadamente 73,7% maior que a obtida pela síntese antiga. Até mesmo a amostra CB40MAG, a com um menor valor de M_s dentre as amostras novas, atingiu uma maior magnetização que a magnetita obtida via metodologia antiga. Este efeito ocorreu devido ao tamanho dos cristalitos formados, e o alto grau de pureza da magnetita nova obtida.

Os dados demonstram um aumento da M_s diretamente proporcional à concentração de magnetita em cada amostra, um crescimento suave de uma amostra para outra, e quase linear, entretanto, por assumirem um comportamento superparamagnético, elas não apresentaram um campo coercivo (H_c) significativo, o que não é um aspecto negativo, uma vez que as aplicações avaliadas posteriormente não requerem memória magnética. Tal comportamento pôde ser previsto no gráfico presente na Figura 30, que relaciona o tamanho dos cristalitos de Fe_3O_4 com seus valores de campo coercivo, onde estes valores são diretamente proporcionais.

Os resultados de VSM refletiram os efeitos dos tamanhos dos cristais encontrados na análise de DRX, confirmando assim a produção de nanopartículas de Fe_3O_4 superparamagnéticas. No trabalho de Khanam *et al* (2022), onde os autores produziram partículas de tamanho semelhante, a M_s foi de 49,88 meu/g, um valor um pouco menor que o das nanopartículas produzidas pelo processo de síntese otimizado.

Em trabalhos que produziram materiais similares, os autores indicaram potenciais aplicações nas áreas de eletroeletrônicos, sensores (Luo *et al.*, 2020; Zhu *et al.*, 2023) contrastes em ressonância eletromagnética (Mira-Cuenca *et al.*, 2021), *drug delivery* (Yingkamhaeng *et al.*, 2028) etc.

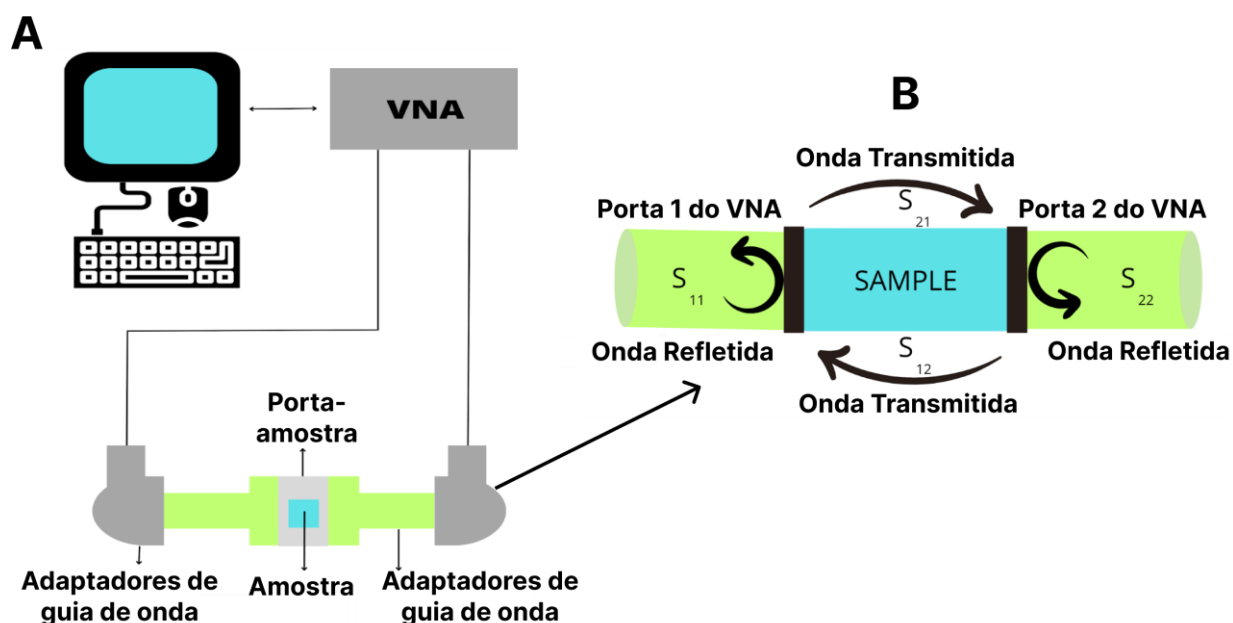
6. TESTE DE APLICAÇÃO EM SISTEMAS DE BLINDAGENS CONTRA ONDAS ELETROMAGNÉTICAS

A alta magnetização de saturação, e respostas rápidas à campos eletromagnéticos externos, conferem aos materiais obtidos através da metodologia de produção otimizada, uma potencial aplicação no setor de blindagem de ondas eletromagnéticas.

6.1. METODOLOGIA DOS ENSAIOS DE AVALIAÇÃO DA EFICIÊNCIA DE BLINDAGEM

Para medir a Eficiência de Blindagem Eletromagnética (EMI SE) das amostras, utilizando uma ampla faixa de frequências, foi montado e configurado um sistema, como o representado na Figura 37-A. Um analisador de redes vetorial (VNA, modelo E5063A) foi utilizado para gerar as frequências de onda e medir os coeficientes de reflexão, absorção e transmissão.

Figura 37 – Desenho esquemático do aparato utilizado para mensurar EMI SE (A). Representação da interação da amostra no porta amostra com as ondas transmitidas, com destaque para os parâmetros S_{11} e S_{22} , para ondas refletidas, e S_{12} e S_{21} , para ondas transmitidas (B).



Fonte: Souza *et al.* (2024) com adaptações

Conforme demonstrado na Figura 37, as portas do VNA foram conectadas a adaptadores de guia de onda, os quais foram conectados ao guia de onda onde a amostra foi depositada. No guia, as amostras foram envolvidas em filmes de polietileno. A Tabela 11 descreve os comprimentos e tipos de ondas eletromagnéticas utilizadas, essas dimensões são compatíveis com as frequências das bandas de micro-ondas comumente usadas em experimentos (8 GHz a 12 GHz) (MATHUR ; RAMAN, 2020).

Tabela 11. Bandas de microondas e suas características.

Bandas de microondas	L	S	C	X	Ku
Faixa de Frequência (GHz)	1-2	2-4	4-8	8-12	12-18
Altura (mm)	82,55	34,04	22,15	10,16	7,90
Comprimento (mm)	165,1	72,14	47,55	22,86	15,80

Fonte: Souza *et al.* (2024) com adaptações.

No estudo, foi utilizada uma potência incidente de -5 dBm (0,316 mW). A Figura 36-B ilustra também os parâmetros S, que se referem à parâmetros de espalhamento (S-parameters), eles indicam a fração de potência relacionada à transmissão ou absorção. Aqueles com o mesmo índice representam parâmetros de reflexão; por exemplo, S_{11} e S_{22} correspondem aos coeficientes de reflexão nos portos 1 e 2 do VNA, respectivamente. Enquanto os parâmetros com índices diferentes indicam parâmetros de transmissão, sendo S_{21} e S_{12} os coeficientes de transmissão entre os pontos.

Em um arranjo simétrico, como o mostrado na Figura 37-B, os parâmetros S apresentam comportamentos semelhantes, o que significa que os módulos dos coeficientes de transmissão são iguais, assim como os módulos dos coeficientes de reflexão, conforme demonstrado na Equação 6. Dessa forma, é possível obter os coeficientes de reflexão, transmissão e absorção, bem como o Índice de Blindagem Eletromagnética total (SE_T), bem como os índices de blindagem por reflexão (SE_R) e por absorção (SE_A), conforme descrito nas equações a seguir (Mei *et al.*, 2020; Yan *et al.*, 2022; Orasugh; Ray, 2023):

$$R = |S_{11}|^2 = |S_{22}|^2. \quad \text{Eq. 6}$$

$$A = 1 - |S_{11}|^2 - |S_{21}|^2. \quad \text{Eq. 7}$$

$$T = |S_{12}|^2 = |S_{21}|^2. \quad \text{Eq. 8}$$

$$SE_R(\text{dB}) = -10\log_{10} (1-R) = -10\log_{10} (1-|S_{11}|^2) = -10 \log_{10} (1-|S_{22}|^2) \quad \text{Eq. 9}$$

$$SE_A (\text{dB}) = 10\log_{10} ((1-R)/T) = 10\log_{10} ((1-|S_{11}|^2/|S_{21}|^2). \quad \text{Eq. 10}$$

$$SE_T (\text{dB}) = -10\log_{10} (T) = -10\log_{10} (|S_{12}|^2) = -10\log_{10} (|S_{21}|^2). \quad \text{Eq. 11}$$

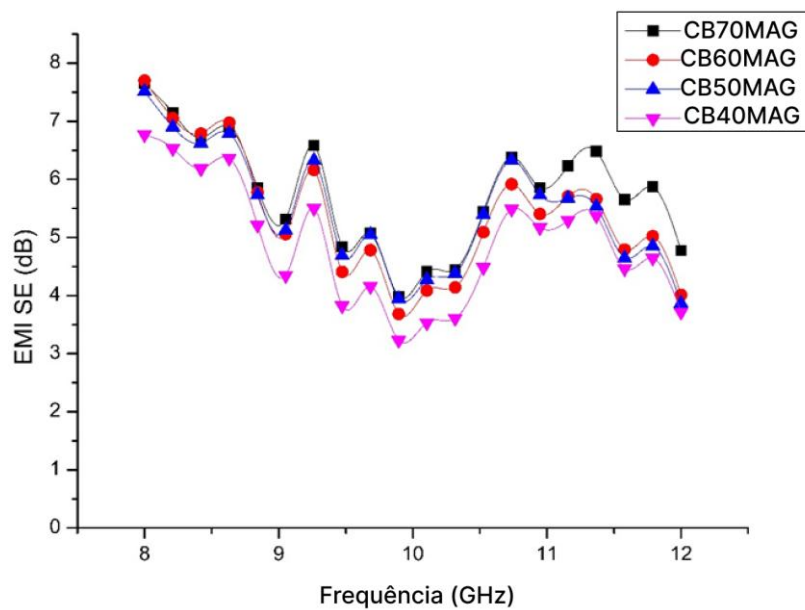
Como visto nestas relações matemáticas, o EMI SE depende dos valores dos Parâmetros S, quanto maior o módulo ao quadrado de S_{21} , menor é a blindagem, pois uma maior quantidade de energia é transmitida ao longo do tempo. Por exemplo, um módulo ao quadrado de 0,01 para S_{21} resulta em 20 dB, o valor mínimo aceito pelos padrões para dispositivos de blindagem comercial.

Para avaliar a efetividade de blindagem nos materiais produzidos a partir da metodologia otimizada, foram produzidas pastilhas com várias camadas do material, criando assim um produto mais próximo de uma possível aplicação.

6.2. RESULTADOS OBTIDOS

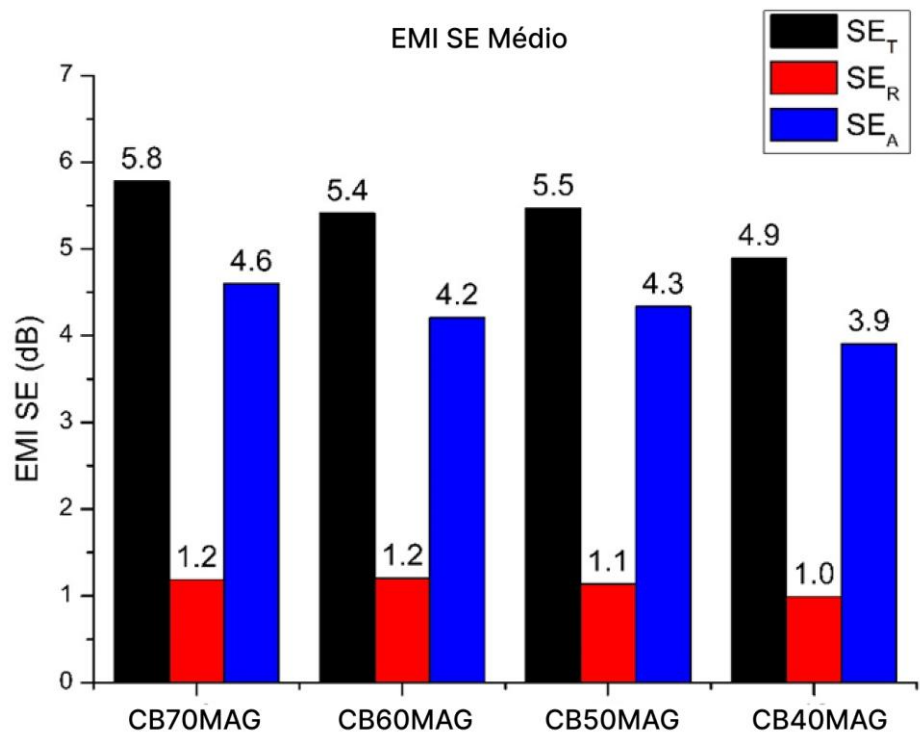
A Figuras 38 demonstra de forma gráfica a EMI SE total das amostras, para várias frequências de onda, enquanto que a Figura 39, os valores encontrados dos parâmetros S, referentes às blindagens total (SE_T), por reflexão (SE_R) e absorção (SE_A).

Figura 38 - Blindagem total das amostras para várias frequências de ondas.



Fonte: A autora (2024).

Figura 39 - Blindagem média, com os valores dos parâmetros S.



Fonte: A autora (2024).

A Tabela 12 demonstra de forma resumida os valores médios de EMI SE alcançados para cada amostra, com suas respectivas espessuras.

Tabela 12. Blindagem média das amostras

Amostras	Espessura da amostra (mm)	Blindagem Média (dB)
CBMAG 40	3,9	4,9
CBMAG 50	5,1	5,5
CBMAG 60	4,7	5,4
CBMAG 70	4,3	5,8

Fonte: A autora (2024).

Como pode ser observado através da Tabela 12 e dos gráficos das Figuras 38 e 39, a eficiência em blindagem das amostras obtidas pela metodologia de síntese otimizada aumentou de acordo com a espessura do material, e também com o percentual de magnetita incorporado, sendo então a pastilha feita com a amostra CBMAG 70, a com um maior valor.

Para fins comparativos, a Tabela 13 demonstra o valor da eficiência de blindagem da pastilha CBMAG70 com outros materiais relatados na literatura.

Tabela 13 - Comparação da eficiência de blindagem das amostras com trabalhos encontrados na literatura.

Materiais	MXene/BC	MXene/Leather	CNT/BC-BP	MWCNT@Fe₃O₄/CMC	CBMAG 70
EMI SE média (dB)	41,0	30,1	24,0	0,23	5,8
Espessura (mm)	0,015	19	0,036	0,028	4,3
EMI SE/ Thickness (dB/mm)	2733	1,6	667	8,2	1,3
Frequência (GHz).	8-12	8,2-12,4	5,85-8,2	8-12	8-12
Referências	LUO <i>et al.</i> (2023)	XING <i>et al.</i> (2023)	FAN <i>et al.</i> (2022)	DAI <i>et al.</i> (2024)	-

Fonte: Souza *et al.* (2024) com adaptações.

Conforme pode ser observado na Tabela 13, a amostra CBMAG70 é inferior em vários quesitos a alguns materiais encontrados na literatura, como o MXene/BC e CNT/BC-BP, que possuem uma alta eficiência mesmo em menores espessuras. Entretanto, a amostra produzida possui um valor de EMI SE por milímetro próximo ao MXene/Leather, e como pastilha, apresentou uma blindagem média superior ao MWCNT@Fe₃O₄/CMC.

Estes resultados demonstram assim que, apesar de ter uma blindagem não satisfatória, os biomateriais produzidos possuem um potencial para esta aplicação, eles oferecem flexibilidade e resistência térmica, e podem ser utilizados como base para a criação de pastilhas multicamadas, ou como matriz para a adição de outros materiais, além da magnetita, e também para bloquear a poluição secundária gerada por dispositivos

com alta porcentagem de SE_R, como relatado por Fan *et al.* (2022), Peng *et al.* (2023) e Luo *et al.* (2023).

7. CONCLUSÕES

Biomembranas de celulose bacteriana magnéticas são materiais inovadores, podem ser obtidos via diferentes metodologias, e assumir diversas propriedades, a depender do processo de síntese utilizado. Durante o trabalho foram produzidos materiais híbridos magnéticos de CB com magnetita, e ao longo das etapas de produção, foram sendo aprimorados.

A utilização de um meio fermentativo com milhocina resultou em biomembranas com maior resistência térmica e densidade de fibras, além de promover um crescimento mais rápido ao longo do tempo, mostrando-se uma alternativa superior para a fermentação da CB.

Dentre as metodologias de síntese e incorporação de magnetita analisadas, as amostras produzidas com CB triturada apresentaram uma incorporação mais eficiente. A amostra CBP-COMAG (celulose processada com coprecipitação *in situ*) se destacou pela maior cristalinidade e magnetização de saturação, entretanto apresentou indícios de maghemita. Enquanto que CBP-MAG (celulose processada com coprecipitação *ex situ*) apresentou maior resistência térmica e estabilidade, com uma magnetização elevada. Por esses motivos, a coprecipitação *ex situ* em membranas de CB processadas foi selecionada para otimização.

Após a otimização da síntese de magnetita *ex situ*, as amostras mostraram maior cristalinidade e resistência térmica, sem indícios de maghemita. A magnetização de saturação foi significativamente maior do que nas amostras não otimizadas, mesmo em menores percentuais de magnetita incorporada. Além disso, o tamanho dos cristais de magnetita indicou sua natureza superparamagnética, com um valor de magnetização elevado.

No estudo sobre o potencial de aplicabilidade destes materiais com a blindagem contra EMI, os materiais não conseguiram atingir uma eficiência de blindagem competitiva em relação a outros materiais específicos para esta aplicação; entretanto, os biomateriais produzidos têm potencial para servir como base para a confecção de

pastilhas, com a adição de outros compostos específicos, e para a blindagem de poluição secundária.

8. TRABALHOS PRODUZIDOS DURANTE O DOUTORADO

Durante a pesquisa foram publicados 3 artigos, sendo 1 com resultados originais, e 2 de revisão. Foi também submetido um capítulo de livro, aceitado pela editora Springer, que seguem abaixo:

- SOUZA, Thais Cavalcante et al. Magnetic bacterial cellulose biopolymers: production and potential applications in the electronics sector. **Polymers**, v. 15, n. 4, p. 853, 2023. <https://doi.org/10.3390/polym15040853>.

Figura 40 – Primeiro artigo publicado na revista *Polymers* em 2023.

The screenshot displays the article page for "Magnetic Bacterial Cellulose Biopolymers: Production and Potential Applications in the Electronics Sector" in the journal *Polymers*. The page layout includes a left sidebar with journal navigation options like "Submit to this Journal", "Review for this Journal", and "Propose a Special Issue". The main content area shows the article title, authors (Thais Cavalcante de Souza, Julia Didier Pedrosa de Amorim, Claudio José Galdino da Silva Junior, Alexandre D'Lamare Maia de Medeiros, Andréa Fernanda de Santana Costa, Glória Maria Vinhas, and Leonie Asfora Sarubbo), and their affiliations. It also lists six numbered footnotes corresponding to the authors' institutions in Pernambuco, Brazil. The article is marked as "Open Access" and "Review". On the right, there are social media sharing icons and a "Comment" section. At the bottom, it shows the article's DOI, submission and publication dates, and options to download or browse figures.

- SOUZA, Thaís Cavalcante et al. Synthesis of iron oxides and influence on final sizes and distribution in bacterial cellulose applications. **Polymers**, v. 15, n. 15, p. 3284, 2023. <https://doi.org/10.3390/polym15153284>.

Figura 41 – Segundo artigo publicado na revista *Polymers* em 2023.

The screenshot shows the Polymers journal article page. On the left, there is a sidebar with the journal logo, submission buttons, an article menu, and statistics (1763 views, 4 citations). The main content area displays the article title, authors (Thais Cavalcante de Souza, Andréa Fernanda de Santana Costa, Glória Maria Vinhas, and Leonie Asfora Sarubbo), their affiliations, and the article's publication details (Polymers 2023, 15(15), 3284). It also includes submission and acceptance dates, a download button, and an abstract. The abstract discusses iron oxide nanoparticles and their applications in biomedicine, electronics, and wastewater treatment.

Synthesis of Iron Oxides and Influence on Final Sizes and Distribution in Bacterial Cellulose Applications

by Thais Cavalcante de Souza^{1,2}, Andréa Fernanda de Santana Costa^{2,3}, Glória Maria Vinhas^{1,4} and Leonie Asfora Sarubbo^{2,5,*}

¹ Center of Exact and Natural Sciences, Department of Materials Science, Federal University of Pernambuco (UFPE), Rua Professor Moraes Rêgo, n. 1235, Cidade Universitária, Recife 50670-901, Brazil
² Advanced Institute of Technology and Innovation (IATI), Rua Polyra, n. 31, Prado, Recife 50751-310, Brazil
³ Communication and Design Center, Centro Acadêmico da Região Agreste, Federal University of Pernambuco (UFPE), BR 104, Km 59, s/n, Nova Caruaru, Caruaru 50670-901, Brazil
⁴ Department of Chemical Engineering, Federal University of Pernambuco (UFPE), Avenida dos Economistas—Cidade Universitária, Recife 50740-590, Brazil
⁵ UNICAP Icam Tech School, Catholic University of Pernambuco (UNICAP), Rua do Príncipe, n. 526, Boa Vista, Recife 50050-900, Brazil
 * Author to whom correspondence should be addressed.

Polymers **2023**, *15*(15), 3284; <https://doi.org/10.3390/polym15153284>

Submission received: 12 July 2023 / Revised: 31 July 2023 / Accepted: 1 August 2023 / Published: 3 August 2023

(This article belongs to the Special Issue Advanced Cellulose Polymers and Derivatives)

Abstract

Iron oxide nanoparticles have been investigated due to their suitable characteristics for diverse applications in the fields of biomedicine, electronics, water or wastewater treatment and sensors. Maghemite, magnetite and hematite are the most widely studied iron oxide particles and have ferrimagnetic characteristics. When very small, however

- SOUZA, Thaís Cavalcante et al. Innovation in Methods for Incorporating Magnetite into Biocellulose for Electromagnetic Interference Shielding Effectiveness Applications. *Energies*, v. 17, n. 13, p. 3202, 2024. <https://doi.org/10.3390/en17133202>

Figura 42 – Aartigo publicado na *Energies* em 2024.

The screenshot shows the Energies journal article page. On the left, there is a sidebar with the journal logo, submission buttons, an article menu, and statistics (1063 views). The main content area displays the article title, authors (Thais Cavalcante de Souza, Alessandro Ramos dos Santos, João Luiz da Silva Pereira Chacon, Italo José Batista Durval, Andréa Fernanda de Santana Costa, Eduardo Padrón Hernández, Attilio Converti, and Glória Maria Vinhas), their affiliations, and the article's publication details (Energies 2024, 17(13), 3202). It also includes submission and acceptance dates, a download button, and a table of contents. The table of contents lists the article title and its page number (3202).

Innovation in Methods for Incorporating Magnetite into Biocellulose for Electromagnetic Interference Shielding Effectiveness Applications

by Thais Cavalcante de Souza^{1,2}, Alessandro Ramos dos Santos³, João Luiz da Silva Pereira Chacon⁴, Italo José Batista Durval², Andréa Fernanda de Santana Costa^{2,5}, Eduardo Padrón Hernández^{1,3}, Attilio Converti^{6,*}, Glória Maria Vinhas^{1,4} and Leonie Asfora Sarubbo^{2,7}

¹ Center for Exact and Natural Sciences, Department of Materials Science, Federal University of Pernambuco (UFPE), Rua Prof. Moraes Rêgo 1235, Cidade Universitária, Recife 50670-901, Brazil
² Advanced Institute of Technology and Innovation (IATI), Rua Polyra 31, Prado, Recife 50751-310, Brazil
³ Department of Physics, Federal University of Pernambuco (UFPE), Av. Jorn. Aníbal Fernandes s/n, Cidade Universitária, Recife 50740-540, Brazil
⁴ Department of Chemical Engineering, Federal University of Pernambuco (UFPE), Av. dos Economistas, Cidade Universitária, Recife 50740-590, Brazil
⁵ Communication and Design Nucleus, Região Agreste Academic Center, Federal University of Pernambuco (UFPE), BR 104, km 59, s/n, Nova Caruaru, Caruaru 50670-901, Brazil
⁶ Department of Civil, Chemical and Environmental Engineering, Pole of Chemical Engineering, Genoa University (UNIGE), Via Opera Pia 15, 16145 Genoa, Italy
⁷ UNICAP Icam Tech School, Catholic University of Pernambuco (UNICAP), Rua do Príncipe 526, Boa Vista, Recife 50050-900, Brazil
 * Author to whom correspondence should be addressed.

Energies **2024**, *17*(13), 3202; <https://doi.org/10.3390/en17133202>

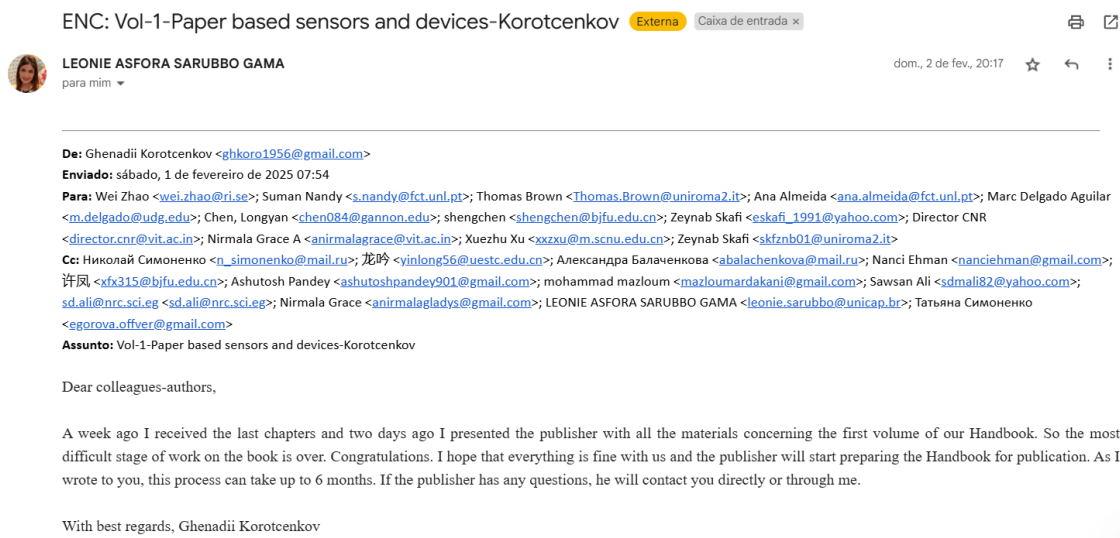
Submission received: 29 May 2024 / Revised: 19 June 2024 / Accepted: 26 June 2024 / Published: 29 June 2024

(This article belongs to the Special Issue Green Technologies for Energy Transition: 2nd Edition)

Table of Contents

Innovation in Methods for Incorporating Magnetite into Biocellulose for Electromagnetic Interference Shielding Effectiveness Applications 3202

- Email com a confirmação de aceitação do capítulo de livro sobre celulose bacteriana magnética, pela editora Springer:



9. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ACHAL, V.; MUKHERJEE, A.; REDDY, M. Sudhakara. Biocalcification by *Sporosarcina pasteurii* using corn steep liquor as the nutrient source. **Industrial Biotechnology**, v. 6, n. 3, p. 170-174, 2010. <http://doi.org/10.1089/ind.2010.6.170>.

ADITYA, T. et al. Surface modification of bacterial cellulose for biomedical applications. **International journal of molecular sciences**, v. 23, n. 2, p. 610, 2022. <https://doi.org/10.3390/ijms23020610>.

AKHLAGHI, N.; NAJAFPOUR-DARZI, G. Manganese ferrite (MnFe_2O_4) Nanoparticles: From synthesis to application-A review. **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, v. 103, p. 292, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2021.07.043>.

AKHTAR, N. et al. SPIONs conjugate supported anticancer drug doxorubicin's delivery: current status, challenges, and prospects. **Nanomaterials**, v. 12, n. 20, p. 3686, 2022. <https://doi.org/10.3390/nano12203686>.

ALIBEIGI, S.; VAEZI, M. R. Phase transformation of iron oxide nanoparticles by varying the molar ratio of Fe^{2+} : Fe^{3+} . **Chemical Engineering ; Technology: Industrial Chemistry-Plant Equipment-Process Engineering-Biotechnology**, v. 31, n. 11, p. 1591, 2008. <https://doi.org/10.1002/ceat.200800093>.

AMALRAJ, A. et al. Cellulose Nanomaterials in Biomedical , Food , and Nutraceutical Applications: A Review. **Macromolecular Symposia**, v. 66, n.1, 2018. <http://doi.org/10.1021/acs.jafc.7b04204>.

AMARASEKARA, A. S.; WANG, D.; GRADY, T.L. A comparison of kombucha SCOBY bacterial cellulose purification methods. **SN Applied Sciences**, v. 2, p. 1-7, 2020. <https://doi.org/10.1007/s42452-020-1982-2>.

AMEEN, F.; MAJRASHI, N. Recent trends in the use of cobalt ferrite nanoparticles as an antimicrobial agent for disability infections: a review. **Inorganic Chemistry Communications**, p. 111187, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2023.111187>.

AMIRI, M.; SALAVATI-NIASARI, M.; AKBARI, A. Magnetic nanocarriers: evolution of spinel ferrites for medical applications. **Advances in colloid and interface science**, v. 265, p. 29, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2019.01.003>.

AMORIM, J. D. P. et al. Plant and bacterial nanocellulose: Production, properties and applications in medicine, food, cosmetics, electronics and engineering. A review. **Environmental Chemistry Letters**, v. 18, p. 851, 2020. <http://doi.org/10.1007/s10311-020-00989-9>.

AMORIM, J. D. P. et al. Obtainment of bacterial cellulose with added propolis extract for cosmetic applications. **Polymer Engineering ; Science**, v. 62, n. 2, p. 565, 2022. <https://doi.org/10.1002/pen.25868>

ANDRIANI, D.; APRIYANA, A. Y.; KARINA, M. The optimization of bacterial cellulose production and its applications: a review. **Cellulose**, v. 27, n. 12, p. 6747, 2020. <https://doi.org/10.1007/s10570-020-03273-9>.

ANDRONENKO, S. I. et al. Phase Composition and Magnetic Properties of Nanoparticles with Magnetite–Maghemite Structure. **Ceramics**, v. 6, n. 3, p. 1623, 2023. <https://doi.org/10.3390/ceramics6030099>.

BAGOTIA, N. Electromagnetic (EM radiation) interference shielding material epicenter to carbon filler-based composite. In: **Advanced Radiation Shielding Materials**. Elsevier, 2024. p. 155-194. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-95387-0.00005-4>.

BARBI, S. et al. Mechanical and structural properties of environmental green composites based on functionalized bacterial cellulose. **Cellulose**, v. 28, p. 1431-1442, 2021. <https://doi.org/10.1007/s10570-020-03602-y>.

BEDASSO, G. D. et al. Hydrolysis of Cellulose using boronic-acid multifunctional carbocatalysts. **Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers**, v. 157, p. 105435, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2024.105435>

BETLEJ, I. et al. Bacterial cellulose—properties and its potential application. **Sains Malays**, v. 50, n. 2, p. 493-505, 2021. <http://dx.doi.org/10.17576/jsm-2021-5002-20>.

BHATERIA, R.; SINGH, R. A review on nanotechnological application of magnetic iron oxides for heavy metal removal. **Journal of Water Process Engineering**, v. 31, p. 100845, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2019.100845>.

BRIDOVA, I.; MORAVCIK, M. Impact of electromagnetic radiation—research. In: **2022 20th International Conference on Emerging eLearning Technologies and Applications (ICETA)**. IEEE, 2022. p. 73-78. <http://doi.org/10.1109/ICETA57911.2022.9974756>.

BUDUMURU, S. et al. Shielding effectiveness of multilayer laminate of aluminum metal matrix and micro absorbing materials. **MethodsX**, v. 10, p. 102172, 2023. <https://doi.org/10.1080/2374068X.2022.2115441>.

BURTON, A. W. et al. On the estimation of average crystallite size of zeolites from the Scherrer equation: A critical evaluation of its application to zeolites with one- dimensional pore systems. **Microporous and Mesoporous Materials**, v. 117, n. 1-2, p. 75, 2009. <http://doi.org/10.1016/j.micromeso.2008.06.010>.

BUSTAMANTE-TORRES, M. et al. Polymeric composite of magnetite iron oxide nanoparticles and their application in biomedicine: a review. **Polymers**, v. 14, n. 4, p. 752, 2022. <https://doi.org/10.3390/polym14040752>.

BUTULIJA, S. et al. Exploring the antimicrobial and antioxidant potential of bacterial cellulose-cerium oxide nanoparticles hydrogel: Design, characterization and biomedical properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 276, p. 133702, 2024. <http://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.133702>.

CALDERON, April Rose Malagum et al. Evaluation of maghemite-rich iron oxide composite prepared from magnetite as adsorbent for gold from chloride solution. **Jom**, v. 71, n. 12, p. 4639-4646, 2019. <https://doi.org/10.1007/S11837-019-03514-8>.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 10. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2020.

CALVACHE, Jhon Nieto et al. Antioxidant characterization of new dietary fiber concentrates from papaya pulp and peel (*Carica papaya* L.). **Journal of Functional Foods**, v. 27, p. 319-328, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.jff.2016.09.012>.

CAMPANO, C. et al. Enhancement of the fermentation process and properties of bacterial cellulose: a review. **Cellulose**, v. 23, n. 1, p. 57, 2026. <https://doi.org/10.1007/s10570-015-0802-0>.

CARDILLO, E. et al. Development of a Simple Setup to Measure Shielding Effectiveness at Microwave Frequencies. **Sensors**, v. 24, n. 12, p. 3741, 2024. <https://doi.org/10.3390/s24123741>.

CAZÓN, P.; VÁZQUEZ, M. Improving bacterial cellulose films by *ex-situ* and *in-situ* modifications: a review. **Food Hydrocoll.** V. 113, p. 1, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2020.106514>.

CHAABANE, L. et al. Functionalization of developed bacterial cellulose with magnetite nanoparticles for nanobiotechnology and nanomedicine applications. **Carbohydrate polymers**, v. 247, p. 116707, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116707>.

CHANTHIWONG, M. et al. Controlling the processing of co-precipitated magnetic bacterial cellulose/iron oxide nanocomposites. **Materials ; Design**, v. 196, p. 109148, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109148>.

CHEAH, Y. S.; MASA HARU, K. Comparison of crystallinity index computational methods based on lignocellulose X-ray diffractogram. **Materials Research Foundations**, v. 29, 2023. <https://doi.org/10.21741/9781644902516-16>.

CHEN, F. et al. Size effect of Fe₃O₄ nanoparticles on magnetism and dispersion stability of magnetic nanofluid. **Frontiers in Energy Research**, v. 9, p. 780008, 2021. <https://doi.org/10.3389/fenrg.2021.780008>

CHEN, K. et al. CoFe₂O₄ Embedded Bacterial Cellulose for Flexible, Biodegradable, and Self-Powered Electromagnetic Sensor. **Nano Energy**, v. 102, n. 107740, p. 1-11, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2022.107740>.

CHEN, X. et al. Multi-functional magnetic hydrogels based on Millettia speciosa Champ residue cellulose and Chitosan: Highly efficient and reusable adsorbent for Congo red and Cu²⁺ removal. **Chemical Engineering Journal**, v. 423, p. 130198, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.130198>

CHENG, Z. et al. Green synthesis of bacterial cellulose via acetic acid pre-hydrolysis liquor of agricultural corn stalk used as carbon source. **Bioresource technology**, v. 234, p. 8, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2017.02.131>.

CHOI, S. M. et al. Bacterial cellulose and its applications. **Polymers**, v. 14, n. 6, p. 1080, 2022. <https://doi.org/10.3390/polym14061080>.

CLARO, A. M. et al. Bacterial cellulose nanocrystals obtained through enzymatic and acidic routes: A comparative study of their main properties and in vitro biological responses. **Carbohydrate Research**, v. 539, p. 109104, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.carres.2024.109104>.

COSTA, A. F. S. et al. Production of bacterial cellulose by *Gluconacetobacter hansenii* using corn steep liquor as nutrient sources. **Frontiers in Microbiology**, v. 8, p. 1–12, 2017. <https://doi.org/10.3389/fmicb.2017.02027>.

COSTA, A. F. S. **Produção de um Biopolímero Bacteriano para Aplicação na Área Têxtil**. Tese (Doutorado em Biotecnologia) - Universidade Federal Rural de Pernambuco, Recife, 2018.

CRANE-MOLLOY, A. Investigating Non-Thermal Effects of Radiofrequency Electromagnetic Fields (RF EMF) on Human Health: A Comprehensive Review. **British Journal of Physics Studies**, v. 2, n. 1, p. 1, 2024 <https://doi.org/10.32996/bjps.2024.2.1.1>

CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Introduction to magnetic materials**. John Wiley ; Sons, 2011.

DAI, Y. et al. Electromagnetic interference shielding of flexible carboxymethyl cellulose/MWCNT@ Fe₃O₄ composite film with ultralow reflection loss. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 257, p. 128604, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.128604>.

DAISUKE, T. et al. 1. Crystalline Investigations of Cellulose Films and Fibers Prepared Using Ionic Liquid Mixed Solvent. **journal of the Japan Society for Testing Materials**, v. 71, n., 7, p. 579, 2022. <http://doi.org/10.2472/jsms.71.579>

DEHGHANPOUR, H. R. et al. Effect of Agitation Methods on Characteristics of Iron Ferrite Nanoparticles Synthesized by Co-Precipitation Process. **Applied Functional Materials** , v. 2, p. 37, 2022. <https://doi.org/10.35745/afm2022v02.03.0005>

DELMER, D. P.; AMOR, Y. Cellulose Biosynthesis. **The Plant Cell**, v. 7, n. 7, p. 987-1000, 1995. <http://doi.org/10.1105/tpc.7.7.987>.

DHEYAB, M. A. et al. Synthesis and coating methods of biocompatible iron oxide/gold nanoparticle and nanocomposite for biomedical applications. **Chinese Journal of Physics**, v. 64, p. 305-325, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.cjph.2019.11.014>.

DIETRICH, J. et al. Energetic electron-assisted synthesis of tailored magnetite (Fe₃O₄) and maghemite (γ -Fe₂O₃) nanoparticles: structure and magnetic properties. **Nanomaterials**, v. 13, n. 5, p. 786, 2023. <https://doi.org/10.3390/nano13050786>.

DONG, J. et al. Thermal degradation of cyanidin-3-O-glucoside: Mechanism and toxicity of products. **Food Chemistry**, v. 370, p. 131018, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.131018>

DONINI, I. A. N. et al. Biosíntese e recentes avanços na produção de celulose bacteriana. **Eclética química**, v. 35, n. 4, 2010. <https://doi.org/10.1590/S0100-46702010000400021>.

DUARTE, E. B. et al. **Celulose bacteriana propriedades, meios fermentativos e aplicações**, ed.1, Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2019.

DUFRESNE, C.; FARNWORTH, E. Tea, Kombucha, and health: a review. **Food research international**, v. 33, n. 6, p. 409-421, 2000. [https://doi.org/10.1016/S0963-9969\(00\)00067-3](https://doi.org/10.1016/S0963-9969(00)00067-3).

DUDCHENKO, N. et al. Magnetite-Based Biosensors and Molecular Logic Gates: From Magnetite Synthesis to Application. **Biosensors**, v. 13, n. 3, p. 304, 2023. <https://doi.org/10.3390/bios13030304>.

ESLAHI, Niloofar et al. Processing and properties of nanofibrous bacterial cellulose-containing polymer composites: a review of recent advances for biomedical applications. **Polymer Reviews**, v. 60, n. 1, p. 144, 2020. <https://doi.org/10.1080/15583724.2019.1663210>.

EOM, T. H. et al. Effect on the Formation of Fe₃O₄ with Ferrous Sulfate/Ferric Sulfate Molar Ratio and Precipitants. **Journal of the Korean Magnetics Society**, v. 21, n. 5, p. 157, 2011. <https://doi.org/10.4283/JKMS.2011.21.5.157>.

FAN, M. et al. Sustainable bacterial cellulose reinforced carbon nanotube buckypaper and its multifunctionality for electromagnetic interference shielding, Joule heating and humidity sensing. **Chemical Engineering Journal**, v. 441, p. 136103, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2022.136103>

FERNANDES, I. A. A. et al. Bacterial cellulose: From production optimization to new applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 164, p. 2598, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.07.255>.

FONTANIVE, V. C. P. et al. Aspectos físicos e biológicos de nanopartículas de ferritas magnéticas. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**, v. 35, n. 4, 2014.

FRANCISQUINI, E.; SCHOENMAKER, J.; SOUZA, J. A. Nanopartículas Magnéticas e suas Aplicações. In: ALVES, Wendel Andrade. **Química Supramolecular e Nanotecnologia**. Brasil: Atheneu, 2014. Cap. 14. p. 269-289.

GALDINO, C. J. S. et al. Evaluation of the potential of bacterial cellulose in the treatment of oily waters. **Chemical Engineering Transactions**, v. 74, p. 313–318, 2019. <https://doi.org/10.3303/CET1974053>.

GALDINO JR, C. J. S. et al. Use of a bacterial cellulose filter for the removal of oil from wastewater. **Process Biochemistry**, v. 91, p. 288, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2019.12.020>

GALLAND, S. et al. Cellulose nanofibers decorated with magnetic nanoparticles—synthesis, structure and use in magnetized high toughness membranes for a prototype loudspeaker. **Journal of Materials Chemistry C**, v. 1, n. 47, p. 7963-7972, 2013. <http://doi.org/10.1039/C3TC31748J>.

GANAPATHE, L. S. et al. Magnetite (Fe₃O₄) nanoparticles in biomedical application: From synthesis to surface functionalisation. **Magnetochemistry**, v. 6, n. 4, p. 68, 2020. <https://doi.org/10.3390/magnetochemistry6040068>.

GAVILÁN, H. et al. How size, shape and assembly of magnetic nanoparticles give rise to different hyperthermia scenarios. **Nanoscale**, v. 13, n. 37, p. 15631-15646, 2021. <http://doi.org/10.1039/D1NR03484G>.

GEHRING, A. U. et al. High temperature stability of natural maghemite: a magnetic and spectroscopic study. **Geophysical Journal International**, v. 179, n. 3, p. 1361, 2009. <https://doi.org/10.1111/j.1365-246X.2009.04348.x>

GIRARDET, T. et al. Spinel magnetic iron oxide nanoparticles: properties, synthesis and washing methods. **Applied Sciences**, v. 12, n. 16, p. 8127, 2022. <https://doi.org/10.3390/app12168127>.

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

GOSS, C. J. Saturation magnetisation, coercivity and lattice parameter changes in the system Fe₃O₄-γFe₂O₃, and their relationship to structure. **Physics and Chemistry of Minerals**, v. 16, n. 2, p. 164-171, 1988. <https://doi.org/10.1007/BF00203200>.

GUAN, Q. F. et al. Growing bacterial cellulose-based sustainable functional bulk nanocomposites by biosynthesis: recent advances and perspectives. **Accounts of Materials Research**, v. 3, n. 6, p. 608, 2022. <https://doi.org/10.1021/accountsmr.2c00028>.

GUAN, F.; GUO, Chuan Fei. Flexible, high-strength, and porous nano-nano composites based on bacterial cellulose for wearable electronics: A review. **Soft Sci**, v. 1, p. 1-22, 2021. <https://dx.doi.org/10.20517/ss.2021.19>

GUIMARÃES, A. P.; OLIVEIRA, I. S. **Magnetismo e ressonância magnética em sólidos**. São Paulo: Editora da Universidade de São Paulo, p. 22, 2009.

GUTIERREZ, F. V. et al. The effect of temperature on the synthesis of magnetite nanoparticles by the coprecipitation method. **Heliyon**, v. 10, n. 4, 2024. <http://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e25781>.

HAJALILOU, A.; TAVAKOLI, M.; PARVINI, E. **Introduction to Magnetic Materials**. Willey 2023.

HALLIDAY, D.; RESNICK, R.; WALKER, J. **Fundamentals of physics**. John Wiley ; Sons, Nova Jersey 2013.

HAO, Y.; CAMLEY, R. E.; CELINSKI, Z. Influence of magnetic external field and particle size on the formation of a single domain state. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 589, p. 171523, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2023.171523>.

HEBEISH, A. et al. Advancement in conductive cotton fabrics through in situ polymerization of polypyrrole-nanocellulose composites. **Carbohydrate polymers**, v. 151, p. 96, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.05.054>

HESTRIN, S.; SCHRAMM, M. Synthesis of cellulose by *Acetobacterxylinum*: II. Preparation of freeze - dried cells capable of polymerized glucose to cellulose. **Biochem.J.** v. 58, p. 345–352, 1954. <http://doi.org/10.1042/bj0580345>.

HOUBI, A. et al. Microwave absorbing properties of ferrites and their composites: A review. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 529, p. 167839, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2021.167839>.

HU, W. et al. Functionalized bacterial cellulose derivatives and nanocomposites. **Carbohydrate polymers**, v. 101, p. 1043, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.09.102>.

HUNGUND, B. S.; GUPTA, S. G. Improved production of bacterial cellulose from *Gluconacetobacter persimmonis* GH-2. **J. Microb. Biochem. Technol.** v. 2, p. 127, 2010.

HUSSAIN, Z. et al. Production of bacterial cellulose from industrial wastes: a review. **Cellulose**, v. 26, p. 2895, 2019. <https://doi.org/10.1007/s10570-019-02307-1>

IGUCHI, M.; YAMANAKA, S.; BUDHIONO, A. Bacterial cellulose - a masterpiece of nature's arts. **Journal of Materials Science**, v. 35, n. 2, p. 261, 2000. <http://doi.org/10.1023/A:1004775229149>.

JABBARI, F.; BABAEIPOUR, V. Bacterial cellulose as a potential biopolymer for wound care. A review. **International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials**, v. 73, n. 6, p. 455, 2023. <https://doi.org/10.1080/00914037.2023.2167080>.

JIA, F. et al. Asymmetric c-MWCNT/AgNWs/PANFs hybrid film constructed by tailoring conductive-blocks strategy for efficient EMI shielding. **Carbon**, v. 217, p. 118600, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2023.118600>

JIANG, W. et al. Effect of sodium oleate as a buffer on the synthesis of superparamagnetic magnetite colloids. **Journal of colloid and interface science**, v. 347, n. 1, p. 1, 2010. <http://doi.org/10.1016/j.jcis.2010.02.055>.

JIN, Z. Analysis of electromagnetic wave applications and development. **Highlights in Science, Engineering and Technology**, v. 68, p. 172, 2023. <https://doi.org/10.54097/hset.v68i.12061>.

KALSKA-SZOSTKO, B. et al. Thermal treatment of magnetite nanoparticles. **Beilstein journal of nanotechnology**, v. 6, n. 1, p. 1385-1396, 2015. <https://doi.org/10.3762/bjnano.6.143>.

KAMIDE, K.; SAITO, M. Cellulose and Cellulose Derivatives : Recent Advances in Physical Chemistry. **Advances in Polymer Science**, v. 83, 1987. <http://doi.org/10.1007/BFb0023331>.

KHANAM, J. *et al.* Synthesis of nano-sized magnetic iron oxide by a simple and facile co-precipitation method. **Bangladesh Journal of Scientific and Industrial Research**, v. 57, n. 2, p. 67-76, 2022. I: <https://doi.org/10.3329/bjsir.v57i2.60402>.

KHANDELWAL, M.; WINDLE, A. H.; HESSLER, N. In situ tunability of bacteria produced cellulose by additives in the culture media. **Journal of Materials Science**, v. 51, p. 4839-4844, 2016. <https://doi.org/10.1007/s10853-016-9783-0>.

KINEBUCHI, I.; KYONO, A. Study on magnetite oxidation using synchrotron X-ray diffraction and X-ray absorption spectroscopy: Vacancy ordering transition in maghemite (γ -Fe₂O₃). **Journal of Mineralogical and Petrological Sciences**, v. 116, n. 4, p. 211-219, 2021. <https://doi.org/10.2465/jmps.210304>.

KUMAR, A.; SOOD, A.; HAN, S. S. Potential of magnetic nano cellulose in biomedical applications: Recent Advances. **Biomaterials and Polymers Horizon**, v. 1, n. 1, p. 32, 2022. <https://doi.org/10.37819/bph.001.01.0133>.

KONDAWAR, S. B.; MODAK, P. R. Theory of EMI shielding. In: **Materials for potential emi shielding applications**. Elsevier, 2020. p. 9-25. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-817590-3.00002-6>

KUROSUMI, A. et al. Utilization of various fruit juices as carbon source for production of bacterial cellulose by *Acetobacter xylinum* NBRC 13693. **Carbohydrate Polymers**, v. 76, n. 2, p. 333, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2008.11.009>.]

LAUTERBACH, T. What Are Electromagnetic Waves?. In: **Radio Astronomy: Small Radio Telescopes: Basics, Technology, and Observations**. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2022. p. 11-23. <https://doi.org/10.1007/978-3-658-36035-1>.

LI, J. et al. Conductive fabrics based on carbon nanotube/Ti₃C₂Tx MXene/polyaniline/liquid metal quaternary composites with improved performance of EMI shielding and joule heating. **Composites Communications**, v. 38, p. 101476, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.coco.2022.101476>.

LI, Y. et al. Carbon fabric composites with NiCo compounds: Structure evolution and EMI shielding performance. **Applied Surface Science**, v. 627, p. 157275, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2023.157275>.

LI, Z. et al. Mechanism and kinetics of magnetite oxidation under hydrothermal conditions. **RSC advances**, v. 9, n. 58, p. 33633-33642, 2019. <http://doi.org/10.1039/C9RA03234G>.

LIU, W. et al. Bacterial cellulose-based composite scaffolds for biomedical applications: a review. **ACS Sustainable Chemistry ; Engineering**, v. 8, n. 20, p. 7536, 2020. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.0c00125>.

LUO, M. et al. Current sensor based on an integrated micro-ring resonator and superparamagnetic nanoparticles. **Optics Express**, v. 28, n. 4, p. 5684, 2020. <https://doi.org/10.1364/OE.386493>

LUO, S. et al. Reinforcing and toughening bacterial cellulose/MXene films assisted by interfacial multiple cross-linking for electromagnetic interference shielding and photothermal response. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 652, p. 1645., 2023. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2023.08.177>.

LV, Q. et al. 3D Printing of Periodic Porous Metamaterials for Tunable Electromagnetic Shielding Across Broad Frequencies. **Nano-Micro Letters**, v. 16, n. 1, p. 279, 2024. <https://doi.org/10.1007/s40820-024-01502-5>.

LYND, L. R. et al. Microbial Cellulose Utilization: Fundamentals and Biotechnology. **Microbiology and Molecular Biology Reviews**, v. 66, n. 3, 2002. <https://doi.org/10.1128/mnbr.66.3.506-577.2002>.

MANIMARAN, P. et al. Characterization of natural cellulosic fibers from Nendran Banana Peduncle plants. **International journal of biological macromolecules**, v. 162, n.1, p. 1807, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.08.111>.

MARUTHUPANDY, M. et al. Dual-role of graphene/bacterial cellulose/magnetite nanocomposites as highly effective antibacterial agent and visible-light-driven photocatalyst. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 9, n. 5, p. 106014, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.106014>.

MASCOLO, M.C.; PEI, Y.; RING, T. A. Room temperature coprecipitation synthesis of magnetite nanoparticles in a large pH window with different bases. **Materials**, v. 6, p. 5549, 2013. <https://doi.org/10.3390/ma6125549>.

MATHUR, P.; RAMAN, S. Electromagnetic interference (EMI): measurement and reduction techniques. **Journal of Electronic Materials**, v. 49, p. 2975-2998, 2020. <https://doi.org/10.1007/s11664-020-07979-1>

MAULANA, J.; SURYANTO, H.; AMINNUDIN, A. Effect of graphene addition on bacterial cellulose-based nanocomposite. **Journal of Mechanical Engineering Science and Technology (JMEST)**, v. 6, n. 2, p. 107, 2022. <http://doi.org/10.17977/um016v6i22022p107>.

MEI, N. et al. Research on shielding effectiveness calculation method of electromagnetic shielding materials. **Solid State Phenomena**, v. 304, p. 137, 2020. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.304.137>

MENCHACA-NAL, S. et al. Composite magnetic properties of cobalt ferrite nanoparticles embedded in bacterial nanocellulose of different porosity levels. **Materials Chemistry and Physics**, v. 303, p. 127798, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2023.127798>.

MEDEIROS, A. D. L. M. et al. Oily wastewater treatment: methods, challenges, and trends. **Processes**, v. 10, n. 4, p. 743, 2022. <https://doi.org/10.3390/pr10040743>.

MÉNDEZ-LORANCA, E. et al. Beyond cellulose extraction: Recovery of phytochemicals and contaminants to revalorize agricultural waste. **Bioresource Technology Reports**, v. 21, p. 101339, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.biteb.2023.101339>.

MIKHAILIDI, A. et al. Cellulose-Based Metallogels—Part 3: Multifunctional Materials. **Gels**, v. 9, n. 11, p. 878, 2023. <https://doi.org/10.3390/gels9110878>.

MIRA-CUENCA, C. et al. Patterning Bacterial Cellulose Films with Iron Oxide Nanoparticles and Magnetic Resonance Imaging Monitoring. **ACS Applied Polymer Materials**, v. 3, n. 10, p. 4959, 2021. <https://doi.org/10.1021/acsapm.1c00723>.

MOON, R. J. et al. Cellulose nanomaterials review: structure, properties and nanocomposites. **Chem. Soc. Ver.**, v. 40, n. 7, p. 1-54, 2011. <https://doi.org/10.1039/C0CS00108B>.

NAN, Z. et al. Flexible nanocomposite conductors for electromagnetic interference shielding. **Nano-Micro Letters**, v. 15, n. 1, p. 172, 2023. <https://doi.org/10.1007/s40820-023-01122-5>.

NIRANJANA, J. S.; ABRAHAM, A.; BUSHIRI, M. Junaid. Hybrid rGO/Fe₃O₄ magnetic nanocomposite for anionic and cationic dye removal application. **Diamond and Related Materials**, v. 147, p. 111312, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2024.111312>

NARANG, S. B.; PUBBY, K. Nickel spinel ferrites: a review. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 519, p. 167163, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.167163>.

NARAYANASWAMY, V. et al. Role of magnetite nanoparticles size and concentration on hyperthermia under various field frequencies and strengths. **Molecules**, v. 26, n. 4, p. 796, 2021. <https://doi.org/10.3390/molecules26040796>.

NASCIMENTO, H. A. et al. Influence of gamma irradiation on the properties of bacterial cellulose produced with concord grape and red cabbage extracts. **Current Research in Biotechnology**, v. 4, p. 119, 2022. <http://doi.org/10.1016/j.crbiot.2022.02.001>.

NICULESCU, A. G.; CHIRCOV, C.; GRUMEZESCU, A. M. Magnetite nanoparticles: Synthesis methods—A comparative review. **Methods**, v. 199, p. 16, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.ymeth.2021.04.018>.

NYPELÖ, T. Magnetic Cellulose: Does Extending Cellulose Versatility With Magnetic Functionality Facilitate Its Use In Devices?. **J. Mater. Chem. C**, v. 10, p. 805, 2022. <https://doi.org/10.1039/D1TC02105B>.

OKRUSCH, M. et al. Oxides and Hydroxides. Mineralogy: An Introduction to Minerals, Rocks, and Mineral Deposits In: **Mineralogy. Springer Textbooks in Earth Sciences, Geography and Environment**. Heidelberg: Springer. p. 111-126, 2020. https://doi.org/10.1007/978-3-662-57316-7_7.

OLIVEIRA, L. C. A.; FABRIS, J. D.; PEREIRA, M. C. Óxidos de ferro e suas aplicações em processos catalíticos: uma revisão. **Química Nova**, v. 36, p. 123, 2013. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422013000100022>.

OLSSON, R. T. et al. Making flexible magnetic aerogels and stiff magnetic nanopaper using cellulose nanofibrils as templates. **Nature nanotechnology**, v. 5, n. 8, p. 584-588, 2010. <https://doi.org/10.1038/nnano.2010.155>.

ORASUGH, J. T.; RAY, S. S. Functional and structural facts of effective electromagnetic interference shielding materials: a review. **ACS omega**, v. 8, n. 9, p. 8134, 2023. <https://doi.org/10.1021/acsomega.2c05815>.

PAAJANEN, A.; RINTA-PAAVOLA, A.; VAARI, J. High-temperature decomposition of amorphous and crystalline cellulose: reactive molecular simulations. **Cellulose**, v. 28, p. 8987, 2021. <https://doi.org/10.1007/s10570-021-04084-2>.

PÁEZ, M. A. et al. Insights into Agitated Bacterial Cellulose Production with Microbial Consortia and Agro-Industrial Wastes. **Fermentation**, v. 10, n. 8, p. 425, 2024. <https://doi.org/10.3390/fermentation10080425>.

PAVITHRA, C. S. et al. Nutritional properties of papaya peel. **The Pharma Innovation Journal**, v. 6, n. 7, p. 170-173, 2017.

PENG, Q. et al. MXene/bacterial cellulose/Fe₃O₄/methyltrimethoxysilane flexible film with hydrophobic for effective electromagnetic shielding. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 243, p. 125195, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.125195>.

PESIC, D. Cellulose in Nature-Versatile sources for Novel Applications: A Literature Review. **Undergraduate Research in Natural and Clinical Science and Technology Journal**, v. 5, p. 1, 2021. <https://doi.org/10.26685/urnest.200>.

PHAM, T. T.; TRAN, T. T. An. Evaluation of the crystallinity of bacterial cellulose produced from pineapple waste solution by using acetobacter xylinum. **ASEAN Engineering Journal**, v. 13, n. 2, p. 81-91, 2023. <https://doi.org/10.11113/aej.v13.18868>.

PŁOSKA, J. et al. Obtaining bacterial cellulose through selected strains of acetic acid bacteria in classical and waste media. **Applied Sciences**, v. 13, n. 11, p. 6429, 2023. <https://doi.org/10.3390/app13116429>.

PONOMAR, V. P. et al. Experimental study on oxidation of synthetic and natural magnetites monitored by magnetic measurements. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 848, p. 156374, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156374>.

PORTELA, R.; LEAL, C. R.; PEDRO, L. Minireview Bacterial cellulose : a versatile biopolymer for wound dressing applications. **Microb. Biotechnol.** v. 12, n. 4, p 586, 2019. <http://doi.org/10.1111/1751-7915.13392>.

POPA, L. et al. Bacterial cellulose—a remarkable polymer as a source for biomaterials tailoring. **Materials**, v. 15, n. 3, p. 1054, 2022. <https://doi.org/10.3390/ma15031054>.

PU, X. et al. Absorption-dominant EMI shielding performance of multiple folded Bi₂Se₃/PVDF nanocomposite films. **Journal of Materiomics**, v. 10, n. 1, p. 27-36, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.jmat.2023.04.003>

QIAO, W. et al. Bacterial laccase immobilized on a magnetic dialdehyde cellulose without cross-linking agents for decolorization. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 632, p. 127818, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2021.127818>.

QUIJANO, L. et al. Bacterial cellulose cookbook: A systematic review on sustainable and cost-effective substrates. **Journal of bioresources and bioproducts**, v. 9, n. 4, p. 379, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.jobab.2024.05.003>.

RAHMAWATI, R. et al. Optimization of frequency and stirring rate for synthesis of magnetite (Fe₃O₄) nanoparticles by using coprecipitation-ultrasonic irradiation methods. **Procedia Engineering**, v. 170, p. 55-59, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.03.010>.

RAMÍREZ-CARMONA, M. et al. Production of Bacterial Cellulose Hydrogel and its Evaluation as a Proton Exchange Membrane. **Journal of Polymers and the Environment**, v. 31, n. 7, p. 1, 2023. <https://doi.org/10.1007/s10924-023-02759-4>.

RAYAR, A. et al. EMI shielding applications of PANI-Ferrite nanocomposite materials: A review. **Synthetic Metals**, v. 295, p. 117338, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2023.117338>

REZAZADEH, N. et al. Synthesis and characterization of a magnetic bacterial cellulose-chitosan nanocomposite and evaluation of its applicability for osteogenesis. **BioImpacts**, v. 14, n. 6, p. 30159, 2024. <http://doi.org/10.34172/bi.2024.30159>.

RIAZ, S.; BASHIR, M.; NASEEM, S. Iron oxide nanoparticles prepared by modified co-precipitation method. **IEEE transactions on magnetics**, v. 50, n. 1, p. 1-4, 2013. <https://doi.org/10.1109/TMAG.2013.2277614>

RODRIGUES, D. M. et al. A green approach to biomass residue valorization: Bacterial nanocellulose production from agro-industrial waste. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, v. 52, n. 2, p. 103036, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.bcab.2024.103036>.

ROVERA, C. et al. Enzymatic hydrolysis of bacterial cellulose for the production of nanocrystals for the food packaging industry. **Nanomaterials**, v. 10, n. 4, p. 735, 2020. <https://doi.org/10.3390/nano10040735>.

RUAN, Changshun et al. Effect of cellulose crystallinity on bacterial cellulose assembly. **Cellulose**, v. 23, p. 3417-3427, 2016. <https://doi.org/10.1007/s10570-016-1065-0>.

SABUR, A.; GAFUR, A. Crystallographic, Morphological, Magnetic, and Thermal Characterization of Superparamagnetic Magnetite Nanoparticles (Fe₃O₄) Synthesized by Chemical Coprecipitation Method and Calcined at 250° C for 4 hr. **Journal of Nanomaterials**, v. 2024, n. 1, p. 9577778, 2024. <https://doi.org/10.1155/2024/9577778>.

SALAMA, A. et al. Bacterial cellulose/cellulose imidazolium bio-hybrid membranes for in vitro and antimicrobial applications. **Journal of Functional Biomaterials**, v. 14, n. 2, p. 60, 2023. <https://doi.org/10.3390/jfb14020060>.

SALEH, A. K. et al. Paper sludge saccharification for batch and fed-batch production of bacterial cellulose decorated with magnetite for dye decolorization by experimental design. **Cellulose**, v. 30, n. 17, p. 10841, 2023. <https://doi.org/10.1007/s10570-023-05545-6>.

SALIDKUL, N. et al. Hard magnetic membrane based on bacterial cellulose–Barium ferrite nanocomposites. **Carbohydrate Polymers**, v. 264, p. 118016, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.118016>.

SALLES T. R. et al. Magnetic nanocrystalline cellulose: Azithromycin adsorption and in vitro biological activity against melanoma cells. **J. Polym. Environ.** v. 30, p. 2695–2713, 2022. <https://doi.org/10.1007/s10924-022-02388-3>.

SAMROT, Antony V. et al. A review on synthesis, characterization and potential biological applications of superparamagnetic iron oxide nanoparticles. **Current Research in Green and Sustainable Chemistry**, v. 4, p. 100042, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.crgsc.2020.100042>.

SARVANANDA, L. et al. Exploring the Versatility and Potential of Microbial Cellulose: Applications, Producers, and Sustainable Production Methods. **Journal of Microbiology ; Biotechnology**, v. 9, n. 3, 2024. <http://doi.org/10.23880/oajmb-16000301>.

SCHWERTMANN, U.; CORNELL, R. M. **Iron oxides in the laboratory: preparation and characterization**. John Wiley ; Sons, 2008.

SEKER, S. S.; SIMSEK, O. Brief Review of Biological Effects of Electromagnetic Pollution (RF and 5G Waves) on Humans, Animals, and Vegetation. **International Journal of Innovative Research in Science Engineering and Technology**, v. 11, n. 12, p. 14201-14214, 2022. <http://doi.org/10.15680/IJIRSET.2022.1112001>.

SILVA, C. J. G. et al. Bacterial cellulose biotextiles for the future of sustainable fashion: a review. **Environmental Chemistry Letters**, v. 19, p. 2967, 2021. <http://doi.org/10.1007/s10311-021-01214-x>.

SILVA, F. A. G. S. et al. Regenerated bacterial cellulose fibres. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 253, p. 127310, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.127310>.

SILVA, M. F.; PINEDA, E. A. G.; BERGAMASCO, R. Application of nanostructured iron oxides as adsorbents and photocatalysts for wastewater removal. **Química Nova**, v. 38, n. 3, p. 393, 2015. <https://doi.org/10.5935/0100-4042.20140311>.

SINGHABOOT, P.; KROEKSAKUL, P. High Performance of Bacterial Strain Isolated from Bio-Extract for Cellulose Production. **Pertanika Journal of Tropical Agricultural Science**, v. 45, n. 4, 2022. <https://doi.org/10.47836/pjtas.45.4.18>.

SINGHANIA, R. R. et al. Genetic modification for enhancing bacterial cellulose production and its applications. **Bioengineered**, v. 12, n. 1, p. 6793-6807, 2021. <https://doi.org/10.1080/21655979.2021.1968989>.

SHACKELFORD, J. F. **Introduction to Materials Science for Engineers**. 9. ed. Londres: Pearson Prentice Hall, 2022.

SHAHID, M. K.; CHOI, Y. Characterization and application of magnetite Particles, synthesized by reverse coprecipitation method in open air from mill scale. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 495, p. 165823, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.165823>.

SHARMA, A. et al. Commercial application of cellulose nano-composites - A review. **Biotechnology Reports**, v. 21, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.btre.2019.e00316>.

SHIN, S. J. et al. On the importance of the electric double layer structure in aqueous electrocatalysis. **Nature communications**, v. 13, n. 1, p. 174, 2022. <https://doi.org/10.1038/s41467-021-27909-x>.

SHRIVASTAV, P. et al. Bacterial cellulose as a potential biopolymer in biomedical applications: A state-of-the-art review. **Journal of Materials Chemistry B**, v. 10, n. 17, p. 3199, 2022. <https://doi.org/10.1039/D1TB02709C>.

SHOKROLLAHI, H. A review of the magnetic properties, synthesis methods and applications of maghemite. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 426, p. 74, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2016.11.033>.

SOUZA, T.C. et al. Magnetic Bacterial Cellulose Biopolymers: Production and Potential Applications in the Electronics Sector. **Polymers**, v. 15, n. 853, 2023-a. <https://doi.org/10.3390/polym15040853>.

SOUZA, T. C. et al. Innovation in Methods for Incorporating Magnetite into Biocellulose for Electromagnetic Interference Shielding Effectiveness Applications. **Energies**, v. 17, n. 13, p. 3202, 2024. <https://doi.org/10.3390/en17133202>.

SPAGNUOLO, L. et al. High Yield Synthesis of Cellulose Nanocrystals From Avicel by Mechano-Enzymatic Approach. **ChemistrySelect**, v. 9, n. 30, 2024. <https://doi.org/10.1002/slct.202401511>.

SPALDIN, Nicola A. **Magnetic materials: fundamentals and applications**. Cambridge university press, 2 ed. 2012.

SPEROTTO, G. et al. A review of culture media for bacterial cellulose production: complex, chemically defined and minimal media modulations. **Cellulose**, v. 28, p. 2649, 2021. <https://doi.org/10.1007/s10570-021-03754-5>.

SRIPLAI, N. et al. Magnetically responsive and flexible bacterial cellulose membranes. **Carbohydrate polymers**, v. 192, p. 251, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.03.072>.

SRIPLAI, N. et al. Enhancing piezoelectric properties of bacterial cellulose films by incorporation of MnFe_2O_4 nanoparticles. **Carbohydrate polymers**, v. 231, p. 115730, 2020-a. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.115730>.

SRIPLAI, Nipaporn et al. Magnetic bacterial cellulose and carbon nanofiber aerogel by simple immersion and pyrolysis. **Journal of Materials Science**, v. 55, p. 4113-4126, 2020-b. <https://doi.org/10.1007/s10853-019-04295-w>

SRIPLAI, N.; PINITSOONTORN, S. Bacterial cellulose-based magnetic nanocomposites: A review. **Carbohydrate Polymers**, v. 254, p. 117228, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.117228>.

SURENDRA, L.; HABIBULLA, K. Evaluating the Shielding Effectiveness (SE) in the Electric Field and Magnetic Field and Plane Wave for Infinite Sheet

Metals. **Fundamental Research and Application of Physical Science**, V. 5, p.15, 2023. <https://doi.org/10.9734/bpi/fraps/v5/5351C>

SYAHIDA, A. et al. Diffraction and magnetization properties of Fe₃O₄ nanoparticle from natural iron sand in various stirring rate for potential biomedical applications. **Rasayan Journal of Chemistry**, v. 15,n. 1. 2022. <https://doi.org/10.31788/rjc.2022.1516615>.

TAHALYANI, J.; AKHTAR, M. J.; KAR, K. K. Flexible, stretchable and lightweight polyurethane and graphene nanoplatelets nanocomposite for high performance EMI shielding application. **Materials Today Communications**, v. 33, p. 104586, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.104586>.

TARRÉS, Q. et al. Magnetic bionanocomposites from cellulose nanofibers: Fast, simple and effective production method. **International journal of biological macromolecules**, v. 99, p. 29-36, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.02.072>

TORRES, F. G.; ARROYO, J. J.; TRONCOSO, O. P. Bacterial cellulose nanocomposites: An all-nano type of material. **Materials Science and Engineering: C**, v. 98, p. 1277, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2019.01.064>.

UL-ISLAM, M. et al. Production of bacterial cellulose from alternative cheap and waste resources: A step for cost reduction with positive environmental aspects. **Korean Journal of Chemical Engineering**, v. 37, p. 925, 2020. <https://doi.org/10.1007/s11814-020-0524-3>.

URBINA, Leire et al. A review of bacterial cellulose: sustainable production from agricultural waste and applications in various fields. **Cellulose**, v. 28, n. 13, p. 8229-8253, 2021. <https://doi.org/10.1007/s10570-021-04020-4>

USAWATTANAKUL, N. et al. Development of nanocomposite film comprising of Polyvinyl Alcohol (PVA) incorporated with bacterial cellulose nanocrystals and magnetite nanoparticles. **Polymers**, v. 13, n. 11, p. 1778, 2021. <https://doi.org/10.3390/polym13111778>.

VALENZUELA, R. et al. Influence of stirring velocity on the synthesis of magnetite nanoparticles (Fe₃O₄) by the co-precipitation method. **Journal of Alloys and**

Compounds, v. 488, n. 1, p. 227-231, 2009. <http://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.08.087>.

WAIDI, Y. O. et al. 3 Cellulose: biomedical and engineering applications. **Sustainable Bio-Based Composites: Biomedical and Engineering applications**, v. 20, p. 43, 2024. <https://doi.org/10.1515/9783111321530-003>.

WANG, J.; TAVAKOLI, J.; TANG, Y.. Bacterial cellulose production, properties and applications with different culture methods—A review. **Carbohydrate polymers**, v. 219, p. 63-76, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.05.008>.

WASIM, M. et al. Extraction of cellulose to progress in cellulosic nanocomposites for their potential applications in supercapacitors and energy storage devices. **Journal of Materials Science**, v. 56, n. 26, p. 14448, 2021. <http://doi.org/10.1007/s10853-021-06215-3>.

WATANABE, K. et al. Structural features and properties of bacterial cellulose produced in agitated culture. **Cellulose**, v. 5, n. 3, p. 187, 1998. <https://doi.org/10.1023/A:1009272904582>.

WROBLEWSKI, C. et al. High yield synthesis and application of magnetite nanoparticles (Fe₃O₄). **Magnetochemistry**, v. 6, n. 2, p. 22, 2020. <https://doi.org/10.3390/magnetochemistry6020022>.

WU, Z. et al. Insights into hierarchical structure–property–application relationships of advanced bacterial cellulose materials. **Advanced Functional Materials**, v. 33, n. 12, p. 2214327, 2023. <https://doi.org/10.1002/adfm.202214327>.

XING, W. et al. Preparation and properties of multifunctional polyurethane synthetic leather nanocomposites. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 169, p. 107534, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2023.107534>

YAMATO, M.; KIMURA, T. Magnetic processing of diamagnetic materials. **Polymers**, v. 12, n. 7, p. 1491, 2020. <https://doi.org/10.3390/polym12071491>.

YANG, X. et al. Fe₃O₄ uniformly decorated reduced graphene oxide aerogel for epoxy nanocomposites with high EMI shielding performance. **Composites Communications**, v. 36, p. 101391, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.coco.2022.101391>.

YANG, J.; LI, J. Self-assembled cellulose materials for biomedicine: A review. **Carbohydrate Polymers**, v. 181, n.1, p. 64, 2017. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2017.10.067>.

YANG, P. et al. Nanostructure Fe–Co–B/bacterial cellulose based carbon nanofibers: An extremely efficient electrocatalyst toward oxygen evolution reaction. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 47, n. 26, p. 12953, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2022.02.053>

YAZDANI, F.; SEDDIGH, M. Magnetite nanoparticles synthesized by co-precipitation method: The effects of various iron anions on specifications. **Materials chemistry and physics**, v. 184, p. 318, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2016.09.058>.

YINGKAMHAENG, N.; INTAPAN, I.; SUKYAI, P. Fabrication and characterisation of functionalised superparamagnetic bacterial nanocellulose using ultrasonic-assisted in situ synthesis. **Fibers and Polymers**, v. 19, p. 489-497, 2018. <https://doi.org/10.1007/s12221-018-7738-6>.

YU, C. Natural textile fibres: vegetable fibres. In **Textiles and fashion**, 1st ed. Sawston: Sinclair, R. Woodhead Publishing, 2014, p. 29-56. <https://doi.org/10.1016/B978-1-84569-931-4.00002-7>.

YU, H. et al. Impact of Fermentation Conditions and Purification Strategy on Bacterial Cellulose Properties: Choice of carbon source impacts crystallinity. **Johnson Matthey Technology Review**, v. 67, n. 4, p. 458-467, 2023. <https://doi.org/10.1595/205651323x16794186402492>.

YUSOFF, A. H. M. ; SALIMI, M. N.; JAMLOS, M. F. A review: Synthetic strategy control of magnetite nanoparticles production. **Advances in nano research**, v. 6, n. 1, p. 1, 2018. <https://doi.org/10.12989/anr.2018.6.1.001>.

YOUSIF, N. A. et al. A review of structure, properties, and chemical synthesis of magnetite nanoparticles. **Journal of Applied Sciences and Nanotechnology**, v. 3, n. 2, p. 18-31, 2023. <https://doi.org/10.53293/jasn.2022.5179.1178>.

ZENG, M. et al. Origami magnetic cellulose: controlled magnetic fraction and patterning of flexible bacterial cellulose. **Journal of Materials Chemistry C**, v. 2, n. 31, p. 6312-6318, 2014. <https://doi.org/10.1039/C4TC00787E>.

ZHANG, L. et al. Preparation and properties of conductive bacterial cellulose-based graphene oxide-silver nanoparticles antibacterial dressing. **Carbohydrate Polymers**, v. 257, p. 117671, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.117671>.

ZHANG, X. et al. Uniformly aligned flexible magnetic films from bacterial nanocelluloses for fast actuating optical materials. **Nature Communications**, v. 13, n. 1, p. 5804, 2022. <https://doi.org/10.1038/s41467-022-33615-z>.

ZHANG, K. et al. EMI performance within the conductive composite foams engineered with bimodal and uniform cell structures. **The Journal of Supercritical Fluids**, v. 204, p. 106093, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2023.106093>.

ZHAO, S. et al. Density functional theory and experimental study of cellulose initial degradation stage under inert and oxidative atmosphere. **Journal of Molecular Structure**, v. 1204, p. 127543, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.molstruc.2019.127543>.

ZHENG, H. et al. Phase Transition of Magnetite Ore Fines During Oxidation Probed by In Situ High-Temperature X-Ray Diffraction. **Metallurgical and Materials Transactions B**, v. 54, n. 3, p. 1195, 2023. <https://doi.org/10.1007/s11663-023-02754-z>.

ZHONG, Chunyan. Industrial-scale production and applications of bacterial cellulose. **Frontiers in Bioengineering and Biotechnology**, v. 8, p. 605374, 2020. <https://doi.org/10.3389/fbioe.2020.605374>.

ZHOU, J. et al. Structure and magnetic properties of regenerated cellulose/Fe₃O₄ nanocomposite films. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 111, n. 5, p. 2477, 2009. <https://doi.org/10.1002/app.29236>.

ZHOU, S. et al. Synthesis of bacterial cellulose nanofibers/Ag nanoparticles: Structure, characterization and antibacterial activity. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 259, p. 129392, 2024.
<https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2024.129392> .

ZHU, H. et al. Biosynthesis of spherical Fe₃O₄/bacterial cellulose nanocomposites as adsorbents for heavy metal ions. **Carbohydrate Polymers**, v. 86, n. 4, p. 1558, 2011.
<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.06.061>.

ZHU, M. et al. Cellulose-based fibrous materials for self-powered wearable pressure sensor: A mini review. **Cellulose**, v. 30, n. 4, p. 1981, 2023.
<https://doi.org/10.1007/s10570-022-05023-5>.