

Hidrofobização da Nanocelulose Bacteriana por Deposição de Carbono Amorfo Assistida por Plasma

EVERTON DINIZ DOS SANTOS

everton.diniz@unesp.br
UNESP

ROGERIO PINTO MOTA

rogerio.mota@unesp.br
UNESP

ELISA ESPOSITO

eesposito@unifesp.br
UNIFESP

MAURO FERNANDO ORNELLAS DE MELLO FILHO

mauro.filho@aedb.br
AEDB

RAFAEL RESENDE LUCAS

rr.lucas@unesp.br
UNESP

Resumo: A nanocelulose bacteriana derivada de kombucha apresenta propriedades físico- químicas notáveis, mas sua elevada hidrofiliabilidade limita seu uso em aplicações que exigem resistência à água. Neste estudo, investigou-se a modificação superficial da nanocelulose com filmes finos de carbono amorfo e silício por meio de tratamento em plasma de baixa pressão, visando a obtenção de propriedades hidrofóbicas. As amostras foram expostas ao plasma por 30, 60 e 90 minutos, e analisadas por espectroscopia FTIR, observações macroscópicas e teste de molhabilidade. Os resultados indicaram escurecimento superficial progressivo, surgimento de regiões iridescentes e redução das bandas de O–H (~3300 cm⁻¹) e C–H (~2900 cm⁻¹), evidenciando remoção de grupos polares, desidratação e pos- sível degradação da matriz celulósica. A formação de bandas em ~1720 cm⁻¹ (C=O) e modificações na faixa de 1050–1000 cm⁻¹ sugerem oxidação superficial e deposição de silício oriundo do silicone de vedação. A análise estatística demonstrou correlação entre o tempo de exposição ao plasma e as modificações químicas, ainda que sem significância estatística formal. Conclui-se que o tratamento por plasma é uma estratégia eficaz, acessível e sustentável para funcionalizar a superfície da nanocelulose, conferindo-lhe hidrofobicidade e ampliando seu potencial em aplicações tecnológicas avançadas.

Palavras Chave: nanocelulose - bacteriana - DLC - hidrofobicidade - FTIR



1 INTRODUÇÃO

A nanocelulose tem se destacado como um biomaterial altamente promissor, em virtude de suas propriedades excepcionais, como elevada resistência mecânica, baixa densidade, biocompatibilidade e biodegradabilidade, consolidando-se como uma alternativa sustentável para uma ampla gama de aplicações biomédicas, ambientais e industriais Zhao et al. (2022). Dentre suas diferentes fontes, a nanocelulose bacteriana produzida pela *Symbiotic Culture of Bacteria and Yeast* (SCOBY), durante a fermentação do chá kombucha, é particularmente atrativa devido à sua alta pureza, organização fibrilar em escala nano- métrica e capacidade de formar biofilmes contínuos e robustos Dima et al. (2017). Essas propriedades únicas tornam a nanocelulose derivada de SCOBY especialmente adequada para aplicações como curativos, suportes para engenharia tecidual e têxteis avançados Noh et al. (2024).

Contudo, apesar de suas características mecânicas e biológicas favoráveis, a hidrofobicidade intrínseca da nanocelulose representa um obstáculo crítico à sua aplicação em cenários reais que demandam resistência à água, estabilidade dimensional e durabilidade Sun et al. (2020). Em especial, o uso da nanocelulose como alternativa biocompatível e sustentável ao couro de origem animal é severamente limitado por sua tendência à absorção de umidade, inchaço e degradação em condições ambientais úmidas Kim; Song; Kim (2021). Essa limitação configura um paradigma tecnológico fundamental que precisa ser superado para que a nanocelulose possa transcender a escala laboratorial e atingir aplicações industriais e comerciais.

Para enfrentar esse desafio, investigamos a funcionalização superficial da nanocelulose com filmes finos de carbono amorfo nanoestruturado, em especial o carbono tipo diamante (DLC – *Diamond-Like Carbon*). O DLC é uma forma metaestável de carbono, composta por hibridizações sp^2 e sp^3 , que combina alta dureza, inércia química, transparência óptica e molhabilidade ajustável Wiseman et al. (2024). Quando depositado como filme conformacional sobre a nanocelulose, o DLC pode conferir hidrofobicidade, maior estabilidade mecânica e resistência química, sem comprometer significativamente as propriedades estruturais do biopolímero base Smith Doe (2023).

Neste estudo, relatamos a fabricação, caracterização físico-química e avaliação funcional de nanocelulose derivada de SCOBY modificados com revestimento de DLC, aplicados por técnicas de deposição assistida por plasma em baixa pressão. Demonstramos que essa modificação promove uma alteração significativa da molhabilidade superficial e da resistência à água, aproximando a nanocelulose de um desempenho comparável ao de materiais hidrofóbicos convencionais, como o couro. Nossos achados contribuem para o avanço da engenharia de materiais bioinspirados, ao integrar sustentabilidade e engenharia de superfície avançada, superando um dos principais entraves à aplicação translacional da nanocelulose.

2 METODOLOGIA

A nanocelulose utilizada neste estudo foi obtida a partir da fermentação de chá preto com uma colônia simbiótica de bactérias e leveduras (SCOBY), oriunda de cultivo de Kombucha. Após um período de crescimento de 10 dias, o biofilme celulósico formado foi lavado com água destilada, tratado com solução de hidróxido de sódio (NaOH) $0,5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ a 80°C por 2 horas para remoção de impurezas orgânicas e, em seguida, neutralizado com ácido acético diluído. A celulose purificada foi então seca em estufa a 50°C por 24 horas e cortada em quadrados com arestas de aproximadamente 2 cm e espessura de 0,5 mm.

As amostras foram submetidas a tratamento em uma câmara de plasma de baixa pressão customizada, composta por um corpo anódico cilíndrico em alumínio com 200 mm de diâmetro,



vedado por flanges de vidro temperado. No interior da câmara, foi posicionado um disco central de alumínio com 170 mm de diâmetro e 2 mm de espessura, fixado de forma centralizada na flange de vidro por meio de silicone resistente a altas temperaturas. As amostras de nanocelulose foram dispostas sobre esse disco, cuja vedação entre o ânodo e as flanges foi reforçada com uma camada de silicone de 3 mm.

Após o fechamento hermético da câmara, iniciou-se o bombeamento com uma bomba de vácuo de paletas rotativas até atingir uma pressão estável de aproximadamente 10 mbar. O plasma foi então gerado por descarga elétrica direta (DC) pulsada, com frequência de 60 Hz e tensão fixa de 540 V, utilizando o ar residual da câmara como gás de processo. As amostras foram expostas ao plasma por três diferentes intervalos de tempo: 30, 60 e 90 minutos.

Posteriormente, as amostras foram analisadas por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), utilizando um espectrofotômetro VERTEX 70 (BRU- KER), equipado com fonte de laser HeNe (emissor na faixa do infravermelho médio) e detector DLaTGS. As medições foram realizadas na faixa espectral de 4000 a 650 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} e 32 varreduras por amostra, no modo ATR (attenuated total reflectance), sem necessidade de preparação adicional.

Para a análise quantitativa, foram extraídos os valores médios de transmitância nas principais bandas espectrais (~ 3300 , ~ 2900 , ~ 1720 , ~ 1050 e $\sim 850 \text{ cm}^{-1}$), correspondentes aos diferentes tempos de exposição ao plasma. Os dados obtidos foram submetidos à análise estatística descritiva, seguida pelo cálculo do coeficiente de correlação de Pearson (r) entre o tempo de exposição e a transmitância relativa de cada banda. A significância estatística foi avaliada por meio do teste t para correlação linear, adotando-se um nível de significância de 5% ($p < 0,05$). Os respectivos valores de t -statistic e p -value foram calculados utilizando o software Microsoft Excel 365.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 ilustra o aspecto visual das amostras de nanocelulose bacteriana derivadas da Kombucha, bem como do cátodo de aço inoxidável, antes e após os tratamentos por plasma, com tempos de exposição de 0 (controle), 30, 60 e 90 minutos. A observação macroscópica revela alterações graduais na coloração e na opacidade das amostras, evidenciando modificações físicas induzidas pelo processo de plasma e sugerindo a formação progressiva de recobrimentos superficiais.

A amostra controle apresenta uma aparência translúcida, esbranquiçada e homogênea, típica da celulose pura e hidratada. Após 30 minutos de exposição ao plasma, nota-se o início de escurecimento superficial, com leve tonalidade acinzentada. Aos 60 minutos, o material apresenta escurecimento mais intenso, sugerindo a formação parcial de um filme fino de carbono amorfo sobre a superfície. Aos 90 minutos, observa-se uma coloração escura uniforme, acompanhada por regiões iridescentes, mais evidentes no cátodo metálico da câmara (aço inoxidável), que esteve submetido às mesmas condições de tratamento. Resultados semelhantes foram descritos por Tanaka et al (2023), ao investigarem a deposição de filmes de carbono tipo diamante (DLC) sobre polímeros por meio de plasma de metano, o que reforça a interpretação de que o escurecimento da celulose pode ser indicativo da formação de um filme nanoestruturado de carbono amorfo sobre sua superfície.

Observou-se também a presença de regiões iridescentes no cátodo, compatíveis com depósitos de óxidos de silício (SiO_x), é indicativa da degradação do silicone de vedação induzida pelo plasma. Esse fenômeno óptico ocorre devido à interferência de luz nas múltiplas reflexões entre as interfaces do filme fino, cuja espessura e índice de refração determinam as cores



percebidas, variando conforme o ângulo de observação. Estudos de Wang et al. (2023), Alhajji (2016) demonstram que filmes de SiO com espessuras na faixa de 200 a 400 nm exibem iridescência pronunciada devido a esse mecanismo de interferência óptica .

No contexto do reator utilizado, o silicone empregado tanto na vedação quanto como fonte de carbono e silício pode sofrer degradação sob a ação do plasma, liberando espécies voláteis que se depositam nas superfícies internas, incluindo o cátodo metálico. Essa deposição resulta na formação de filmes finos de SiOx, responsáveis pela iridescência observada.

A presença de uma camada interfacial de silício é benéfica para a adesão de filmes de carbono tipo diamante (DLC) em substratos metálicos, como o aço inoxidável. Estudos de Wang et al. (2009) indicam que a introdução de intercaminadas de silício, utilizando precursores como o hexametildisiloxano (HMDSO), melhora significativamente a adesão dos filmes de DLC, que normalmente apresentam baixa aderência a substratos metálicos devido a diferenças nas propriedades térmicas e mecânicas . O HMDSO é um precursor amplamente utilizado em processos de deposição assistida por plasma, devido à sua alta concentração de silício disponível para formação de filmes finos. Embora apresente maior proporção de silício livre em comparação ao silicone, o HMDSO possui custo elevado e apresenta riscos ocupacionais à saúde, o que o torna menos atrativo para os objetivos deste estudo, que prioriza fontes acessíveis e seguras, como o silicone.

Ainda que as amostras de nanocelulose não exibam visualmente o mesmo padrão iridescente que o catodo, é razoável inferir que também tenham recebido deposição superficial de silício amorfo Lee e al (2003). Partindo desta premissa, e com base na literatura apresentada, a presença de silício pode ter favorecido a adesão de carbono sobre a nanocelulose derivada de kombucha(Fig.1).

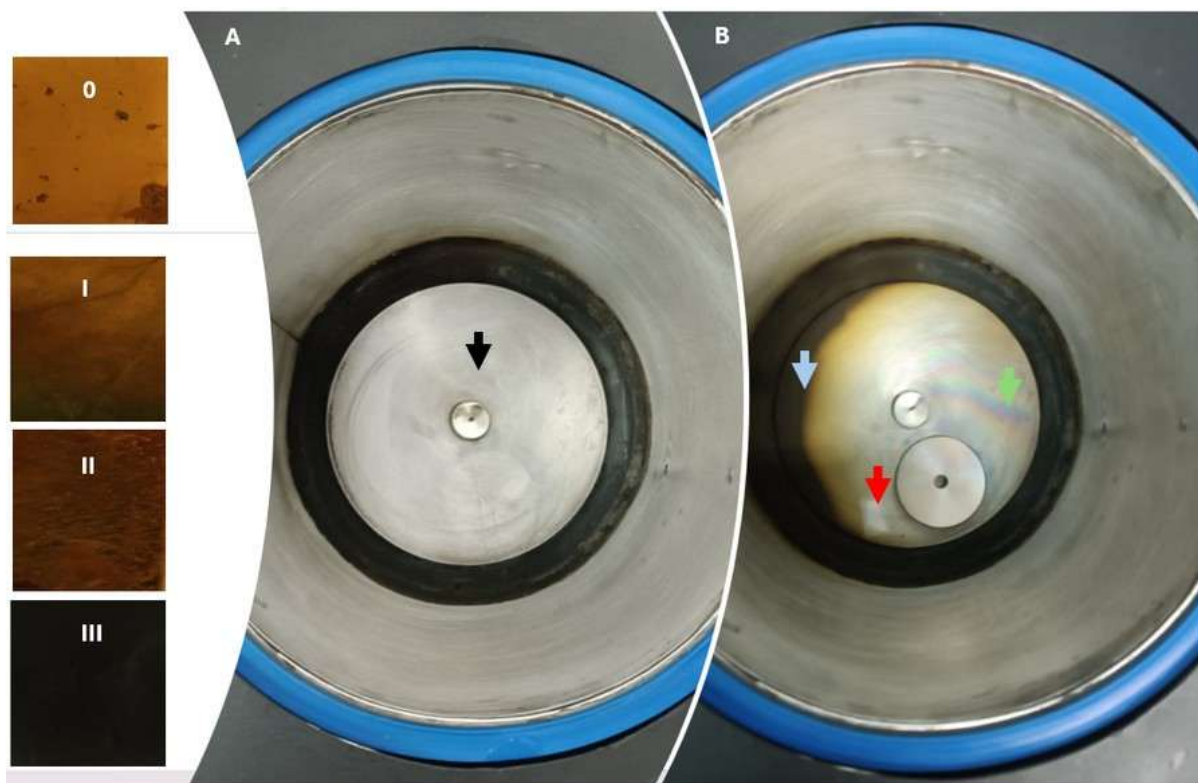
Figura 1 – Aspecto visual do cátodo de aço inoxidável e das amostras de nanocelulose bacteriana derivada de kombucha antes e após tratamento por plasma.

À esquerda, imagens macroscópicas das amostras de nanocelulose bacteriana:

- (0) Controle (0 min);
- 30 min de plasma;
- 60 min de plasma;
- 90 min de plasma.

Painel A: Cátodo limpo antes do tratamento (seta preta).

Painel B: Cátodo após 90 minutos de plasma, evidenciando: região escurecida sugestiva de filme carbonoso (seta azul), área iridescente compatível com filme fino de óxidos de silício – SiO_x (seta verde) e zona sem revestimento (seta vermelha), correspondente à posição da amostra de nanocelulose durante o tratamento.



Fonte: Elaborado pelos autores

O espectro obtido por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) para o grupo controle — referente à nanocelulose analisada antes do tratamento por plasma — apresenta bandas características da celulose nativa, sem indícios espectroscópicos de degradação ou modificação estrutural. A elevada transmitância global observada reforça a preservação da integridade da matriz polimérica neste estágio inicial. Esse dado é relevante no contexto do presente estudo, pois permite atribuir eventuais alterações estruturais ou superficiais observadas nas amostras tratadas diretamente aos efeitos do plasma e à possível deposição de espécies derivadas da degradação do silicone, como apresentado nos próximos resultados (Fig.2).

Figura 2 – Espectros de FTIR da celulose antes do tratamento a plasma (Grupo controle).



Fonte: Elaborado pelos autores

Entre as principais bandas, destaca-se a absorção em torno de 3330 cm^{-1} , atribuída ao estiramento das ligações O–H, indicativa da presença de ligações de hidrogênio intra e intercadeia. Os estudos de Lee e Kubicki (2015), demonstram que as bandas na região de $3200\text{--}3500\text{ cm}^{-1}$ correspondem às vibrações de estiramento dos grupos hidroxila envolvidos em ligações de hidrogênio na estrutura da celulose. Especificamente, a banda em torno de 3330 cm^{-1} é atribuída às ligações de hidrogênio intra e intercadeia, refletindo a complexa rede de interações que estabiliza a estrutura cristalina da celulose. Além disso, os estudos de Kim et al. (2025) indicam que a posição e a intensidade dessas bandas podem variar dependendo da morfologia cristalina da celulose ($I\alpha$ ou $I\beta$) e do grau de hidratação, influenciando as características das ligações de hidrogênio presentes.

Outra banda notável no espectro obtido foi observada na região de $\sim 2900\text{ cm}^{-1}$. De acordo com o estudo de Zhang et al. (2025), essa banda está relacionada ao estiramento das ligações C–H presentes em grupos metila e metileno da estrutura da celulose. Já a absorção em torno de $\sim 1630\text{ cm}^{-1}$ é atribuída à vibração de deformação da água fisicamente adsorvida na matriz polimérica. Já a absorção em torno de $\sim 1630\text{ cm}^{-1}$ é atribuída à vibração de deformação angular (bending) da água fisicamente adsorvida na matriz polimérica. Esse comportamento espectroscópico é reconhecido há mais de três décadas, conforme discutido por Susko e Scheiner (1990), que atribuíram a banda em $\sim 1630\text{ cm}^{-1}$ à presença de água interlamelar em flóculos metálicos. No referido estudo, observou-se que a intensidade dessa banda diminuía progressivamente à medida que o material era desidratado durante o



processo de floculação, sendo, portanto, um indicador confiável da presença de umidade superficial.

Também foram observadas as bandas localizadas entre 1425 cm^{-1} e 1370 cm^{-1} na celulose, e isto corresponde, de acordo com a literatura, às deformações dos grupos CH e CH₂, respectivamente Zghari et al.(2018). Já a região entre 1160 cm^{-1} e 1050 cm^{-1} apresenta estiramentos das ligações C–O–C e C–O, típicas das unidades glicosídicas que compõem a estrutura da celulose Zhang et al. (2023).

Esses resultados demonstram que, antes do tratamento por plasma, a estrutura molecular da nanocelulose bacteriana permaneceu intacta, sem sinais de fragmentação ou oxidação. O espectro do grupo controle, portanto, representa a condição basal do material e serve como referência espectral fundamental para a avaliação comparativa dos efeitos induzidos nos grupos experimentais.

As amostras de nanocelulose bacteriana derivadas do cultivo de Kombucha foram submetidas a tratamento em uma câmara de plasma de baixa pressão ($\sim 10\text{ mbar}$), utilizando ar ambiente como gás de processo e tensão aplicada de 540 V , com pulsos de 60 Hz .

As amostras foram posicionadas sobre um cátodo de alumínio, que foi submetido a bombardeamento iônico intenso por períodos de 30, 60 e 90 minutos. A vedação da câmara foi realizada com silicone de cura acética, o qual, sob a ação do plasma, sofreu degradação parcial, liberando espécies voláteis contendo carbono e silício.

A análise por FTIR revelou modificações químicas progressivas na superfície da nanocelulose ao longo do tempo de exposição ao plasma. Observou-se uma redução

expressiva da banda de estiramento das hidroxilas ($\sim 3300\text{ cm}^{-1}$), indicando remoção de grupos polares e desidratação superficial, conforme também descrito por Zywicka et al. (2023) em estudo com celulose bacteriana tratada a plasma.

Paralelamente, foi detectada a atenuação da banda em $\sim 2900\text{ cm}^{-1}$, atribuída ao estiramento das ligações C–H alifáticas, sugerindo degradação parcial das cadeias celulósicas — um comportamento também relatado no mesmo estudo. O surgimento de uma nova banda em $\sim 1720\text{ cm}^{-1}$, compatível com vibrações de grupos carbonila (C=O), é indicativo de oxidação superficial induzida pelo plasma, resultado coerente com modificações químicas observadas na literatura recente.

Além disso, a região entre 1050 e 1000 cm^{-1} , originalmente associada aos estiramentos das ligações C–O–C das unidades glicosídicas da celulose, apresentou alterações marcantes em forma e intensidade, possivelmente devido à sobreposição com bandas vibracionais de ligações Si–O–Si. Esta hipótese é sustentada por estudos que demonstram a incorporação de fragmentos ricos em silício a partir da degradação de silicones durante exposição a plasma, como indicado por Hospodarova, Singovszka e Stevulova (2018).

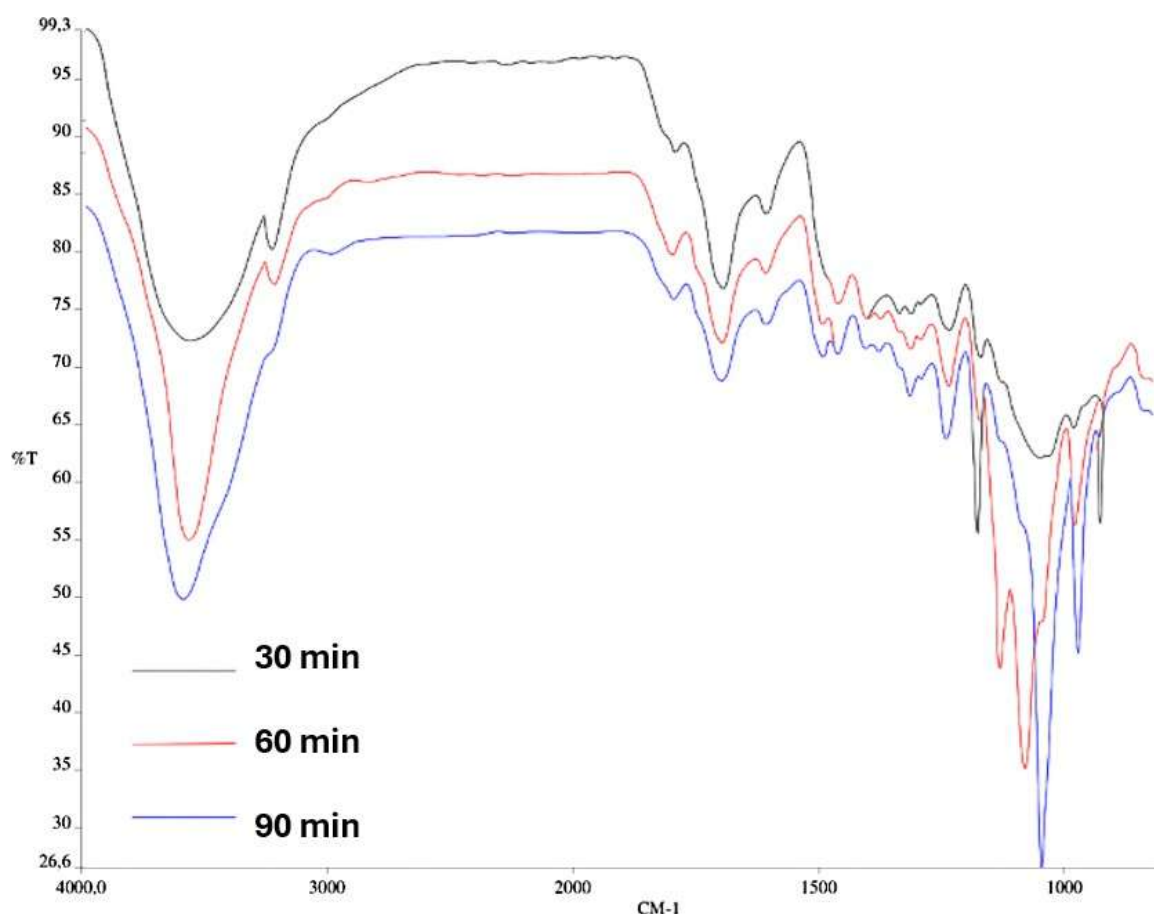
Esses achados espectroscópicos (Fig.3) são coerentes com as observações visuais realizadas nas amostras tratadas, que exibiram filmes negros (indicativos de carbono amorfo) e regiões iridescentes compostas por óxidos de silício – SiO₂, conforme consolidado na Tabela 1.

Tabela 1 – Quadro comparativo das bandas do FTIR observadas nas amostras, com interpretação físico-química

Faixa (cm ⁻¹)	Atribuição Vibracional	Comportamento com o tempo de plasma	Interpretação
~3300	Estiramento de O–H (hidroxilas, água)	Diminui com o tempo	Remoção de OH, desidratação, perda de polaridade
~2900	Estiramento de C–H (alifáticos)	Redução progressiva	Degradação térmica/plasmática de cadeias celulósicas
~1720	Estiramento de C=O (carbonilas)	Leve surgimento	Oxidação leve, formação de grupos ácidos superficiais
~1600	Deformação de H–O–H / ligações C=C	Permanece/muda com tempo	Presença de água residual ou rearranjos da cadeia
1050–100 / Si–O	Estiramento C–O–C (celulose) 0	Alteração de forma e intensidade	Sobreposição com Si–O–Si devido à deposição de silicone
<900	Região da impressão digital	Modulação com o tempo	Indica reorganização estrutural fina e deposição fina de silício ou carbono

Fonte: Elaborado pelos autores

Figura 3 – Espectros de FTIR da celulose após diferentes tempos de exposição a radiação de plasma.



Fonte: Elaborado pelos autores

As amostras foram processadas por 30 min (preto), 60 min (vermelho) e 90 min (azul), evidenciando modificações estruturais progressivas com o aumento do tempo de deposição.

Os espectros de FTIR revelaram uma correlação clara entre o tempo de exposição ao plasma e o grau de modificação superficial da nanocelulose. O aumento no tempo de deposição promoveu a redução progressiva das bandas associadas aos grupos hidroxila ($\sim 3300 \text{ cm}^{-1}$) e C-H alifáticos ($\sim 2900 \text{ cm}^{-1}$), indicando desidratação superficial e degradação parcial de ligações orgânicas.

Simultaneamente, o surgimento da banda em $\sim 1720 \text{ cm}^{-1}$ (C=O) e o aumento na região de $1000\text{--}1050 \text{ cm}^{-1}$ (Si-O-Si) sugerem que exposições mais prolongadas favorecem reações de oxidação e deposição de fragmentos derivados do silicone de vedação, provavelmente por sputtering ou pirólise assistida por plasma.

Esses achados evidenciam que o tempo de exposição ao plasma atua como um parâmetro de controle direto na formação do filme funcional, modulando de forma sinérgica a composição química da superfície e as propriedades de molhabilidade do substrato.

A intensidade da banda centrada em $\sim 3300 \text{ cm}^{-1}$, correspondente ao estiramento

das ligações O-H, foi utilizada como marcador espectral da presença de grupos hidroxila e, por consequência, da hidrofilicidade da nanocelulose. Foram extraídos os valores de transmitância relativa nessa banda para o grupo controle e para as amostras

tratadas com plasma por 30, 60 e 90 minutos, permitindo uma análise quantitativa do grau de despolarização induzida pelo processo.

A Tabela 2 apresenta os valores médios de transmitância (%T) nas principais bandas vibracionais da nanocelulose submetida a diferentes tempos de exposição ao plasma. Os dados quantitativos reforçam as tendências espectrais observadas nas Figuras anteriores, permitindo uma análise objetiva das modificações químicas superficiais.

Tabela 2 – Variação da transmitância média nas principais faixas espectrais com o tempo de tratamento a plasma.

Tempo (min)	~3300 cm ⁻¹ (O–H)	~2900 cm ⁻¹ (C–H)	~1720 cm ⁻¹ (C=O)	~1050 cm ⁻¹ (C–O–C / Si–O–Si)	~850 cm ⁻¹ (Fingerprint)
0	58,03	81,98	83,56	33,33	70,33
30	62,85	82,29	87,03	33,07	73,98
60	76,77	83,19	83,52	56,74	73,93
90	76,45	78,97	80,16	67,67	70,39

Fonte: Elaborado pelos autores

Observa-se um aumento progressivo da transmitância na faixa ~3300 cm⁻¹ (O–H) com o tempo de exposição ao plasma. Esse aumento indica redução da absorção nessa banda, compatível com a remoção de grupos hidroxila e desidratação superficial, promovendo uma diminuição da polaridade da superfície da nanocelulose.

A banda ~2900 cm⁻¹ (C–H), associada a grupos alifáticos, apresenta uma leve flutuação nos tempos iniciais e redução mais perceptível após 90 minutos, sugerindo degradação térmica ou plasmática de cadeias orgânicas.

A faixa ~1720 cm⁻¹ (C=O), relacionada a grupos carbonílicos, sofre um leve aumento na transmitância nos primeiros 30 minutos, o que pode indicar oxidação superficial inicial, seguido de declínio em tempos mais prolongados, possivelmente por reorganização ou eliminação desses grupos.

A faixa ~1050 cm⁻¹, associada a ligações C–O–C da celulose e a possíveis depósitos de silício (Si–O–Si), apresenta um aumento expressivo de transmitância com o tempo, refletindo a formação de uma camada fina de deposição superficial proveniente da degradação do silicone de vedação.

Já a região ~850 cm⁻¹, conhecida como “região da impressão digital”, apresentou variações pouco sistemáticas, provavelmente relacionadas a reorganizações locais da estrutura ou formação de filmes amorfs heterogêneos.

Esses dados quantitativos reforçam que os principais efeitos do plasma concentram-se na remoção de grupos hidroxila, oxidação superficial leve e deposição de novos elementos, indicando uma modificação superficial controlada da nanocelulose bacteriana.

Embora os valores de p estejam, em sua maioria, ligeiramente acima do limiar convencional de significância estatística ($p < 0,05$), os elevados coeficientes de correlação de Pearson observados — especialmente nas bandas de $\sim 3300 \text{ cm}^{-1}$ ($r = 0,945$) e $\sim 2900 \text{ cm}^{-1}$ ($r = 0,921$) — sugerem fortemente uma tendência sistemática entre o tempo de exposição ao plasma e as modificações químicas na superfície da nanocelulose.

Essa tendência é corroborada pela análise visual dos espectros de FTIR, que evidencia diminuição da absorção na faixa de $\sim 3300 \text{ cm}^{-1}$, associada à remoção de grupos hidroxila (O–H) e desidratação superficial, bem como a redução em $\sim 2900 \text{ cm}^{-1}$, compatível com a degradação parcial de cadeias alifáticas.

O surgimento da banda em $\sim 1720 \text{ cm}^{-1}$ (C=O) aponta para oxidação superficial leve, enquanto as alterações na faixa $\sim 1050 \text{ cm}^{-1}$ (C–O–C / Si–O–Si) indicam a formação de depósitos derivados da degradação do silicone de vedação. A região $\sim 850 \text{ cm}^{-1}$ (im- pressão digital) apresentou variações menos consistentes, mas que ainda podem refletir reorganizações estruturais finas.

Considerando o conjunto de dados espectroscópicos e estatísticos (Tabela 3), conclui-se que o tratamento a plasma promove modificações progressivas e tempo-dependentes na nanocelulose bacteriana, potencializando sua funcionalização hidrofóbica, mesmo que a significância estatística formal não tenha sido atingida — possivelmente devido ao número reduzido de pontos amostrais.

Tabela 3 – Statistical Summary by Spectral Band

Spectral Band (cm^{-1})	Pearson's r	t-statistic	p-value
~ 3300	0,945	4,06	0,055
~ 2900	0,921	3,47	0,073
~ 1720	0,853	2,63	0,113
~ 1050	0,771	2	0,173
~ 850	0,628	1,31	0,292

Fonte: Elaborado pelos autores

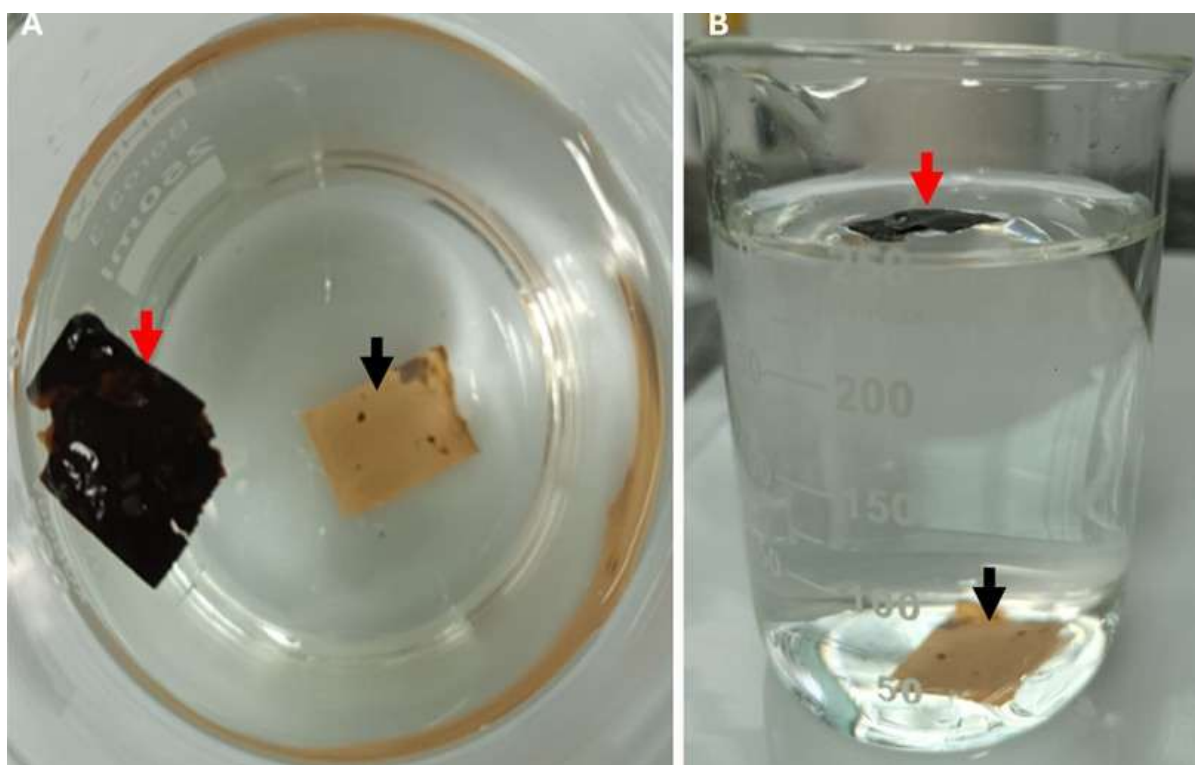
O resultado final do tratamento por plasma é a obtenção de uma superfície funcionalizada com características hidrofóbicas, decorrente da remoção de grupos polares e da formação de um filme fino contendo carbono amorfo e silício amorfo. Essa modificação na energia superficial da nanocelulose bacteriana amplia significativamente seu potencial de aplicação em áreas tecnológicas, como recobrimentos funcionais, sistemas de liberação controlada, engenharia de tecidos e materiais adsorventes de alto desempenho (Fig. 4).

Figura 4 –. Teste de molhabilidade qualitativa das amostras de nanocelulose bacteriana derivada de kombucha em água destilada, realizado em béquer de vidro.

Vista superior das amostras imersas: a amostra tratada por 90 minutos (seta vermelha) apresenta coloração escura e flutuação na superfície da água, indicando aumento da hidrofobicidade; a amostra controle (0 minuto, seta preta) permanece no fundo do béquer, demonstrando alta afinidade com a água (hidrofilicidade).

Vista lateral das mesmas amostras no interior do béquer. A flutuabilidade da amostra escurecida é atribuída à presença de recobrimento de carbono amorfo, conferindo propriedades hidrofóbicas à superfície.

Esse teste qualitativo reforça os indícios de modificação superficial da nanocelulose induzida pelo plasma, com potencial aplicação em substitutos hidrofóbicos ao couro ou tecidos impermeáveis.



Fonte: Elaborado pelos autores

4 CONCLUSÃO

Este estudo demonstrou que o tratamento por plasma de baixa pressão, utilizando ar ambiente como gás de processo, promove modificações físico-químicas significativas na superfície da nanocelulose bacteriana derivada de Kombucha. As evidências visuais e espectroscópicas apontam para a formação de um recobrimento superficial progressivo, composto por carbono amorfo e, possivelmente, silício amorfo proveniente da degradação do silicone de vedação da câmara.

A análise visual revelou uma transição perceptível na coloração das amostras, de uma aparência translúcida e homogênea para um aspecto escurecido e opaco, com evidências de deposição superficial progressiva a partir de 30 minutos de tratamento, intensificando-se aos 60 e 90 minutos. Esse comportamento foi corroborado pelos espectros de FTIR, que indicaram uma redução sistemática da banda de estiramento das hidroxilas ($\sim 3300 \text{ cm}^{-1}$) e das ligações C-H ($\sim 2900 \text{ cm}^{-1}$), apontando para a remoção de grupos polares e a desidratação da matriz celulósica.

O surgimento da banda em $\sim 1720\text{ cm}^{-1}$, associada a grupos carbonila ($\text{C}=\text{O}$), sugere a ocorrência de oxidação superficial leve. Alterações na faixa de 1050 a 1000 cm^{-1} indicam possível sobreposição entre as bandas típicas da celulose e sinais atribuíveis a ligações $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$, reforçando a hipótese de deposição de silício a partir do silicone degradado.

A análise estatística dos dados reforçou essas observações, com altos coeficientes de correlação de Pearson entre o tempo de exposição ao plasma e a variação da transmitância nas bandas espectrais, especialmente aquelas relacionadas a grupos $\text{O}-\text{H}$ e $\text{C}-\text{H}$. Apesar de os valores de p não atingirem significância estatística formal ($p < 0,05$), as tendências observadas foram consistentes e cientificamente relevantes.

Em conjunto, os resultados demonstram que a exposição controlada ao plasma é uma abordagem eficaz para a funcionalização da nanocelulose, promovendo a redução da polaridade superficial e o desenvolvimento de propriedades hidrofóbicas. Tais modificações expandem o potencial de aplicação do material em áreas como recobrimentos funcionais, engenharia de tecidos, dispositivos de liberação controlada e adsorventes inteligentes, posicionando a nanocelulose tratada como uma alternativa sustentável e tecnologicamente promissora a substratos sintéticos convencionais.

5 REFERÊNCIAS

- BUENO, A. H. S. et al.** Tribocorrosion evaluation of hydrogenated and silicon DLC coatings on carbon steel for use in valves, pistons and pumps in oil and gas industry. *Wear*, v. 394-395, p. 60-70, 2018.
- DA SILVA, C. J. G. et al.** Bacterial cellulose biotextiles for the future of sustainable fashion: a review. *Environmental Chemistry Letters*, v. 19, n. 4, p. 2967-2980, 2021.
- DUFOUR, T.** From Basics to Frontiers: A Comprehensive Review of Plasma-Modified and Plasma-Synthesized Polymer Films. *Polymers*, v. 15, p. 3607, 2023.
- FAHMA, F. et al.** Nanocellulose as a new sustainable material for various applications: a review. *Archives of Materials Science and Engineering*, v. 2, n. 109, p. 49-64, 2021.
- GAGLIARDI, T. R.; DE FARIAS NASCIMENTO, A.; VALENCIA, G. A.** Kombucha Bacterial Cellulose: A Promising Biopolymer for Advanced Food and Nonfood Applications. *Foods*, v. 14, n. 5, p. 738, 2025.
- HOSPDAROVA, V.; SINGOVSKA, E.; STEVULOVA, N.** Characterization of Cellulosic Fibers by FTIR Spectroscopy for Their Further Implementation to Building Materials. *American Journal of Analytical Chemistry*, v. 9, n. 6, p. 303-310, 2018.
- LEE, C. M. et al.** Hydrogen-Bonding Network and OH Stretch Vibration of Cellulose: Comparison of Computational Modeling with Polarized IR and SFG Spectra. *The Journal of Physical Chemistry B*, v. 119, n. 49, p. 15138-15149, 2015.
- MANDRACCI, P.; RIVOLLO, P.** Recent Advances in the Plasma-Assisted Synthesis of Silicon-Based Thin Films and Nanostructures. *Coatings*, v. 13, n. 6, p. 1075, 2023.
- SAMYN, P. et al.** Opportunities for bacterial nanocellulose in biomedical applications: Review on biosynthesis, modification and challenges. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 231, p. 123316, 2023.
- SHAH, R. et al.** DLC coatings in biomedical applications – Review on current advantages, existing challenges, and future directions. *Surface and Coatings Technology*, v. 487, p. 131006, 2024.
- SOLYMOSI, F.; BANSAGI, T.** Infrared spectroscopic study of the adsorption of isocyanic acid. *The Journal of Physical Chemistry*, v. 83, n. 4, p. 552-553, 1979.