

**APLICAÇÃO DA HEMICELULOSE COMO
SUBSTRATO FLEXÍVEL EM SENSORES
DE PRESSÃO, TEMPERATURA E
UMIDADE**

LAYSE MENDES DINIZ

TESE DE DOUTORADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS

**FACULDADE DE TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓSGRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS**

**APLICAÇÃO DA HEMICELULOSE COMO SUBSTRATO
FLEXÍVEL EM SENSORES DE PRESSÃO,
TEMPERATURA E UMIDADE**

LAYSE MENDES DINIZ

**ORIENTADOR (A): Prof^a Dr^a SANDRA MARIA DA LUZ
COORIENTADOR: Dr WLADYMYR JEFFERSON BACALHAU DE
SOUSA**

**TESE DE DOUTORADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS
BRASÍLIA/DF: MARÇO - 2024**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS**

**APLICAÇÃO DA HEMICELULOSE COMO SUBSTRATO
FLEXÍVEL EM SENSORES DE PRESSÃO, TEMPERATURA E
UMIDADE**

**TESE SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS
MECÂNICAS DA FACULDADE DE TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE
BRASÍLIA, COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA
OBTENÇÃO DO GRAU DE DOUTOR EM CIÊNCIAS MECÂNICAS.**

APROVADA POR:

**Prof^a Dr^a Sandra Maria da Luz - Universidade de Brasília (UnB).
(Orientadora)**

**Prof^a Dr^a María del Pilar Hidalgo Falla - Universidade de Brasília (UnB).
(Examinadora Interna)**

**Dr^a Albaniza Alves Tavares - Universidade Federal de Campina Grande
(UFCG)/Certbio.
(Examinadora Externa)**

**Prof^o Dr Michel Brienzo - Universidade Estadual Paulista Júlio de
Mesquita Filho (UNESP)
(Examinador Externo)**

**Prof. Dr Edgar Amaral Silveira - Universidade de Brasília (UnB).
(Examinador Interno) – suplente**

BRASÍLIA/DF, 14 de Março de 2024.

FICHA CATALOGRÁFICA

DINIZ, LAYSE

Aplicação da Hemicelulose como Substrato Flexível em Sensores de Pressão, Temperatura e Umidade.

[Distrito Federal] 2024.106p. 210x297mm (PPGCM/FT/UnB, Doutorado, Ciências Mecânicas, 2024).

Tese de Doutorado – Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia.

Programa de Pós-Graduação em Ciências Mecânicas.

1. HEMICELULOSE

2. SUBSTRATO FLEXÍVEL

3. POLÍMEROS

4. SENSOR

I.ENM/FT/Unb

II.Brasília

REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

DINIZ, L.M., Aplicação da Hemicelulose como Substrato Flexível em Sensores de Pressão, Temperatura e Umidade. Tese de Doutorado em Ciências Mecânicas. Programa de Pós-Graduação em Ciências Mecânicas, Universidade de Brasília – Faculdade de Tecnologia, Brasília, DF, 106p.

CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Layse Mendes Diniz

TÍTULO: Aplicação da Hemicelulose como Substrato Flexível em Sensores de Pressão, Temperatura e Umidade.

GRAU: Doutor ANO: 2024

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta tese de doutorado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte dessa tese de doutorado pode ser reproduzida sem autorização por escrito do autor.

Layse Mendes Diniz

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por seu imenso amor, por me sustentar, me abençoar, pelos livramentos, pela minha vida, por me dar forças para continuar.

Aos meus pais, Mônica e Luiz, por todo o amor, apoio, dedicação e incentivo.

Aos meus irmãos, Danielle e Matheus, por toda amizade, amor e carinho.

A minha orientadora, professora Sandra, pela orientação, paciência, apoio, incentivo, confiança, amizade e contribuição para o desenvolvimento deste trabalho.

Ao meu coorientador Dr Wladymyr Jefferson por todo apoio, amizade e contribuição na realização das análises e desenvolvimento deste trabalho.

Aos meus amigos e familiares por todo o carinho e incentivo.

Aos meus amigos de Pós-Graduação pelos momentos de estudo, companheirismo, descontração e amizade. Em especial, a Michaela e Linconl.

A professora Maria del Pilar pela contribuição e disponibilização de análises no Laboratório de Nanotecnologia.

A Universidade de Brasília pela oportunidade de realização do doutorado e ensinamentos transmitidos.

Ao DPG, FAP-DF, CNPq e a CAPES pela bolsa concedida e todo apoio financeiro durante a realização desta pesquisa.

E a todos que, de alguma forma, contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho.

*A Deus
e aos meus pais:
Mônica Mendes Diniz e
Luiz Carlos Pereira Diniz.*

“Louvado seja Deus, que não rejeitou a minha oração nem me negou o seu amor leal”.

Salmos 66:20

RESUMO

O avanço tecnológico tem impulsionado a necessidade de sensores em várias aplicações, o que gera preocupações ambientais relacionadas ao uso de materiais não biodegradáveis e potencialmente tóxicos. Diante disso, a comunidade científica tem se dedicado ao desenvolvimento de dispositivos flexíveis e condutores, utilizando materiais de fontes renováveis. Neste cenário, os biopolímeros, especialmente a hemicelulose extraída de fibras vegetais, ganham destaque devido à sua abundância natural e renovável, boa estabilidade térmica, biodegradabilidade e biocompatibilidade. No entanto, como a hemicelulose não é um condutor natural, a adição de cargas condutoras torna-se essencial. Esta pesquisa foca no uso da hemicelulose como base para sensores flexíveis, visando desenvolver filmes condutores de hemicelulose com nanopartículas metálicas e substratos de hemicelulose pura com circuitos impressos, para avaliar sua eficácia como sensor. A hemicelulose foi extraída de fibras de juta usando KOH a 10% m/v, seguido pela produção de filmes poliméricos de hemicelulose pura e com nanopartículas de prata (AgNPs) em diferentes concentrações, empregando a técnica de moldagem por água. Os filmes foram analisados por Termogravimetria (TGA), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Espectroscopia nas regiões do Ultravioleta e Visível (UV-Vis), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Análise Dinâmica Mecânica (DMA) e ensaios mecânicos de tração. A rugosidade foi avaliada por meio de microscopias óticas e o software Gwyddion 2.55, enquanto a tensão superficial foi determinada por medidas de ângulo de contato. As propriedades elétricas foram testadas com um multímetro de bancada, e ensaios de variação de pressão, temperatura e umidade foram conduzidos. Os resultados mostraram que os filmes de hemicelulose possuem boa estabilidade térmica, baixa porosidade, baixa rugosidade e propriedades hidrofílicas. A inclusão de nanopartículas de prata não apenas melhorou a condutividade elétrica, mas também a estabilidade térmica do material. A performance dos nanocompósitos como sensores de pressão, temperatura e umidade varia conforme a concentração de nanopartículas incorporadas. No caso do sensor de pressão, quando submetido a altas pressões, a amostra com 5% de nanopartículas de prata (AgNP) exibiu os melhores resultados, demonstrando também ser eficaz na detecção de temperatura. Em situações de pressões mais baixas, o nanocompósito com uma concentração de 0,50% de AgNP foi o que obteve a resposta mais satisfatória. Quanto à medição de umidade, os nanocompósitos com 1% e 5% de AgNP apresentaram desempenhos superiores em comparação aos outros nanocompósitos. Além disso, a hemicelulose provou ser um substrato eficaz para a impressão de tintas condutoras, especialmente para sensores de pressão e temperatura. Esses achados confirmam o potencial da hemicelulose como material promissor para o desenvolvimento de sensores flexíveis multifuncionais, contribuindo tanto para o avanço científico e tecnológico quanto para esforços globais em busca de soluções mais sustentáveis e ecológicas.

Palavras-chave: substrato flexível condutor, hemicelulose, filmes, polímeros naturais.

ABSTRACT

Technological advances have driven the need for sensors in various applications, which raises environmental concerns related to the use of non-biodegradable and potentially toxic materials. Given this, the scientific community has dedicated itself to the development of flexible and conductive devices, using materials from renewable sources. In this scenario, biopolymers, especially hemicellulose extracted from vegetable fibers, gain prominence due to their natural and renewable abundance, good thermal stability, biodegradability and biocompatibility. However, as hemicellulose is not a natural conductor, the addition of conductive fillers becomes essential. This research focuses on the use of hemicellulose as a basis for flexible sensors, aiming to develop conductive hemicellulose films with metallic nanoparticles and pure hemicellulose substrates with printed circuits, to evaluate their effectiveness as a sensor. Hemicellulose was extracted from jute fibers using KOH at 10% w/v, followed by the production of polymeric films of pure hemicellulose and with silver nanoparticles (AgNPs) in different concentrations, using the water molding technique. The films were analyzed by Thermogravimetry (TGA), Differential Scanning Calorimetry (DSC), Spectroscopy in the Infrared Region with Fourier Transform (FTIR), Spectroscopy in the Ultraviolet and Visible Regions (UV-Vis), Scanning Electron Microscopy (SEM), Dynamic Mechanical Analysis (DMA) and mechanical tensile tests. Roughness was evaluated using optical microscopy and the Gwyddion 2.55 software, while surface tension was determined by contact angle measurements. The electrical properties were tested with a bench multimeter, and pressure, temperature and humidity variation tests were conducted. The results showed that hemicellulose films have good thermal stability, low porosity, low roughness and hydrophilic properties. The inclusion of silver nanoparticles not only improved the electrical conductivity but also the thermal stability of the material. The performance of nanocomposites as pressure, temperature and humidity sensors varies depending on the concentration of nanoparticles incorporated. In the case of the pressure sensor, when subjected to high pressures, the sample with 5% silver nanoparticles (AgNP) exhibited the best results, also demonstrating to be effective in temperature detection. In situations of lower pressures, the nanocomposite with a concentration of 0.50% AgNP was the one that obtained the most satisfactory response. Regarding humidity measurement, the nanocomposites with 1% and 5% AgNP showed superior performances compared to the other nanocomposites. Furthermore, hemicellulose has proven

to be an effective substrate for printing conductive inks, especially for pressure and temperature sensors. These findings confirm the potential of hemicellulose as a promising material for the development of multifunctional flexible sensors, contributing both to scientific and technological advancement and to global efforts in search of more sustainable and ecological solutions.

Keywords: flexible conductive substrate, hemicellulose, films, natural polymers.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVO	3
2.1. Objetivo Geral	3
2.2. Objetivos Específicos.....	3
3. REVISÃO DA LITERATURA	4
4. MATERIAIS E MÉTODOS	19
4.1. Materiais	19
4.2. Extração da Hemicelulose.....	19
4.3. Obtenção dos Filmes de Hemicelulose.....	21
4.4. Preparação dos Substratos Flexíveis de Hemicelulose Condutores.....	21
4.5. Preparação dos Substratos Flexíveis de Hemicelulose com Impressão de Tinta de Prata	22
4.6. Análise Termogravimétrica (TGA) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).....	23
4.7. Caracterização Química dos Filmes por Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)	23
4.8. Difração de Raios X (DRX)	24
4.9. Espectroscopia no Ultravioleta na Região do Visível (UV-Vis).....	24
4.10. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	24
4.11. Microscopia Ótica (MO) dos Filmes de Hemicelulose e Determinação de Rugosidade.....	25
4.12. Determinação da Hidrofilicidade das Amostras pela Análise de Ângulo de Contato	25
4.13. Análise de Umidade e Solubilidade do Filme de Hemicelulose.....	26
4.14. Propriedades Mecânicas do Filme de Hemicelulose	27

4.15. Determinação das Propriedades Elétricas dos Filmes e Viabilidade dos Materiais Aplicados à Sensores	27
4.15.1. Comportamento elétrico associado à deformação mecânica.....	28
4.15.2. Comportamento elétrico associado a umidade	30
4.15.3. Comportamento elétrico associado à mudança de temperatura.....	30
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	31
5.1. Caracterização Geral dos Filmes de Hemicelulose	31
5.1.1. Análise da Microscopia Ótica (MO), Rugosidade e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do filme de hemicelulose	31
5.1.2. Análise do Teor de Umidade e Taxa de Absorção a Água do Filme de Hemicelulose	34
5.1.3. Propriedades Mecânicas do Filme de Hemicelulose	36
5.2. Caracterização dos Filmes de Hemicelulose com Nanopartículas de Prata (AgNPs).....	40
5.2.1. Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos	40
5.2.2. Análise por Difração de Raios X (DRX) dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos.....	43
5.2.3. Hidrofilicidade dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos por ângulo de contato	44
5.2.4. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) dos nanocompósitos....	46
5.2.5. Análise Térmica por Termogravimetria (TGA) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos	49
5.2.6. Espectroscopia no Ultravioleta na Região do Visível (UV-Vis) dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos	53
5.2.7. Influência das propriedades elétricas em função do teor de AgNP adicionado à hemicelulose.....	57
5.2.8. Aplicações dos nanocompósitos de AgNP/hemicelulose como sensores	60
5.2.9. Aplicações da hemicelulose como substrato flexível para impressão de tinta condutora de prata	68

6. CONCLUSÕES	74
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFIAS	76

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1: Cálculo da Transmitância.....	24
Equação 2: Cálculo da Absorção em Água.....	27
Equação 3: 1ª Lei de Ohm	28
Equação 4: 2ª Lei de Ohm	28
Equação 5: Resistividade do material	28

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Pesquisas sobre filmes de biopolímeros incorporados com nanopartículas.	11
Tabela 2: Composição química da fibra de Juta. Adaptado de (ISLAM; SAHEB ALI, 2018)	14
Tabela 3: Propriedades mecânicas de tração do filme de hemicelulose.	37
Tabela 4: Principais bandas dos espectros do filme de hemicelulose e nanocompósitos.....	41
Tabela 5: Medidas de ângulo de contato para o filme de Hemicelulose e seus nanocompósitos.....	45
Tabela 6: Análise por EDS dos nanocompósitos.....	48
Tabela 7: Temperaturas de estabilidade térmica e degradação para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos.....	50
Tabela 8: Comprimentos de onda (nm), absorvância e transmitância para o filme de hemicelulose e nanocompósitos.	54
Tabela 9: Resultados da resistência elétrica, resistividade e condutividade para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos.....	57
Tabela 10: Resultados da resistência elétrica, resistividade e condutividade para os substratos de hemicelulose com impressão de tinta de prata.	69

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Componentes de um sensor	4
Figura 2: (a) Plantação de Juta; (b) Fibras de Juta	14
Figura 3: Estrutura da Hemicelulose	15
Figura 4: Estrutura química dos açúcares que compõem as unidades de hemicelulose.....	16
Figura 5: Etapas para a extração da hemicelulose da juta. (a) Campo de plantação de juta verde; (b) fibra de juta; (c) Fibras de juta imersas em água; (d) Filtração das fibras de juta; (e) Fibras imersas em KOH sob agitação orbital; (f) Fibras sob agitação mecânica; (g) Licor extraído; (h) Solução de precipitação; (i) Hemicelulose extraída.....	20
Figura 6: Filme de hemicelulose de juta preparado por water casting. (a) Hemicelulose extraída; (b) Solução de hemicelulose vertida em placa de vidro; (c) Filme de hemicelulose.....	21
Figura 7: Etapas para a obtenção dos nanocompósitos. (a) Adição de nanopartículas de prata a hemicelulose; (b) Mistura por agitação magnética da hemicelulose com as nanopartículas de prata; (c) Solução vertida em placa de vidro para a formação do filme.....	22
Figura 8: Processo de impressão da tinta condutora de prata no filme de hemicelulose. (a) Tela de serigrafia; (b) Tinta de prata vertida na tela; (c) Espalhamento da tinta de prata; (d) Filme de hemicelulose com a tinta de prata impressa.....	23
Figura 9: Imagens das gotas de água destilada sobre o filme de hemicelulose para análise de ângulo de contato. (a) Aplicação da primeira gota; (b) Aplicação da segunda gota; (c) Aplicação da terceira gota; (d) Três gotas de água destilada sob o filme de hemicelulose.	26
Figura 10: Experimentos aplicados para a determinação do comportamento elétrico dos filmes em função da pressão aplicada. (a) Prensa hidráulica; (b) Medição dos batimentos cardíacos no pulso; (c) Pesos de massas variáveis; (d) Multímetro de bancada e fonte de tensão.....	29
Figura 11: Imagens dos equipamentos utilizados para a obtenção do comportamento elétrico dos filmes em função da temperatura aplicada. (a) Sistema de aquecimento; (b) Medição das correntes elétricas e tensões das amostras.	31
Figura 12: Imagens obtidas em microscópio ótico do filme de Hemicelulose com diferentes aumentos (a) 200x, (b) 500X.....	31
Figura 13: Rugosidade do filme de Hemicelulose para a imagem de MO com aumento de 500x. A coloração da superfície está mapeada de acordo com os valores da escala de cores a direita que se referem ao valor da rugosidade.....	33

Figura 14: Micrografias de MEV do filme de Hemicelulose com diferentes aumentos (a) 50x, (b) 100x, (c) 500x, (d) 1000x.	34
Figura 15: Taxa de Absorção de água do filme de hemicelulose.	35
Figura 16: Curva tensão x deformação do filme de hemicelulose.	37
Figura 17: Curvas DMA do Filme de Hemicelulose. (a) Curvas módulo de armazenamento (E') x Temperatura (°C) e amortecimento mecânico (tan δ) x Temperatura (°C); (b) Curva módulo de perda (E'') x Temperatura (°C).	38
Figura 18: Espectros de FTIR do filme de Hemicelulose e nanocompositos... ..	41
Figura 19: Difratoograma do filme de Hemicelulose e seus nanocompósitos. ..	43
Figura 20: Micrografias (MEV) dos filmes de Hemicelulose com diferentes concentrações de AgNP. (a) 0,0625%, (b) 0,125%, (c) 0,25%, (d) 0,50%, (e) 1,0% e (f) 5,0% (m/m).	47
Figura 21: Curvas TG e DTG dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos.	50
Figura 22: Curvas DSC dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos.	52
Figura 23: Espectro UV-vis do filme de hemicelulose e dos nanocompósitos.	54
Figura 24: Filmes de hemicelulose com AgNP. (a) Hemicelulose pura; (b) 0,0625% de AgNP; (c) 0,125% de AgNP; (d) 0,25% de AgNP; (e) 0,50% de AgNP; (f) 1% de AgNP; (g) 5% de AgNP	56
Figura 25: (a) Gráfico corrente <i>versus</i> pressão para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos; (b) Medida da corrente elétrica no filme; (c) Prensa hidráulica.	62
Figura 26: (a) Gráfico corrente <i>versus</i> pressão para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos; (b) Medida da corrente elétrica no filme.	63
Figura 27: Gráficos Corrente (A) <i>versus</i> Tempo (s) para os filmes de hemicelulose e seus nanocompósitos quando submetidos a esforços físicos e em repouso. (a) Hemicelulose pura; (b) 0,0625% de AgNP; (c) 0,125% de AgNP; (d) 0,25% de AgNP; (e) 0,50% de AgNP; (f) 1% de AgNP; (g) 5% de AgNP; (h) Imagens da aferição dos dados.	64
Figura 28: (a) Gráfico corrente <i>versus</i> temperatura para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos; (b) Medida da corrente elétrica no filme.	66
Figura 29: (a) Gráfico corrente <i>versus</i> tempo de exposição à umidade para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos; (b) Ambiente com umidade controlada.	67
Figura 30: (a) Gráfico corrente <i>versus</i> pressão utilizando uma prensa hidráulica; (b) Gráfico corrente <i>versus</i> pressão utilizando massas variáveis; (c) Gráfico corrente <i>versus</i> Tempo para o substrato flexível quando submetido a esforços físicos e em repouso; (d) Gráfico corrente <i>versus</i> temperatura; (e) Gráfico corrente <i>versus</i> tempo de exposição à umidade; (f) Imagem dos substratos flexíveis com impressão de tinta de prata.....	70

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AgNP: Nanopartículas de prata

ASTM: Sociedade Americana de Testes e Materiais

DMA: Análise Dinâmico Mecânica

DRX: Difração de Raios X

DSC: Calorimetria Exploratória Diferencial

DTG: Análise Termogravimétrica Derivada

FTIR: Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier

HEMI: Hemicelulose

KOH: Hidróxido de Potássio

MEV: Microscopia Eletrônica de Varredura

MO: Microscopia Ótica

NP: Nanopartícula

TGA: Análise Termogravimétrica

TG: Análise Termogravimétrica

UV-Vis: Espectroscopia nas Regiões Ultravioleta e Visível

LISTA DE SÍMBOLOS

Ag⁺: Prata

A: Ampere

°C: Grau Celsius

cm: centímetro

g: grama

g/mol: grama por mol (unidade de peso molecular)

GPa: Gigapascal

h: hora

i: corrente elétrica

m: metro

kN: quilo Newton

kV: quilovolt

mg: miligrama

min: minuto

mL: mililitro

mm: milímetro

MPa: Megapascal

m/v: massa por volume

N: nitrogênio

N₂: gás nitrogênio

nm: nanômetro

Rpm: Rotações por minuto

R: Resistência elétrica

S/m: Siemens por metro

u. a.: unidade adimensional

V: Volt

μA: Microampère (μA)

Ω: Ohm

σ = Condutividade

ρ = Resistividade

θ: Teta

Ω.m: Ohm vezes metro

1. INTRODUÇÃO

Com o avanço tecnológico, a demanda por uso de sensores para diversas aplicações faz com que a busca por materiais que sejam ambientalmente corretos e apresentem baixo custo aumente. Nesse sentido, nos últimos anos a comunidade científica tem desenvolvido dispositivos eletrônicos em substratos flexíveis para aplicações onde a flexão e o alongamento são necessários (MENG et al., 2017). Além da necessidade de uso de materiais que tenham baixo custo e que sejam ambientalmente corretos.

O desenvolvimento de substratos flexíveis condutores tem obtido rápido crescimento para aplicações como sensores de umidade, pressão, tensão, vibração, movimento, temperatura, energia, pH e compostos químicos (FAN et al., 2017).

A demanda de matérias-primas para a produção de sensores inevitavelmente levam a problemas ambientais drásticos. É uma quantidade enorme de dispositivos de energia residual que não se degradam naturalmente. Além disso, problemas de emissões de gases de efeito estufa, energia incorporada, toxicidade e a sustentabilidade dos materiais estão se tornando cada vez mais significativos para a sociedade. A fim de minimizar os impactos ambientais negativos e criar um futuro sustentável, de baixo custo e energeticamente eficiente, polímeros naturais estão sendo cada vez mais explorados como candidatos a substituir alguns materiais convencionais na fabricação desses dispositivos (DU et al., 2017).

Os polímeros de origem natural, também chamados de biopolímeros, são aqueles que ocorrem amplamente na natureza ou são extraídos de plantas ou animais (CAILLOL, 2020), como por exemplo, celulose, quitosana e amido. Dentre os diversos biopolímeros existentes, pode-se destacar a hemicelulose. Ela pode ser extraída de fibras vegetais, também chamadas de fibras lignocelulósicas, que são constituídas por três componentes principais: celulose (40-60% da massa), hemicelulose (20-40%) e lignina (10-25%) (SPINACÉ et al., 2009), dependendo da fonte.

Os polímeros de hemicelulose são ramificados, totalmente amorfos, parcialmente solúveis em água e higroscópicos (LI, TABIL, PANIGRAHI, 2007). Por ser um material biodegradável e de fonte renovável, tem-se aumentado o interesse em utilizar a hemicelulose para uma variedade de aplicações (HUANG et al., 2018).

Em comparação a celulose, a hemicelulose ainda é um polímero pouco estudado (MENDES et al., 2017). Já existem na literatura pesquisas relacionadas a aplicações da celulose como substratos flexíveis para aplicação em sensores, por exemplo, Dogome et al. (2013) em seus estudos usaram a celulose como uma matriz para materiais condutores. Agate et al. (2018) estudaram o uso de celulose e nanocelulose na eletrônica impressa híbrida flexível. Já Fan et al. (2017) estudaram o uso de nanocristais de celulose em sensores flexíveis microeletromecânicos. No entanto, em relação à hemicelulose, a literatura ainda não apresenta pesquisas que a empreguem como substrato flexível para a impressão de tintas condutoras, nem para a criação de compósitos condutores que incorporam nanopartículas de prata para conferir condutividade ao material. Essa abordagem é inovadora para a aplicação em sensores de temperatura, pressão e umidade. E nesse contexto, ela surge como um bom material para essa aplicação, pois além de oferecer vantagens ao meio ambiente por ser degradável, apresenta baixo custo, boa flexibilidade, baixa densidade, boa estabilidade térmica e não possui toxicidade.

Portanto, essa pesquisa propôs um estudo inovador e simplificado do uso da hemicelulose como substrato flexível para aplicação como sensor. Tendo como principal objetivo conhecer o comportamento elétrico dos substratos baseados em hemicelulose agregados com nanopartículas metálicas e o uso da hemicelulose como substrato para impressão de tintas condutoras metálicas, avaliando assim as possibilidades viáveis para sua aplicação na fabricação de sensores flexíveis de pressão, temperatura e umidade.

2. OBJETIVO

2.1. Objetivo Geral

Investigar a influência da adição de nanopartículas metálicas à hemicelulose de juta, bem como seu emprego como suporte para circuito impresso, com o intuito de avaliar seu potencial na produção de dispositivos flexíveis condutores destinados à aplicação em sensores.

2.2. Objetivos Específicos

- Estudar as características morfológicas, térmicas e químicas dos filmes de hemicelulose para identificar suas propriedades para uso em sensor;
- Definição das dimensões e formatos dos substratos de hemicelulose que servirão como suporte para tintas metálicas condutoras (circuito impresso), como também suas características elétricas após a impressão;
- Estudar as propriedades elétricas a partir da adição de nanopartículas de prata à hemicelulose;
- Avaliar a sensibilidade dos dispositivos aplicados como sensores de umidade, temperatura e pressão.

3. REVISÃO DA LITERATURA

3.1. Sensores e o Uso de Polímeros

Os sensores são dispositivos sensíveis a alguma forma de energia, que pode ser luminosa, térmica ou cinética, tendo como objetivo relacionar informações sobre uma grandeza que precisa ser medida, como temperatura, pressão, velocidade, calor, umidade, corrente, aceleração, posição, entre outras (THOMAZINI; ALBUQUERQUE, 2020).

Muitas vezes, os sensores são compostos por um transdutor, responsável por perceber as alterações causadas pela interação com o objeto a ser medido, e por uma parte que converte essa energia resultante em um sinal elétrico. Dessa forma, os sensores transformam as informações em medições elétricas utilizando circuitos eletrônicos (AREFIN; REDOUTÉ; YUCE, 2017).

A Figura 1 ilustra os componentes básicos de um sensor.

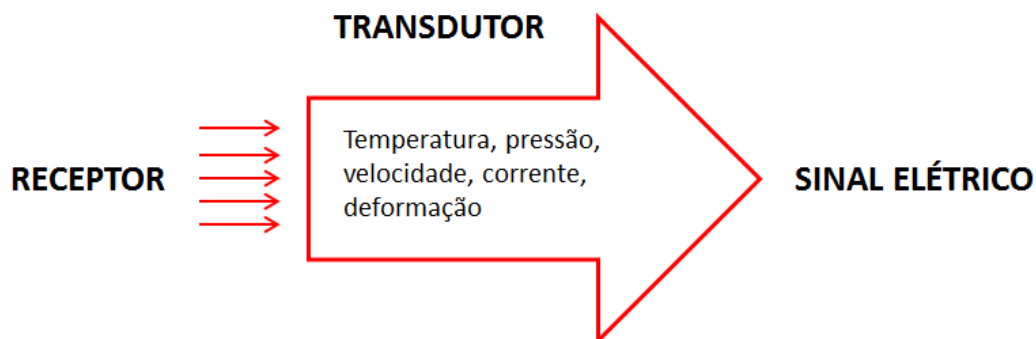


Figura 1: Componentes de um sensor. Adaptado de (REILLY; LEE, 2011).

Nesse contexto, o receptor é o sistema que está sendo investigado. O transdutor, por sua vez, é o elemento que percebe as alterações no receptor e transforma o sinal do sensor em um sinal mais facilmente mensurável e quantificável (MEDEIROS et al., 2012). Geralmente, um computador ou dispositivo microprocessador adquire, amplifica e processa o sinal do transdutor (REILLY; LEE, 2011).

As principais características que os sensores devem apresentar são: sensibilidade, linearidade, resistência à interferência, tempo de resposta e temperatura de operação. A maioria dos sensores que existem no mercado atual são produzidos a partir de metais, devido ao fato de possuírem elevada condutividade (HARRIS; ELIAS; CHUNG, 2016). No entanto, em aplicações que exigem alongamento ou grande flexão, as películas de metal podem ser mecanicamente inadequadas (HARRIS; ELIAS; CHUNG, 2016). Como alternativa, surgiu o desenvolvimento da eletrônica flexível, que consiste em uma tecnologia para construir dispositivos eletrônicos em substratos poliméricos flexíveis, utilizando um processo de maior rendimento e menor custo (SUN et al., 2013).

Nos últimos anos, dispositivos eletrônicos em substratos flexíveis com capacidades de detecção e atuação têm sido amplamente demonstrados em aplicações que requerem flexão e alongamento, como eletrônicos em vestuário, dispositivos de monitoramento de saúde, difusores óticos, etiquetas de identificação por radiofrequência flexíveis, entre outras (MENG et al., 2017).

Devido ao mercado de sensores eletrônicos em expansão, a busca por sensores flexíveis é de grande interesse nas áreas acadêmicas e industriais. Isso tem impulsionado a busca por componentes flexíveis condutores que possam ser produzidos em larga escala e a baixo custo, especialmente para aplicações como sensores (MENG et al., 2017; NAMBIAR; YEOW, 2011).

Sensores de deformação flexíveis têm sido apresentados utilizando uma nova classe de materiais, incluindo nanopartículas de metal, nanotubos de carbono (CNTs), compósitos de Polidimetilsiloxano (PDMS) e materiais à base de tecido e polímeros (MENG et al., 2017). Os materiais poliméricos podem ser empregados para formar conexões elétricas tolerantes a deformação. E várias são as estratégias para garantir condutividade elétrica e durabilidade mecânica em um mesmo material, como por exemplo, inserir cargas condutoras na matriz não condutora, como metais, carbono ou polímeros condutores (HARRIS; ELIAS; CHUNG, 2016).

O uso de polímeros naturais que apresentem características flexíveis, utilizando cargas condutoras, como nanopartículas de prata, ou servindo como suporte para tintas metálicas condutoras (circuito impresso), apresenta um

grande potencial para a utilização em sensores para a detecção de sinais físicos como temperatura, pressão e umidade.

3.2. Requerimentos para Sensores de Pressão, Temperatura e Umidade

A capacidade de um sensor de reagir a alterações na variável que está sendo monitorada define sua sensibilidade. Uma alta sensibilidade implica que são necessárias mudanças menores na variável monitorada para gerar uma alteração correspondente na saída do sensor. A sensibilidade é um indicativo de quão significativamente a saída do sensor varia em resposta a modificações na propriedade física ou química que está sendo medida (ENSAFI, 2019).

Após a sensibilidade, a propriedade de linearidade é uma característica fundamental em um sensor. Idealmente, o sensor deve exibir uma correspondência linear entre seu *input* e *output*, simplificando assim o processamento dos dados. Este aspecto é conhecido como o parâmetro de linearidade em sensores flexíveis. A avaliação da não-linearidade é crucial, representando o grau de desvio do sensor em relação à sua curva de calibração estabelecida. Esse desvio é medido a partir da regressão linear, resultando no cálculo do coeficiente de determinação (R^2). Um sensor é considerado de alto desempenho linear se apresentar um valor elevado de R^2 . Contudo, alcançar elevada sensibilidade juntamente com uma linearidade é um desafio (SHARMA; ANSARI; CHO, 2022).

A resistência à interferência em um sensor refere-se à sua habilidade de ignorar sinais externos indesejados que podem distorcer sua leitura. Um sensor com alta resistência à interferência é capaz de produzir resultados mais precisos e confiáveis, pois minimiza a influência de ruídos externos sobre sua saída. Esta característica é crucial para assegurar a integridade e a precisão dos dados em ambientes com altos níveis de ruídos ou interferências (MORRIS; LANGARI, 2016).

O período para obter uma resposta é um critério essencial que influencia a possibilidade de escalonar um sensor do ambiente de pesquisa para a produção em massa. Elementos que afetam este período incluem amplas variações de temperatura e concentração, espessura, forma, etc. Em termos práticos, é útil distinguir entre dois diferentes tipos de períodos de resposta: o

estacionário e o transitório. O período estacionário é o tempo requerido para que o sinal de resposta alcance 95% do seu valor final estável, enquanto o período transitório é o tempo necessário para que o sinal de resposta obtenha sua taxa de variação máxima (ENSAFI, 2019).

A faixa de temperatura de operação de um sensor é um indicador crucial de seu desempenho e confiabilidade. Um sensor com uma ampla faixa de temperatura operacional é mais adaptável e pode ser aplicado em uma variedade maior de condições e ambientes (MEGHA et al., 2018).

Essas características impactam diretamente a estabilidade e precisão dos sensores em variadas condições ambientais, assegurando a confiabilidade dos dados coletados. A sensibilidade determina a capacidade de detectar pequenas mudanças, enquanto a linearidade e resistência à interferência garantem a precisão dos dados. O tempo de resposta rápido e uma ampla faixa de temperatura operacional ampliam as aplicações possíveis, mantendo a integridade dos dados em ambientes diversos. Considerando as características descritas para os sensores, diversos tipos se destacam no campo, incluindo os sensores de pressão, temperatura e umidade. Um sensor de pressão, também conhecido como transmissor de pressão, rastreia a força e a converte em um sinal elétrico. O tipo mais usual de sensor de pressão é aquele baseado em extensômetro, que detecta a pressão pela deformação física do extensômetro ligado ao diafragma do sensor. Essa deformação altera a resistência elétrica de forma proporcional à pressão exercida. Além disso, os sensores de pressão são versáteis, podendo medir outras variáveis como fluxo de fluido ou gás, velocidade, nível de água e altitude (MEGHA et al., 2018).

Os sensores de pressão podem ser dos tipos piezoelétricos, capacitivos e resistivos. Os sensores piezoelétricos, destacam-se pela alta sensibilidade e precisão, mas com um custo mais elevado. Os capacitivos, são notáveis pelo baixo custo e versatilidade de temperatura, enquanto os resistivos, discutidos são conhecidos pela simplicidade de design e robustez (VO; KIM, 2023). Cada tipo possui características únicas que os tornam adequados para diferentes aplicações.

Os sensores de temperatura são instrumentos essenciais para medir a temperatura de um objeto e têm aplicações variadas, desde sistemas de climatização até usos industriais e médicos. Existem diversos tipos de sensores

de temperatura, cada um com características próprias. Alguns dos tipos mais comuns incluem termopares, termistores e sensores de infravermelho, entre outros, escolhidos com base em critérios como precisão, faixa de medição e contexto de uso (MEGHA et al., 2018).

Termopares, por exemplo, utilizam o efeito termoelétrico para medir temperaturas em uma faixa muito ampla, sendo eficazes em ambientes extremos devido à sua robustez e baixo custo. Termistores, sensíveis a mudanças na resistência elétrica com a variação da temperatura, são conhecidos por sua alta precisão em faixas de temperatura mais restritas. Os Resistores de Temperatura de Platina (RTDs) oferecem uma precisão superior em comparação aos termopares e termistores, tornando-os ideais para aplicações que exigem leituras de alta precisão, apesar de serem mais caros. Sensores de infravermelho (IR), que medem a radiação IR emitida por objetos, são únicos por permitirem medições de temperatura sem contato, úteis em ambientes onde o contato direto é impraticável ou perigoso, embora sejam mais caros do que outros tipos (MORRIS; LANGARI, 2016; PATEL; SINHA; GOEL, 2020).

A escolha do sensor de temperatura mais adequado dependerá de vários fatores, incluindo a faixa de temperatura necessária, a precisão exigida, o custo e o ambiente específico de uso.

A umidade refere-se à quantidade de vapor de água na atmosfera, e um higrômetro é o instrumento usado para medi-la diretamente. A umidade, sendo uma grandeza não elétrica, é convertida em um sinal elétrico por meio de propriedades como resistência, capacitância e impedância. Existem cinco tipos principais de sensores de umidade: higrômetro resistivo, higrômetro capacitivo, higrômetro baseado em refratômetro de micro-ondas, higrômetro de óxido de alumínio e higrômetro de cristal (PATEL; SINHA; GOEL, 2020).

O higrômetro resistivo mede a umidade através da mudança na resistência de materiais hidrocópicos, como o cloreto de lítio. Já o higrômetro capacitivo opera pela variação da capacitância causada pela umidade em um meio dielétrico. O refratômetro de microondas utiliza a refração de microondas em duas cavidades distintas para determinar a umidade. O higrômetro de óxido de alumínio, por outro lado, baseia-se na alteração da constante dielétrica do óxido de alumínio. Por fim, o higrômetro de cristal utiliza cristais revestidos com

materiais hidrocópicos, onde a umidade altera a frequência do oscilador. Cada um desses sensores tem características específicas que os tornam adequados para diferentes aplicações e precisões na medição da umidade (FARAHANI; WAGIRAN; HAMIDON, 2014; PATEL; SINHA; GOEL, 2020).

Baseado nas características mencionadas, a literatura destaca várias investigações sobre a utilização de polímeros em sensores de pressão, temperatura e umidade. Um exemplo notável é o trabalho de Han et al.(2019), que desenvolveu um sensor multiparâmetros capaz de medir pressão, temperatura e umidade de maneira independente, utilizando aerogéis de PEDOT:PSS e celulose nanofibrilada. Este sensor P-T-H mantém uma resistência constante e não gera termotensão, resultando em uma corrente que responde linearmente à tensão aplicada, onde a resistência elétrica diminui com o aumento da pressão. Durante os testes de temperatura, foi registrada uma correlação linear positiva entre a tensão termoelétrica e o gradiente de temperatura. Quanto à umidade, notou-se que acima de 50% de umidade relativa, os íons começam a se mover livremente, contribuindo significativamente para a termotensão total, com a resposta elétrica aumentando exponencialmente com a umidade. Abaixo de 50%, a quantidade de água no PEDOT:PSS pode ser insuficiente para a movimentação iônica. Com isso, os pesquisadores conseguiram desenvolver um sensor eficaz para medição de temperatura, pressão e umidade. Para um sensor multiparâmetro, é essencial que cada medição seja realizada sem interferência dos outros parâmetros, um feito alcançado neste estudo.

Os polímeros são compostos de origem natural ou sintética com massa molar na ordem de 10^4 a 10^6 (AKCELRUD, 2007). Em relação a sua origem, os polímeros podem ser classificados em polímeros sintéticos ou polímeros naturais.

Os polímeros sintéticos são aqueles obtidos industrialmente, em geral, a partir de moléculas de baixo peso molecular; são provenientes de combustíveis fósseis, como o petróleo, por exemplo. Muitos plásticos, borrachas e fibras atualmente utilizadas são polímeros sintéticos (CALLISTER JR., 2007).

Esses polímeros são bastante versáteis e apresentam diversas características como: maleabilidade, facilidade de produção, baixa densidade, boas propriedades mecânicas, estabilidade térmica, resistência química e custo

relativamente baixo (JOANA RODRÍGUEZ SEPÚLVEDA; EDUARDO ORREGO ALZATE, 2016; KAHAR; ISMAIL; ABDUL HAMID, 2016). Devido a essas propriedades satisfatórias e por sua reprodução a baixo custo, os polímeros sintéticos são utilizados em muitas aplicações, substituindo até mesmo peças metálicas e de madeira (CALLISTER JR., 2007).

Seu uso varia desde a fabricação de brinquedos, materiais para construção, embalagens, automóveis, utensílios domésticos, eletrodomésticos, material de consumo em geral, entre outros. O PET (Politereftalato de Etileno) é muito utilizado em embalagens de refrigerantes; O PEAD (Polietileno de Alta Densidade) é utilizado em embalagens no geral; e o PP (Polipropileno) é utilizado em filmes e películas, chapas, fios e tecidos, peças estruturais, painéis de isolamento, aparelhos ortopédicos, produtos hospitalares, como seringas, placas de filtro, entre outros (RANI; MEENU; SHANKER, 2023; SILVA; MESQUITA, 2022).

Apesar de apresentarem boas propriedades mecânicas, o uso desses polímeros convencionais à base de petróleo criam problemas potenciais devido a sua natureza não renovável e sua disposição final (HUANG et al., 2018). Eles apresentam uma grande resistência à degradação natural, exigindo mais de 100 anos para a sua degradação total, devido a sua alta massa molar média e hidrofobicidade que dificultam a ação dos microrganismos e de suas enzimas na superfície do polímero (FRANCHETTI; MARCONATO, 2006).

Diante desse contexto, vem-se buscando o desenvolvimento e a aplicação de polímeros que sejam ambientalmente corretos, como os polímeros naturais, por exemplo. Os polímeros naturais são materiais que ocorrem amplamente na natureza ou são extraídos de plantas ou animais (CAILLOL, 2020). De um modo geral, apresentam estruturas mais complexas que os polímeros sintéticos (CALLISTER JR., 2007).

Esses polímeros naturais por apresentarem características de biodegradabilidade, têm ganhado cada vez mais atenção do mercado e comunidades científicas e industriais (CAILLOL, 2020). Alguns exemplos de polímeros naturais são proteínas, algodão, seda e lã e borracha natural (CAILLOL, 2020). Além desses, existem também os polissacarídeos, sendo os mais conhecidos a celulose, o amido e a quitosana. Além desses polímeros que são mais conhecidos no âmbito industrial e acadêmico, através das

paredes das plantas também pode-se extrair outro polímero natural, que é hemicelulose.

3.3. Desenvolvimento e Aplicações de Polissacarídeos em Sensores

O desenvolvimento de filmes de biopolímeros reforçados com nanopartículas é um tema novo e relevante na ciência de materiais e nanotecnologia. Esses filmes podem apresentar propriedades mecânicas, térmicas e barreira melhoradas devido à incorporação de nanopartículas, expandindo suas aplicações em diversas áreas como embalagens de alimentos, biomedicina e eletrônica (BASAVEGOWDA; BAEK, 2021).

A relevância deste campo de estudo está no potencial desses compostos para substituir materiais sintéticos não biodegradáveis, contribuindo para a sustentabilidade e inovação tecnológica. A combinação de polímeros naturais e nanopartículas oferece uma abordagem promissora para desenvolver materiais com características funcionais específicas, abrindo novas possibilidades em pesquisa e desenvolvimento industrial.

A Tabela 1 apresenta um resumo das pesquisas realizadas sobre filmes de biopolímeros que incluem nanopartículas condutoras, detalhando aspectos como metodologia, resultados e implicações desses estudos.

Tabela 1: Pesquisas sobre filmes de biopolímeros incorporados com nanopartículas.

Biopolímero	Nanopartícula Condutora	Relevância do estudo	Ref.
Celulose	Nanopartículas de óxido de zinco (ZnO)	Caracterização de filmes de celulose e ZnO para possíveis aplicações em sensores	(JOHN et al., 2011)
Quitosana	Nanopartícula de óxido de alumínio (Al ₂ O ₃)	Caracterização de nanocompósitos biodegradáveis de Quitosana/ Al ₂ O ₃	(PRAKASH et al., 2013)

Álcool polivinílico e carboximetilcelulose	Nanopartículas de carboneto de titânio	Caracterização das propriedades estruturais, elétricas e ópticas desses nanocompósitos para sensores de umidade de baixo custo	(HASHIM; HADI, 2018)
Quitosana	Nanopartículas de ouro e prata	Investigação das propriedades estruturais, ópticas e sensoriais de filmes quitosana-Au e quitosana-Ag	(MEENA et al., 2020)
Polihidroxicanoato/Ácido Polilático	Nanoplaquetas de grafeno (GNPs)	Investigação do efeito das GNPs nas propriedades piezoresistivas, elétricas e mecânicas nos filmes	(MÁRMOL; SANIVADA; FANGUEIRO, 2021)
Celulose	Nanopartículas de prata (AgNPs)	Fabricação de nanocompósitos condutores de celulose regenerada e AgNPs	(MEDEIROS SOUZA KATAOKA et al., 2022)

A revisão da literatura apresentada na tabela indica que a incorporação de nanopartículas em polímeros naturais é um campo já explorado por diversos estudos. Essas investigações têm empregado em sua maioria a celulose e quitosana como polímero natural para a formação de matrizes compósitas. No entanto, é notável a ausência de trabalhos que explorem o uso de hemicelulose como polímero base, associado a nanopartículas de prata, atuando como cargas condutoras para a transmissão de elétrons em aplicações voltadas para sensores. Essa lacuna na pesquisa ressalta o caráter inovador deste estudo, que propõe uma nova abordagem na utilização de hemicelulose com nanopartículas de prata em tecnologias de detecção e sensoriamento.

3.4. A Hemicelulose e sua Potencial Aplicação como Sensores

As fibras naturais vêm sendo utilizadas devido as suas características de serem ecologicamente corretas, substituindo o hidrocarboneto fóssil à base de petróleo para criar produtos verdes. Na verdade, o baixo custo, a disponibilidade, a renovabilidade e as características ecológicas das matérias-primas de base biológica são fatores promissores na produção de produtos químicos e materiais (FARHAT et al., 2017a). Essas fibras naturais ou vegetais, também são chamadas de lignocelulósicas, são constituídas por três componentes principais: hemicelulose (20-40% em peso) celulose (40-60% em peso) e lignina (10-25% em peso) (SPINACÉ et al., 2009).

Alguns exemplos de fibras naturais são algodão, rami, linho, juta, coco, piaçava, malva, sisal e abacá. Dessas fibras, a juta, o rami, o linho e o sisal são as fibras mais comumente usadas para polímeros compósitos (SAHEB; JOG, 2015).

A juta (*Corchorus capsularis*) é uma planta têxtil, que provém da família Tilioidae, é anual, autógama, originária da Índia, que se adaptou às condições do trópico úmido brasileiro (DIAS; XAVIER, JOSÉ JACKSON BACELAR NUNES BARRETO, 2008). De acordo com o mesmo autor, ela foi inserida em 1929 no município de Parintins no Amazonas, por colonos japoneses, especificamente no ecossistema de várzea, para produção de fibras, e também em terra firme, para produção de sementes.

É uma fibra vegetal longa, macia e brilhante que pode ser fiada em fios grossos e fortes (Figura 2 (a)), a fibra útil está contida entre a casca e o talo interno. E sua planta alcança um tamanho de 3 a 4 metros e o seu talo tem uma grossura de aproximadamente 20 mm (ALAM; MANIRUZZAMAN; MORSHED, 2014).

Depois que as varas de juta frescas são coletadas, elas são submersas em água para permitir a degradação microbiana e dentro de 20 a 25 dias as folhas se degradam para extrair as fibras. Assim, as fibras são isoladas das varetas das jutas degradadas, e são lavadas três vezes com água deionizada e subsequentemente secas ao ar livre. Depois da secagem completa, as fibras usadas para estudo são armazenadas em embalagens à prova de umidade.

Essas fibras são geralmente brancas e têm superfícies planas, como mostra a Figura 2 (b) (ALAM; MANIRUZZAMAN; MORSHED, 2014).



Figura 2: (a) Plantação de Juta; (b) Fibras de Juta. Adaptado de (“Amazônia de A a Z: juta: a fibra poderosa da região - Portal Amazônia”).

A juta, assim como outras fibras naturais, apresenta os principais componentes lignocelulósicos, que são celulose, hemicelulose e lignina. Além de outros constituintes em menores quantidades. Como pode ser visto na Tabela 2.

Tabela 2: Composição química da fibra de Juta. Adaptado de (ISLAM; SAHEB ALI, 2018)

Constituintes	% massa seca
Celulose	60,0 – 63,0
Hemicelulose	21,0 – 24,0
Lignina	12,0 – 13,0
Gorduras e ceras	0,4 – 1,0
Pectina	0,2 – 1,5
Proteínas/matéria nitrogenada	0,80 – 1,9
Cinzas	0,7 – 1,2

O uso da fibra de juta aumentou significativamente devido à preocupação com o meio ambiente (ROMBALDO et al., 2014). E como elas apresentam uma boa quantidade de hemicelulose, se tornam uma fibra interessante para a obtenção desse polímero.

A hemicelulose é um polissacarídeo heterogêneo (SILALAH, 2016), que está ligada à lignina e a celulose dos vegetais por interações químicas e físicas, e pode ser extraída por meio de processos químicos (SALAM et al., 2012). Ela se liga de forma não covalente à celulose por meio de ligações de hidrogênio e se liga covalentemente com a lignina (principalmente por ligações éter α -benzílico) (HANIM; AKMA, 2016).

A hemicelulose é a segunda classe de polissacarídeos existentes nas paredes celulares das plantas, compreendendo aproximadamente 20-30% da maioria das paredes das plantas, com a quantidade variando de acordo com a planta em particular (ABU GHALIA; DAHMAN, 2017; MUCHLISYAM; SILALAH; HARAHA, 2016).

Os polímeros de hemicelulose são ramificados, totalmente amorfos e têm uma massa molar significativamente menor do que a celulose, apresentando cadeias mais curtas (500-3000 unidades de açúcar) (S. VISHAKHA; D. KISHOR; S. SUDHA, 2012). Devido à sua estrutura aberta contendo muitos grupos hidroxila e acetila, a hemicelulose é parcialmente solúvel em água e é higroscópica (LI; TABIL; PANIGRAHI, 2007). A estrutura da hemicelulose é mostrada na Figura 3.

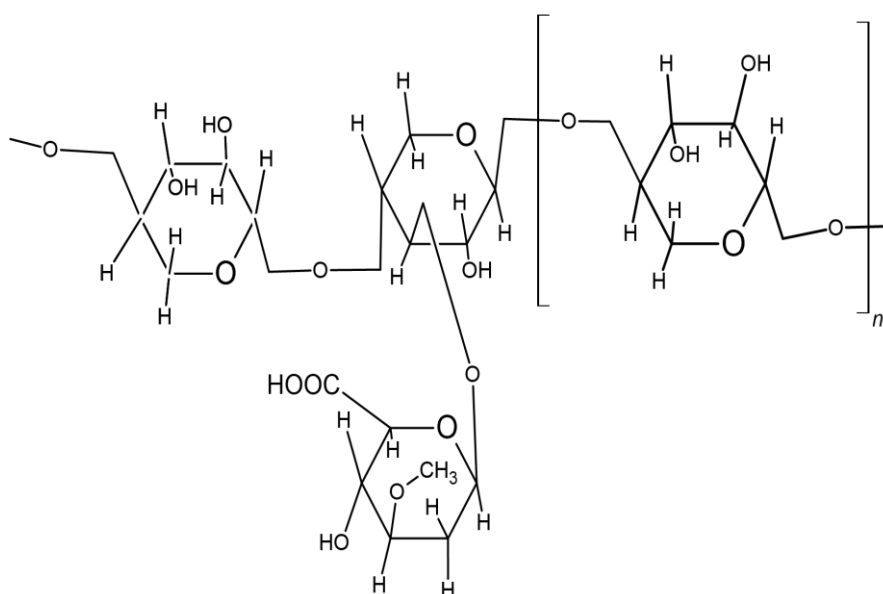


Figura 3: Estrutura da Hemicelulose. Adaptado de (ALAM; MANIRUZZAMAN, 2014).

As unidades gerais das hemicelulose são pentoses e hexoses, suas fórmulas gerais são $(C_5H_8O_4)_n$ e $(C_6H_{10}O_5)_n$, respectivamente (ABU GHALIA; DAHMAN, 2017; MUCHLISYAM; SILALAH; HARAHAP, 2016). Como as hemicelulose são homo e heteropolissacarídeos não celulósicos, elas contêm várias unidades de açúcares diferentes, organizadas em diferentes proporções e têm diferentes substituintes (ABU GHALIA; DAHMAN, 2017).

As hemiceluloses podem conter pentoses (β -D-xilose, α -L-arabinose), hexoses (β -D-manose, β -D-glucose, α -D-galactose) e/ou ácidos urônicos (ácidos α -D-glucurônico, α -D-4-O-metilgalacturônico e α -D-galacturônico). Outros açúcares como, α -L-ramnose e α -L-fucose também podem estar presentes em pequenas quantidades e os grupos hidroxila de açúcares podem ser parcialmente substituídos por grupos acetil (GÍRIO et al., 2010; SAHA, 2003). A Figura 4 ilustra algumas dessas estruturas químicas.

As hemiceluloses mais relevantes são as xilanas e glucomanas, sendo as xiloses as mais abundantes. Elas são os principais componentes hemicelulósicos das paredes celulares secundárias cerca de 20-30% da biomassa de madeiras nobres e plantas herbáceas (GÍRIO et al., 2010).

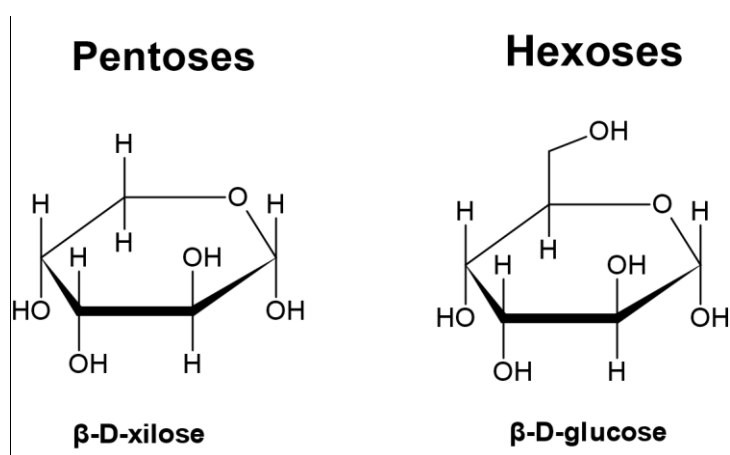


Figura 4: Estrutura química dos açúcares que compõem as unidades de hemicelulose. Adaptado de (FENGEL; WEGENER, 1989).

O grande interesse em converter biomassa lignocelulósica em combustíveis verdes e produtos químicos desafiam os pesquisadores a desenvolver métodos para determinar a estrutura, a composição química

precisa, a quantidade e usos potenciais da hemicelulose (FARHAT et al., 2017a).

A hemicelulose exibe uma promissora fonte renovável de matéria-prima para a fabricação de biomateriais funcionais devido à sua rede macromolecular bioativa, biocompatível, densa e com baixa mobilidade e propriedades de barreira ao oxigênio (HUANG et al., 2018).

Em comparação com a celulose, a hemicelulose é um polímero natural ainda pouco estudado, mas os estudos sobre esse polímero vêm se desenvolvendo devido a sua biodegradabilidade e por ser ambientalmente correta. Assim, há um interesse crescente no uso de hemicelulose para uma variedade de aplicações (MENDES et al., 2017).

A hemicelulose é de natureza hidrofílica e os filmes produzidos deste material são geralmente higroscópicos, resultando em propriedades em ambientes com alta umidade, podendo ser utilizados na indústria alimentar e medicina, incluindo embalagens de alimentos, curativos e cápsulas de medicamentos (HANSEN; PLACKETT, 2008), possuindo assim, diversas aplicações.

Smart et al., (1949) estudaram a formação de filmes a partir de acetatos de hemicelulose já em 1949. Bahcegul et al., (2012) também estudaram a produção de filmes de hemicelulose a base de glicose a partir de talos de algodão, que poderiam ser convertidos em bioetanol. Já Gabriellii; Gatenholm (2002) utilizaram a hemicelulose para a fabricação de hidrogéis. Mendes et al., (2017) observaram que as hemiceluloses e suas misturas têm propriedades satisfatórias compatíveis com aplicações relacionadas a alimentos e embalagens. Devido ao fato desses materiais serem disponíveis, comestíveis, sustentáveis, biodegradáveis, não-tóxico e ambientalmente corretos. XU et al., (2019) desenvolveram filmes a base de hemicelulose/quitosana reforçados com nanofibras de celulose para aplicações em embalagem de alimentos que necessitem de alta resistência mecânica e flexibilidade.

Por apresentar boas características e variedades de aplicações, uma possível e interessante aplicação para a hemicelulose é utilizá-la como um substrato flexível condutor para aplicação em sensores. Como a hemicelulose é um polímero não condutor, é necessária a inserção de cargas condutoras para que ela possa ser aplicada como substrato flexível para aplicação como

sensor. Nesse contexto, a inserção de nanopartículas de prata pode oferecer condutividade à hemicelulose.

Nanopartículas (NPs) são aglomerados de átomos que possuem dimensões extremamente pequenas, da ordem de dezenas de nanômetros. Elas são termodinamicamente instáveis e têm a tendência natural de se agregarem e crescerem (GONG et al., 2007; NOGUEIRA; PAINO; ZUCOLOTTI, 2013).

O uso de nanopartículas está ganhando impulso nos dias atuais pois apresentam uma grande área superficial e exibem propriedades mecânicas, óticas, magnéticas e químicas, distintas de partículas e superfícies macroscópicas (RAI; YADAV; GADE, 2009; ZARBIN, 2007).

Dentre os diversos tipos de nanopartículas metálicas com potencial aplicação podemos citar as nanopartículas de prata. As propriedades da prata são conhecidas há muitos anos e com crescentes avanços em nanotecnologia permitiram a produção de prata metálica como nanopartículas, as quais são mais eficientes do que os íons prata, já que necessitam de menores concentrações para atuarem de forma eficiente (DURÁN et al., 2010).

Vários processos para a obtenção de nanopartículas de prata existem atualmente, mas os métodos mais utilizados e conhecidos são a síntese por redução química (tradicionalmente empregada) e a síntese biogênica ou biológica (desenvolvida mais recentemente devido a sua rapidez, simplicidade e sustentabilidade). Os dois processos são baseados na redução de íons prata (Ag^+) a Ag^0 , formando as nanopartículas de prata (DURÁN et al., 2019; MULFINGER et al., 2007).

As nanopartículas de prata são as mais utilizadas do ponto de vista industrial e comercial graças às suas propriedades características, como estabilidade química, maleabilidade, flexibilidade, elevada condutividade elétrica e térmica, atividade catalítica, relativo baixo custo de produção e principalmente potente ação antimicrobiana frente a bactérias, vírus, fungos e protozoários (DURÁN et al., 2019).

Elas também podem ser usadas como cargas condutoras em polímeros para gerar condutividade elétrica a um polímero, visando utilizá-lo em sensores, por exemplo, para detectar variações de pressão, temperatura, umidade.

As utilizações de nanopartículas de prata se mostram extremamente diversificadas, sendo frequentemente destacadas em inúmeros estudos científicos voltados para o desenvolvimento de sensores. Fang e Lafdi (2022), por exemplo, exploraram o emprego de nanocompósitos sensoriais à base de resina epóxi enriquecida com nanopartículas de prata, destinados à avaliação de saúde estrutural (SHM). Esses dispositivos são projetados para identificar a evolução da difusão química e a deterioração do material ao longo do tempo. Paralelamente, Weng et al. (2022) criaram um sensor nanocompósito de filme fino, composto por MWNT-PDA-AgNP, destacando-se pela sua elevada sensibilidade na detecção de deformações microscópicas.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. Materiais

Neste estudo foram utilizadas as fibras de juta (*Corchorus capsularis*) para o processo de extração da hemicelulose. Os reagentes químicos foram o hidróxido de potássio (KOH) em lentilhas PA (85%) e o ácido acético glacial PA (99,8%) da marca Neon e o álcool etílico absoluto PA (99,5%) da marca Êxodo Científica. A nanopartícula de prata foi utilizada em forma de pó (<100nm), 99,5% da Sigma-Aldrich.

4.2. Extração da Hemicelulose

Os procedimentos de extração da hemicelulose seguiram o método desenvolvido por Kataoka et al, 2021 e Oliveira, 2017 (KATAOKA; HIDALGO FALLA; LUZ, 2022; OLIVEIRA, 2017). Para a extração da hemicelulose da juta, as fibras foram cortadas em comprimentos de 2 cm. Em seguida, 10 g de fibras foram imersas em 200 mL de água destilada por 1 h a temperatura ambiente e filtradas.

Após a filtração adicionou-se ao material a solução de KOH (Hidróxido de Potássio) 10% (m/v). As fibras foram deixadas na solução de KOH sob

agitação orbital à velocidade de 250 rpm e sob agitação mecânica à velocidade de 50 rpm, simultaneamente, por 3 h à temperatura ambiente (25°C).

Em seguida as fibras foram filtradas novamente e o líquido obtido, denominado de licor, teve seu pH ajustado para 4,8 utilizando-se ácido acético. O licor foi deixado em repouso por 24 h. Após esse tempo, o licor foi centrifugado durante 5 min a velocidade de 4000 rpm em temperatura ambiente (25°C).

Ao licor foi acrescentada a solução de precipitação (1:10 ácido acético e etanol). Para 100 mL de licor foi adicionado 125 mL da solução. Deixando em repouso por 24 h para que ocorresse a precipitação da hemicelulose. A porção hemicelulósica foi lavada com água destilada (200 mL) por 3 vezes. Finalmente, deixou-se a hemicelulose secar em temperatura ambiente por 24 h.

A Figura 5 ilustra as etapas do procedimento de extração da hemicelulose.

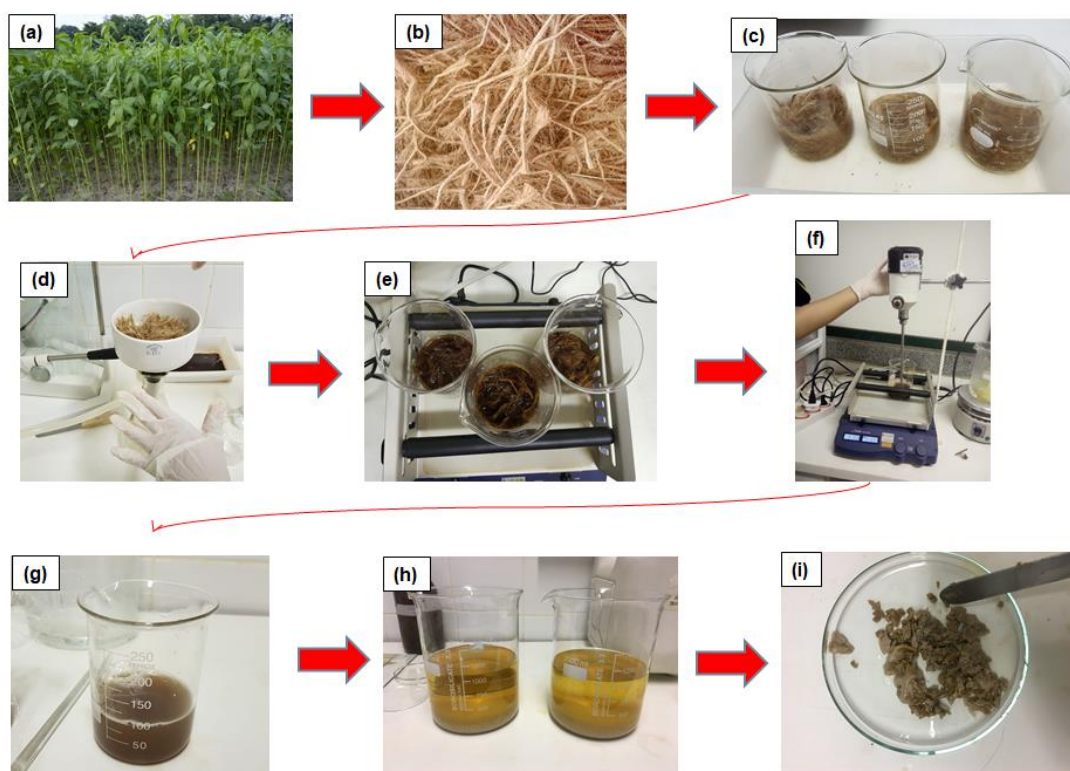


Figura 5: Etapas para a extração da hemicelulose da juta. **(a)** Campo de plantação de juta verde; **(b)** fibra de juta; **(c)** Fibras de juta imersas em água; **(d)** Filtração das fibras de juta; **(e)** Fibras imersas em KOH sob agitação orbital; **(f)** Fibras sob agitação mecânica; **(g)** Licor extraído; **(h)** Solução de precipitação; **(i)** Hemicelulose extraída.

4.3. Obtenção dos Filmes de Hemicelulose

Após a extração da hemicelulose produziu-se um filme polimérico utilizando a técnica de “water casting”, na qual o material é moldado utilizando água como solvente. A Figura 6 ilustra o procedimento para a obtenção do filme de hemicelulose.

Para tal técnica a hemicelulose foi solubilizada em água destilada à concentração de 33% (m/v) sob agitação magnética por 2 h à uma temperatura de 35°C. Após, a solução foi centrifugada a 4000 rpm durante 10 min e foi depositada sobre uma placa de vidro (30 x 40 cm) e deixou-se secar em temperatura ambiente por 7 dias.



Figura 6: Filme de hemicelulose de juta preparado por water casting. **(a)** Hemicelulose extraída; **(b)** Solução de hemicelulose vertida em placa de vidro; **(c)** Filme de hemicelulose.

4.4. Preparação dos Substratos Flexíveis de Hemicelulose Condutores

A partir da hemicelulose obtida de acordo com os procedimentos de extração já mencionados, adicionaram-se diferentes concentrações de nanopartículas de prata (AgNP), para a preparação dos nanocompósitos. Antes da adição, a hemicelulose foi seca em estufa por 24 h a 60°C. Então, a hemicelulose foi dissolvida em água destilada à 33% (m/v) com agitação magnética por 2 h a 35°C, em seguida foi centrifugada a 4000 rpm durante 10 min. A essa solução foram adicionadas concentrações variadas de nanopartículas de prata (0,0625%, 0,125%, 0,25%, 0,5%, 1% e 5% m/m) (Figura 7(a)). Em seguida, a solução ficou sob agitação magnética por 30 min a 60°C (Figura 7(b)). Finalmente, a solução foi vertida em uma placa de vidro (15

x 15 cm) (Figura 7(c)) e até a completa secagem em temperatura ambiente e formação do filme.

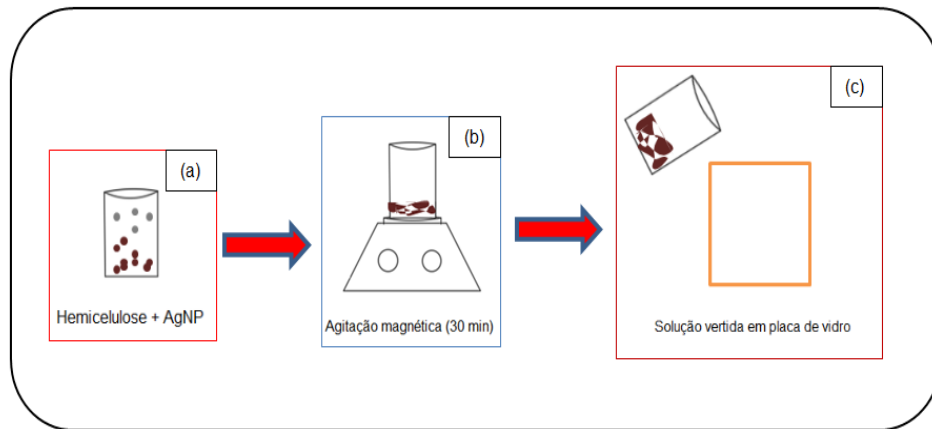


Figura 7: Etapas para a obtenção dos nanocompósitos. **(a)** Adição de nanopartículas de prata a hemicelulose; **(b)** Mistura por agitação magnética da hemicelulose com as nanopartículas de prata; **(c)** Solução vertida em placa de vidro para a formação do filme.

4.5. Preparação dos Substratos Flexíveis de Hemicelulose com Impressão de Tinta de Prata

Primeiramente houve a preparação da tinta de prata. Esta foi preparada por meio de uma solução com as nanopartículas obtidas da Sigma-Aldrich, utilizando 0,10 g de AgNP, 3 mL de acetona e 1 g de cola de silicone.

Para obtenção das impressões foi utilizada uma tela de serigrafia, de tecido de poliéster de 120 fios esticado sob um quadro de madeira 30 x 30 cm. Na qual, desenhos que representam um sensor foram gravados na tela (Figura 8).

Para o processo de impressão das placas utilizou-se filmes de hemicelulose de tamanho 2,5 x 6 cm. Com o auxílio da tela de serigrafia posicionou-se sobre as placas e depositou-se a tinta de prata na tela ao qual foi friccionada com um rodo de borracha na superfície da placa formando assim o desenho dos eletrodos.

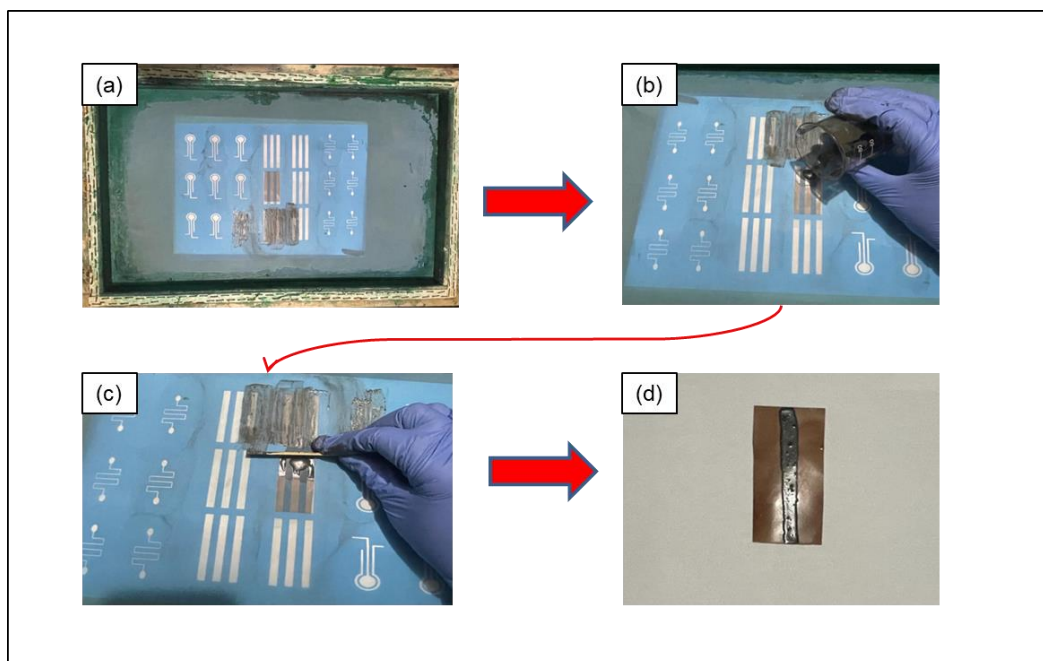


Figura 8: Processo de impressão da tinta condutora de prata no filme de hemicelulose. **(a)** Tela de serigrafia; **(b)** Tinta de prata vertida na tela; **(c)** Espalhamento da tinta de prata; **(d)** Filme de hemicelulose com a tinta de prata impressa.

4.6. Caracterizações por Termogravimétrica (TGA) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A hemicelulose pura e os nanocompósitos foram analisados por TGA (Termogravimetria) e DSC (Calorimetria Exploratória Diferencial) em um analisador térmico simultâneo TGA/DSC, modelo SDT Q600 (TA Instruments). Amostras de 10 mg foram adicionadas em cadinhos de alumina, sob atmosfera de N₂ (Nitrogênio) com fluxo de 50 mL/min, à taxa de aquecimento de 10°C/min, iniciando à temperatura ambiente até 950°C.

4.7. Caracterização Química dos Filmes por Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

Os filmes de hemicelulose e os filmes de hemicelulose com nanopartículas de prata foram analisados utilizando um espectrômetro Spectrum 400 da Perkin Elmer, utilizando a técnica de transmissão. Os espectros foram coletados na faixa de 400 a 4000 cm⁻¹, com uma resolução de

4 cm⁻¹ e 64 varreduras. A técnica foi utilizada para identificar as bandas características dos grupos funcionais presentes nas amostras.

4.8. Difração de Raios X (DRX)

As análises de difração de raios-X dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos foram conduzidas a temperatura ambiente em aparelho XRD-7000 Shimadzu, utilizando radiação K α do cobre (1,5418 Å), tensão de 40 kV e corrente 30 Ma. A caracterização por DRX foi realizada a fim de determinar as fases e estruturas cristalinas dos materiais, no intervalo de 2 θ entre 10 e 70° a uma velocidade de varredura de 2°/min.

4.9. Espectroscopia no Ultravioleta na Região do Visível (UV-Vis)

Os filmes de hemicelulose e os nanocompósitos foram analisados por um espectrômetro Evolution 220 da Thermo. Utilizando-se um suporte para amostras sólidas. Os espectros foram coletados entre 200 e 800 nm. A Equação 1 foi utilizada para calcular a transmitância dos valores de máxima absorbância das amostras.

$$T(\%) = 10^{(2-A)}$$

Equação 1: Cálculo da Transmitância.

Onde:

T (%) = transmitância.

A = absorbância (u.a).

4.10. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As amostras do filme de hemicelulose e nanocompósitos foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura para a caracterização da morfologia, como distribuição das partículas e presença de poros. As amostras foram submetidas ao recobrimento metálico com ouro com espessura

de 8 nm sob atmosfera de argônio, usando o equipamento de recobrimento metálico da marca Balzers modelo SCD 050 Sputter Coater. E analisadas em um microscópio eletrônico de varredura JEOL, modelo JSM- 7001F, com tensão de aceleração de 20 kV e magnificação de 50x, 100x, 500x e 1000x, utilizando elétrons secundários.

4.11. Microscopia Ótica (MO) dos Filmes de Hemicelulose e Determinação de Rugosidade

As amostras do filme de hemicelulose foram analisadas em um microscópio ótico para a caracterização da sua morfologia. Foi utilizado um microscópio ótico Hirox KH-1300 com magnificação de 200x e 500x, através do método de iluminação por transmissão de luz visível. A partir das imagens obtidas com o microscópio ótico para o filme de hemicelulose pura, utilizou-se o software Gwyddion 2.55 para analisar a microscopia ótica do filme com magnificação de 500x e assim determinar a sua rugosidade.

4.12. Determinação da Hidrofilicidade das Amostras pela Análise de Ângulo de Contato

As medições do ângulo de contato para determinar a hidrofilicidade dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos foram obtidas pelo método de gotejamento de água destilada na superfície da amostra, observando-se assim a tensão superficial entre a amostra e a gota. As medidas foram realizadas utilizando goniômetro desenvolvido por técnicos da Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Campina Grande – UFCG, localizado no Laboratório de Avaliação e Desenvolvimento de Biomateriais - Certbio. E utilizou-se o Software Angle Calculator 1.0 para determinar o ângulo da interface líquido-material.

Foram realizadas três medições em cada amostra do filme de hemicelulose, obtendo-se assim às médias dos ângulos de contato. Na Figura 9(a) é possível visualizar a deposição da primeira gota sobre a superfície da hemicelulose, nas figuras 9(b) e (c) visualizam-se a formação das segunda e

terceira gotas, respectivamente. Por fim, na imagem 9(d) tem-se a visualização das 3 gotas depositadas sobre a superfície do filme de hemicelulose.

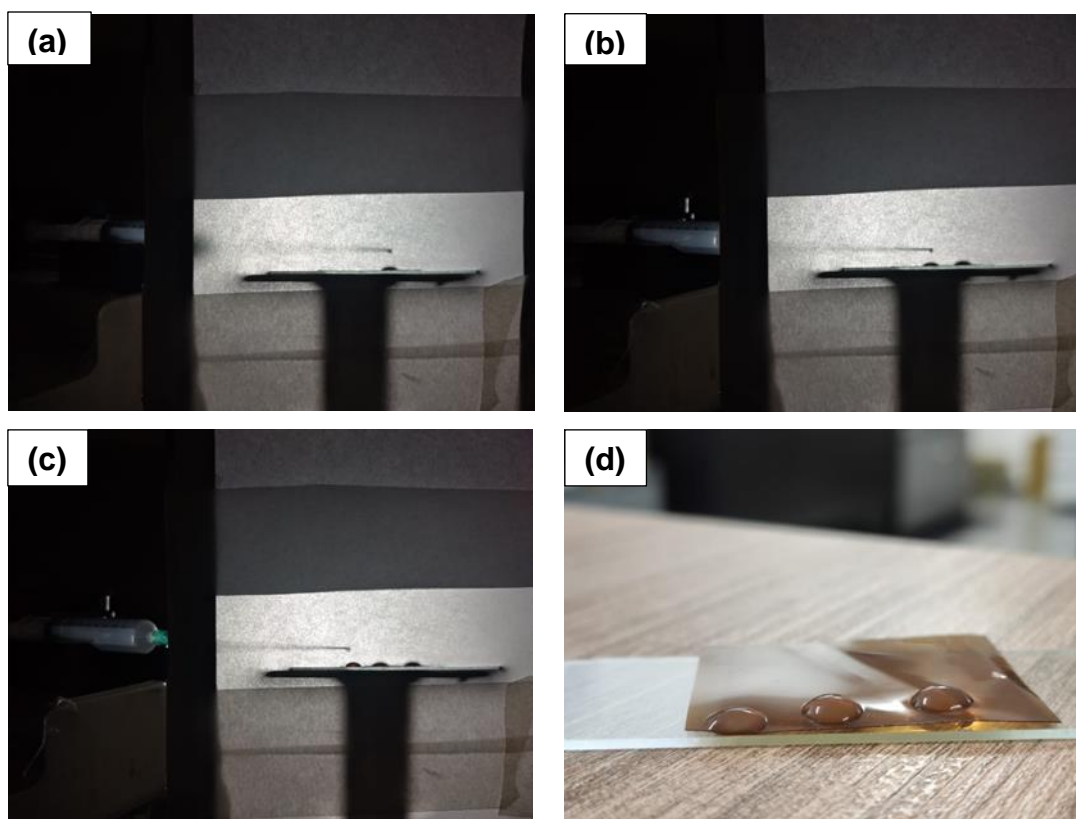


Figura 9: Imagens das gotas de água destilada sobre o filme de hemicelulose para análise de ângulo de contato. **(a)** Aplicação da primeira gota; **(b)** Aplicação da segunda gota; **(c)** Aplicação da terceira gota; **(d)** Três gotas de água destilada sob o filme de hemicelulose.

4.13. Análise de Umidade e Solubilidade do Filme de Hemicelulose

Para determinar a umidade da hemicelulose foi utilizado um analisador de umidade modelo ID200 da Marte. Ele identifica de forma precisa o teor de umidade de materiais, com base na perda de peso durante a secagem de uma pequena amostra, utilizando o método termogravimétrico. A análise foi realizada em triplicata utilizando 1 g de filme de hemicelulose.

Para determinar a solubilidade em água do filme de hemicelulose, a norma ASTM D570–98 (Teste Padrão para Absorção de Água de Plásticos) foi utilizada. O método seguido foi o de “imersão por vinte e quatro horas”. As amostras foram cortadas em dimensões de 100 x 15 mm e colocadas em uma estufa a vácuo (Tecnal) a uma temperatura de 50°C por um período de 24 h.

Em seguida, cada amostra foi pesada em uma balança analítica de precisão (massa seca). As amostras secas foram então imersas em 100 mL de água destilada por 90 minutos. A cada 15 minutos, as amostras foram removidas da água e secas delicadamente com um lenço de papel para remoção do excesso de água da superfície e pesadas (massa úmida), e devolvidas para a imersão e pesadas novamente até a completa dissolução. A determinação da absorção de água foi calculada de acordo com a Equação 2.

$$\text{Absorção em água (\%)} = \frac{(\text{massa úmida} - \text{massa seca})}{\text{massa seca}} \times 100 \%$$

Equação 2: Cálculo da Absorção em Água

4.14. Propriedades Mecânicas do Filme de Hemicelulose

As propriedades mecânicas dos filmes de hemicelulose foram realizadas de acordo com a norma ASTM D882-18 (Método de Teste Padrão para Propriedades de Tração de Filmes Plásticos Finos) utilizando uma máquina MTS – Landmark com uma célula de carga de 5 kN com taxa de velocidade de 1 mm/min. Os testes foram realizados em triplicatas nas dimensões de 100 x 15 mm.

Também foram avaliadas as propriedades mecânicas por meio da Análise Térmica Mecânica Dinâmica (DMA) utilizando um equipamento NETZSCH DMA modelo 242 E Artemis. O teste foi conduzido em amostras com dimensões de 10 x 5 mm, no intervalo de temperatura de 20 °C a 120 °C, com uma taxa de aquecimento de 3 °C/min e uma frequência de 1 Hz.

4.15. Determinação das Propriedades Elétricas dos Filmes e Viabilidade dos Materiais Aplicados à Sensores

Para a determinação da condutividade dos filmes de hemicelulose com nanopartículas de prata e filme de hemicelulose com tinta de prata impressa foi utilizado um multímetro digital ET-1649 – Minipa, sendo medidos a corrente elétrica e a tensão e, posteriormente, calculadas a condutividade elétrica.

A partir dos valores encontrados para a tensão e corrente elétrica, as Equações 3, 4 e 5 foram aplicadas para calcular os valores de resistência elétrica, resistividade e condutividade para cada filme.

$$U = R \cdot I \text{ [}\Omega \cdot \text{m]}$$

Equação 3: 1ª Lei de Ohm

Onde

U = Tensão elétrica (V)

R = Resistência elétrica (Ω)

I = Corrente elétrica (A)

$$R = \frac{\rho \cdot L}{A}$$

Equação 4: 2ª Lei de Ohm

Onde:

ρ = Resistividade ($\Omega \cdot \text{m}$)

L = Comprimento do conductor (m)

A = Área da seção transversal do condutor (m^2)

$$\rho = \frac{1}{\sigma}$$

Equação 5: Resistividade do material

Onde:

σ = Condutividade ($\Omega \cdot \text{m}$)⁻¹

4.15.1. Comportamento elétrico associado à deformação mecânica

Para investigar a relação entre deformação mecânica e comportamento elétrico, foram empregadas três abordagens distintas. A primeira, baseando-se no método direto descrito por Silva et al. (2011) consistiu em um ensaio de pressão impulsiva. Aqui, as amostras foram sujeitas a pressões de 0, 31,24,

46,86, e 62,48 MPa (correspondendo a 0,1, 1,5 e 2 toneladas medidas no manômetro de uma prensa hidráulica capaz de gerar até 30 toneladas de força. Durante trinta segundos, a amostra foi pressionada e a variação da corrente em amperes medida com o multímetro. Este processo foi repetido três vezes para cada nível de pressão. É importante mencionar que algumas amostras sofreram deformações devido à alta pressão.

A Figura 10 ilustra a metodologia utilizada para a obtenção das caracterizações elétricas, mediante aos três métodos aplicados.

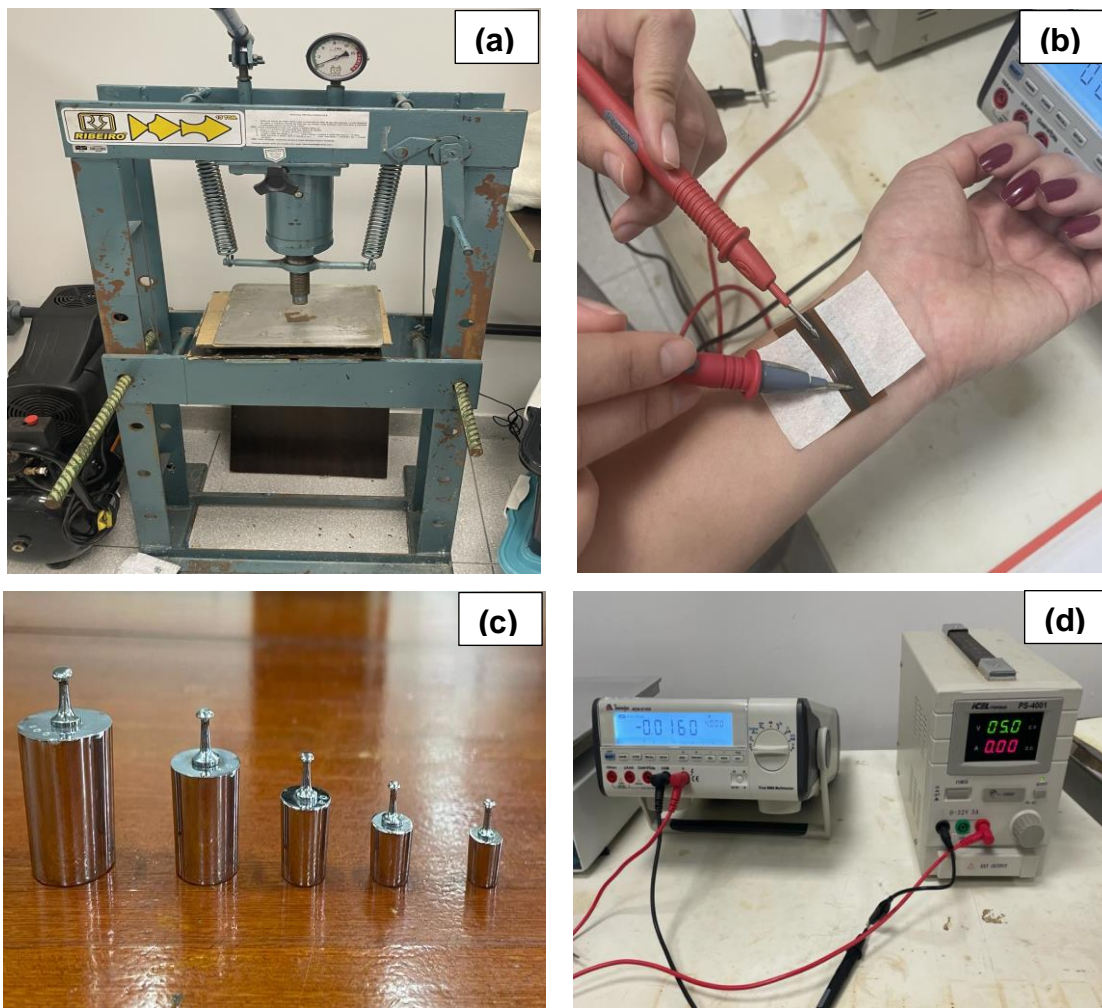


Figura 10: Experimentos aplicados para a determinação do comportamento elétrico dos filmes em função da pressão aplicada. **(a)** Prensa hidráulica; **(b)** Medição dos batimentos cardíacos no pulso; **(c)** Pesos de massas variáveis; **(d)** Multímetro de bancada e fonte de tensão.

A segunda técnica envolveu a aplicação de pesos de massa conhecida sobre as amostras para medir a corrente elétrica correspondente a cada nível de pressão, que variou de 0 a 2080,9 Pa (equivalente a 0, 5, 10, 20, 50 e 100 g). Esta abordagem também foi repetida três vezes para cada valor de pressão.

Finalmente, a terceira metodologia, inspirada nos trabalhos de Fan et al. (2017) e Gong et al. (2014), consistiu em medir os batimentos cardíacos por um minuto em estado de repouso e após exercício físico de agachamento. Simultaneamente, um sensor fixado no pulso registrava variações na corrente elétrica devido às mudanças na frequência de pulsação. Este procedimento também foi repetido três vezes para cada condição testada.

4.15.2. Comportamento elétrico associado a umidade

O estudo da ação da umidade nanocompósitos e filmes de hemicelulose impressos à umidade envolveu a exposição desses materiais a um ambiente úmido controlado, utilizando um dessecador. Durante este processo, foram realizadas medições de corrente elétrica e tensão com o uso de um multímetro de bancada.

As amostras foram mantidas nesse ambiente úmido por um período total de 120 minutos. A cada intervalo de 20 minutos, procedeu-se à medição da tensão e da corrente elétrica, até completar o tempo total de análise. Este procedimento foi repetido em triplicata para garantir a confiabilidade dos resultados.

4.15.3. Comportamento elétrico associado à mudança de temperatura

A influência da temperatura na resposta elétrica dos nanocompósitos e do filme de hemicelulose foi avaliada através de uma chapa de aquecimento digital da SolidSteel, no qual as amostras foram dispostas sobre a superfície da placa e a temperatura foi aumentada em 5° C a cada 10 minutos. A cada 10 minutos foi aferida a corrente elétrica e a tensão das amostras. Essas medidas foram realizadas em triplicata.

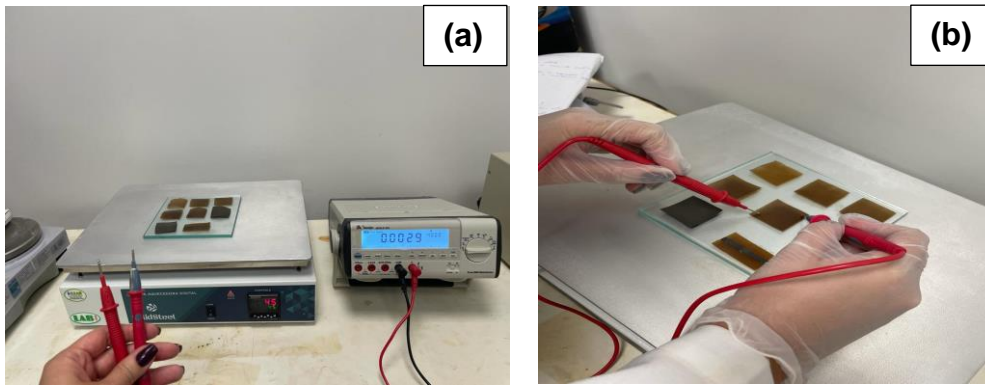


Figura 11: Imagens dos equipamentos utilizados para a obtenção do comportamento elétrico dos filmes em função da temperatura aplicada. **(a)** Sistema de aquecimento; **(b)** Medição das correntes elétricas e tensões das amostras.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Caracterização Geral dos Filmes de Hemicelulose

5.1.1. Análise da Microscopia Ótica (MO), Rugosidade e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do filme de hemicelulose

A morfologia e rugosidade da hemicelulose estão relacionadas às características intrínsecas desse polímero, como sua composição química, organização molecular propriedades físicas e mecânicas. A Figura 12 ilustra a microscopia ótica dos filmes de hemicelulose, com magnificação de 200x e 500x.

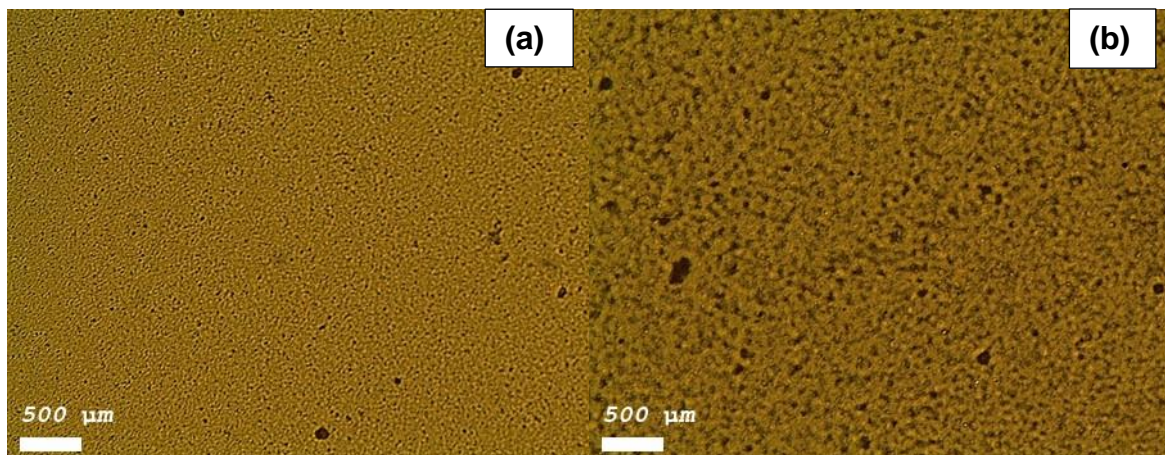


Figura 12: Imagens obtidas em microscópio ótico do filme de Hemicelulose com diferentes aumentos **(a)** 200x, **(b)** 500X.

É possível observar que há poucos poros na superfície do filme. Além disso, a superfície do filme é homogênea, sugerindo que a hemicelulose foi dissolvida de maneira eficiente durante sua produção. A presença de algumas partículas pode estar relacionada a resíduos da solução de KOH, como também foi observado por Oliveira (2017).

A partir da imagem de Microscopia Ótica com magnificação de 500X e utilizando um software foi possível obter a rugosidade do filme de hemicelulose. A Figura 13 ilustra o resultado obtido. Com um aumento de 500x a rugosidade média encontrada para o filme foi de 0,49 mm. Observa-se uma homogeneidade na superfície da amostra, com poucas variações nos valores encontrados em toda a amostra.

A rugosidade superficial de um filme é uma propriedade importante por afetar a qualidade da impressão dos substratos. Afetando a penetração da tinta no filme e a sua continuidade, o que pode resultar na desconexão entre partículas condutoras (AGATE et al., 2018).

Em geral, não foram observadas rugosidades acentuadas no filme. Essa rugosidade pode estar associada na forma de obtenção desse filme, a hemicelulose devido a sua boa solubilidade em água, não apresentou grandes aglomerados, resultando na baixa rugosidade encontrada (HUANG et al., 2018).

Embora o valor de rugosidade encontrado possa ser considerado baixo, existem estudos na literatura que reportam valores ainda menores para a rugosidade de filmes. Por exemplo, Tang et al., (2015) relataram uma rugosidade superficial de apenas $8,8 \times 10^{-7}$ mm em filmes de polidimetilsiloxano (PDMS) após a deposição a vácuo de prata, utilizados na criação de eletrodos enrugados para sensores sem fio altamente extensíveis. Já Park et al., (2018) identificaram uma rugosidade superficial de $3,21 \times 10^{-4}$ mm em seus filmes de poliimida, que foram desenvolvidos para uso em sensores de deformação.

É crucial, ao avaliar a rugosidade superficial de materiais poliméricos, considerar o método de medição empregado, que varia significativamente em função do instrumento utilizado, bem como do formato, rotação e velocidade de deslocamento do mesmo, além da natureza do material em análise (GOLHIN et al., 2023).

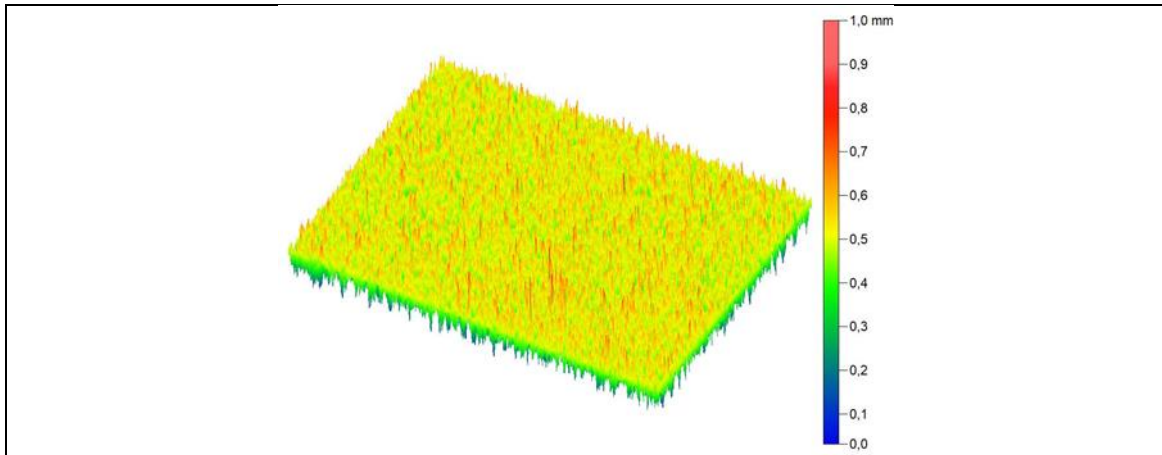


Figura 13: Rugosidade do filme de Hemicelulose para a imagem de MO com aumento de 500x. A coloração da superfície está mapeada de acordo com os valores da escala de cores a direita que se referem ao valor da rugosidade.

A Figura 14 ilustra as micrografias (MEV) para o filme de hemicelulose com diferentes ampliações 50x, 100x, 500x e 1000x. Ao analisar a morfologia do filme de hemicelulose, observa-se uma superfície homogênea corroborando com os resultados encontrados na literatura como, por exemplo, o visto por Claro; Matos; Magalhães (2017) nos seus filmes de hemicelulose. Observa-se também uma superfície lisa, com a presença de poucos poros, o que pode caracterizá-lo como um filme denso, corroborando com os resultados obtidos na microscopia ótica e na rugosidade encontrada para o filme de hemicelulose

Observou-se também a presença de algumas partículas, destacadas pelos círculos amarelos, que podem estar relacionadas a impurezas na amostra, como resíduos da solução de KOH que foi utilizada para extrair o polímero ou a presença do ouro utilizado para recobrir as amostras para realizar a análise, assim como também foi visto por Oliveira (2017) em seus filmes de hemicelulose.

Podem-se observar algumas ranhuras na superfície, destacadas pelas setas amarelas, que provavelmente está relacionada ao manuseio da amostra.

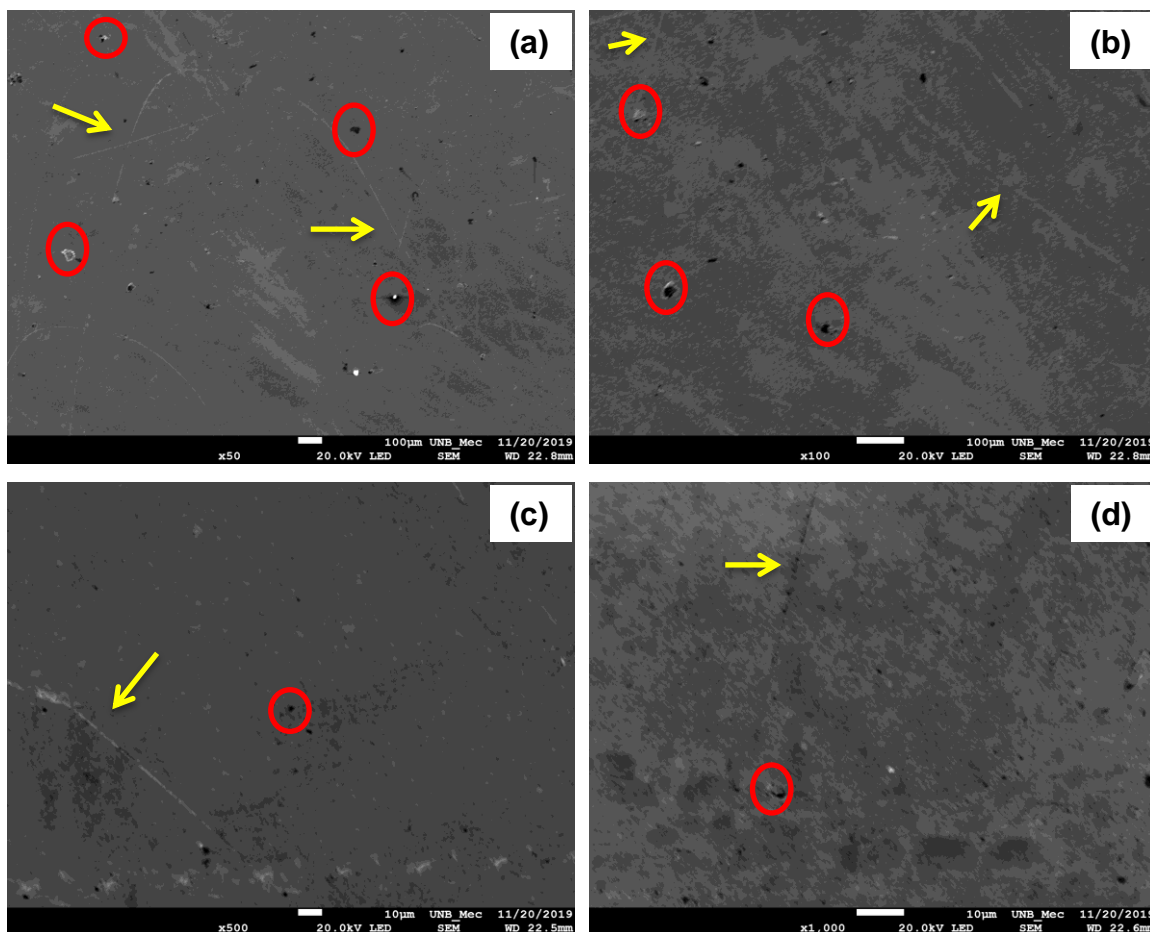


Figura 14: Micrografias de MEV do filme de Hemicelulose com diferentes aumentos (a) 50x, (b) 100x, (c) 500x, (d) 1000x.

Os resultados obtidos mostraram que o filme de hemicelulose apresenta uma baixa rugosidade e uma superfície homogênea, tanto na análise por microscopia ótica quanto na análise por microscopia eletrônica de varredura. A consistência entre os resultados das duas técnicas de análise indica que a hemicelulose foi bem dissolvida na obtenção do filme e não há grandes variações na morfologia da superfície. Essas características são importantes para determinar as propriedades e potenciais aplicações do filme de hemicelulose.

5.1.2. Análise do Teor de Umidade e Taxa de Absorção a Água do Filme de Hemicelulose

O teor de umidade é uma medida da quantidade de água presente no filme de hemicelulose. O teor de umidade pode influenciar a estabilidade

térmica, aumentando a taxa de degradação do material, e as propriedades mecânicas do filme. Portanto, é essencial controlar cuidadosamente o teor de umidade para garantir a qualidade e o desempenho desejados.

Os resultados mostraram que o teor de umidade do filme de hemicelulose foi em torno de 76,6%, o que é um valor elevado, confirmando seu caráter higroscópico. A hemicelulose apresenta uma configuração irregular e ausência de cristalinidade, o que a torna facilmente absorvente de água. Isso contribui para aumentar a flexibilidade das macromoléculas, bem como a área de superfície ou a ligação entre elas. Ao contrário da celulose, as hemiceluloses possuem uma estrutura mais aberta, o que as torna mais hidrofílicas e solúveis em água (SWEYGERS et al., 2022).

Na Figura 15, observam-se os resultados obtidos para o teor de absorção de água pelos filmes de hemicelulose. Esses resultados estão diretamente relacionados à característica de solubilidade da hemicelulose. No caso dos filmes de hemicelulose, a solubilidade é um aspecto importante, pois determina a capacidade do filme de se dispersar ou dissolver facilmente quando em contato com a água.

Essa propriedade pode afetar a capacidade de processamento do filme e sua aplicação em diferentes áreas, como embalagens, revestimentos ou materiais de liberação controlada.

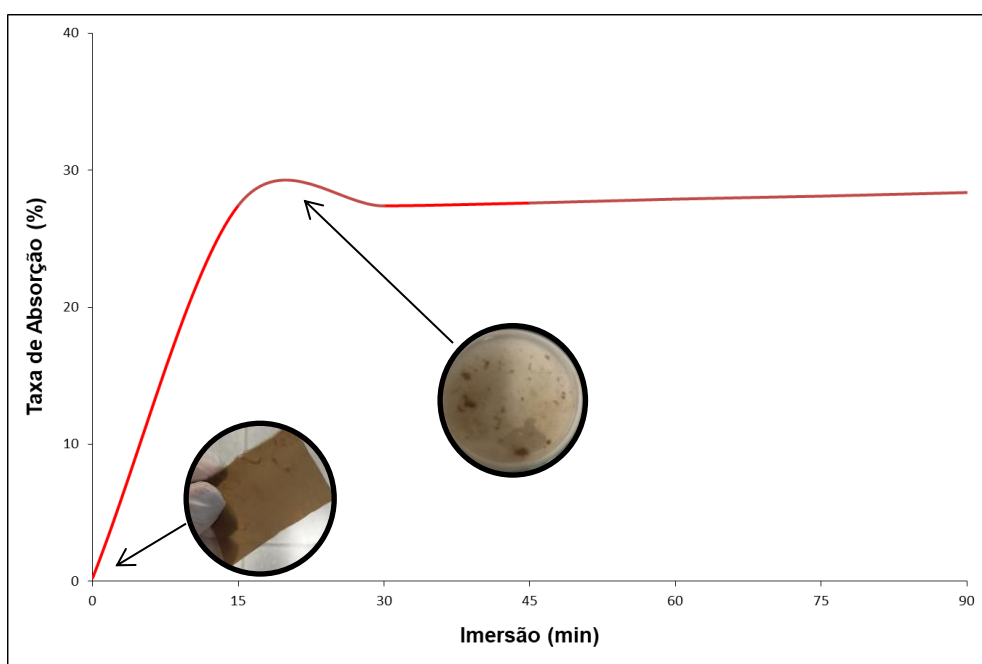


Figura 15: Taxa de Absorção de água do filme de hemicelulose.

Os resultados mostrados na Figura 15 revelam que o ensaio realizado para o filme de hemicelulose não pôde ser concluído integralmente. Isso se deve ao fato de que o filme apresenta alta solubilidade e afinidade com a água. Após a imersão do filme em meio aquoso, após cerca de 30 minutos o filme imediatamente amoleceu e se fragmentou, tornando inviável a retirada do filme de forma íntegra para a realização completa do ensaio. Essa observação foi igualmente relatada por Roldi-Oliveira et al., (2022) que constataram em suas pesquisas a completa dissolução da hemicelulose em um intervalo de seis minutos, empregando a técnica de Microbalança de Cristal de Quartzo (QCM).

A utilização de polímeros solúveis em sensores apresenta um potencial fascinante para transformar diversas áreas, especialmente no que diz respeito à sustentabilidade e à medicina. Sensores que se dissolvem naturalmente após o uso aliviam o problema do acúmulo de lixo eletrônico, pois se desintegram sem necessitar de processos de reciclagem complexos. Isso não apenas simplifica a gestão de resíduos, mas também contribui para a preservação ambiental, uma vez que a produção e o descarte se tornam mais sustentáveis. Dessa forma, o teor de umidade e a taxa de absorção de água são propriedades fundamentais que afetam a estrutura, a estabilidade, as propriedades mecânicas e a aplicabilidade dos filmes de hemicelulose. Controlar esses parâmetros adequadamente é crucial para obter filmes de boa qualidade e para garantir que eles sejam adequados para suas aplicações específicas.

5.1.3. Propriedades Mecânicas do Filme de Hemicelulose

As propriedades mecânicas são um fator crucial para garantir que o filme de hemicelulose possa ser utilizado em diferentes aplicações. O filme polimérico deve ter a capacidade de suportar forças externas, como impactos, estiramentos e deformações. A Figura 16 e a Tabela 3 apresentam os resultados obtidos no ensaio de tração para o filme de Hemicelulose.

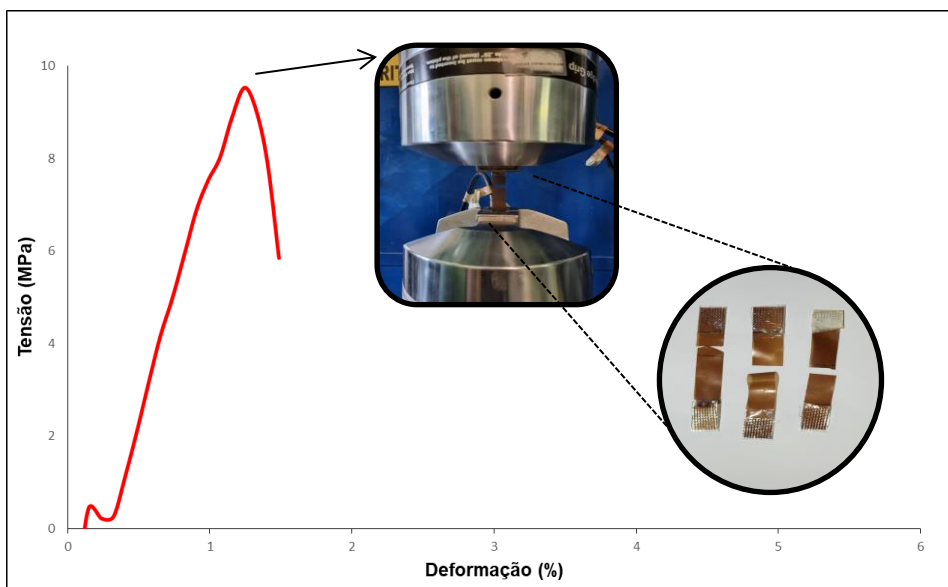


Figura 16: Curva tensão x deformação do filme de hemicelulose.

Tabela 3: Propriedades mecânicas de tração do filme de hemicelulose.

Propriedades	Filme de Hemicelulose	Filme de PDMS ^a	Filme de PET ^b
Limite de Resistência a Tração (MPa)	12,27 ± 1,76	4,20 ± 0,06	49,4
Módulo de Elasticidade (MPa)	13,73 ± 0,70	1,02 ± 0,06	15,5
Elongação, ϵ (%)	1,26 ± 0,38	2 ± 0,01	31,37

^a(FAN et al., 2017); ^b(VASYLIUS et al., 2023).

Os valores obtidos no ensaio de tração para o filme de hemicelulose indicam um limite de resistência à tração de $12,27 \pm 1,76$ MPa, um alongamento na ruptura de $1,26 \pm 0,38\%$ e um módulo de elasticidade de $13,73 \pm 0,70$ MPa. Esses resultados demonstram que o filme de hemicelulose possui baixos limites de resistência à tração e uma baixa elongação, o que sugere que o filme é frágil em sua natureza. Esse comportamento é esperado para a hemicelulose, uma vez que ela é um polímero amorfo com uma estrutura ramificada, resultando em baixo peso molecular, baixo grau de polimerização, baixo empacotamento e, conseqüentemente, baixa resistência (ROLDI-OLIVEIRA et al., 2022).

Além disso, o baixo valor do módulo de elasticidade encontrado indica que o filme de hemicelulose possui uma menor rigidez. Esses dados apontam que o filme é flexível (PACHEKOSKI; DALMOLIN; AGNELLI, 2014).

Ao analisar os resultados das propriedades mecânicas do filme de hemicelulose, conforme apresentado na Tabela 4, e compará-los com os dados de polímeros convencionais comumente empregados na confecção de sensores, tais como PDMS (Poli(dimetilsiloxano)) e PET (Polietileno tereftalato), percebe-se um panorama distinto. O filme de hemicelulose mostra um limite de resistência à tração e um módulo de elasticidade superiores ao PDMS, o que sugere uma menor tendência à fragilidade e uma rigidez aumentada em relação a este. Por outro lado, quando confrontado com o PET, o filme de hemicelulose denota uma resistência à tração inferior, implicando uma maior fragilidade e uma rigidez reduzida. A Figura 18 mostra os resultados a partir das curvas de DMA (Análise Dinâmica Mecânica) para o filme de hemicelulose. Por meio dessa técnica, obtém-se informações como o módulo de armazenamento (E'), o módulo de perda (E'') e sobre o amortecimento mecânico ($\tan \delta = E''/E'$) de um material, quando sujeito a uma solicitação mecânica. De acordo com (CANEVAROLO JR, S, 2006) todos os polímeros são viscoelásticos, isto é, apresentam quando deformados um comportamento simultâneo aos materiais elásticos e plásticos. O ensaio mecânico é uma abordagem eficaz para compreender o comportamento viscoelástico dos materiais poliméricos de forma mais simples (CASSU; FELISBERTI, 2005).

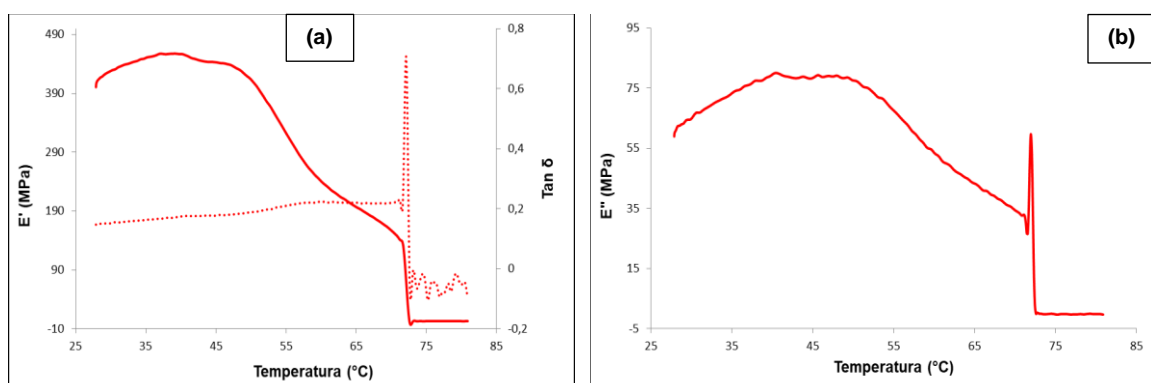


Figura 17: Curvas DMA do Filme de Hemicelulose. **(a)** Curvas módulo de armazenamento (E') x Temperatura ($^{\circ}\text{C}$) e amortecimento mecânico ($\tan \delta$) x Temperatura ($^{\circ}\text{C}$); **(b)** Curva módulo de perda (E'') x Temperatura ($^{\circ}\text{C}$).

O módulo de armazenamento é responsável por descrever sobre a rigidez do material. Observa-se pelo gráfico, que em temperatura ambiente, o valor do módulo de armazenamento se mantém alto. No entanto, à medida que a hemicelulose é aquecida, esse valor diminui. A partir de aproximadamente 72°C, ocorre uma queda brusca nesse módulo, como relatado por ROLDI-OLIVEIRA et al. (2022). Isso é devido à movimentação das cadeias do polímero, que favorece a perda da rigidez do material.

O módulo de perda, por sua vez, está relacionado com a energia dissipada pelo material durante deformações. Essa dissipação de energia é a resposta viscosa do material, conforme explicado por PALANIVEL et al. (2017). A curva do módulo de perda segue um comportamento semelhante ao do módulo de armazenamento, com uma diminuição de E'' à medida que a temperatura aumenta. Entretanto, em cerca de 72°C, observa-se um aumento desse valor. Isso ocorre devido à maior movimentação das moléculas poliméricas nessa temperatura, resultando em maior viscoelasticidade da hemicelulose. É importante destacar que os valores do módulo de perda são baixos, o que é esperado para polímeros testados em baixas temperaturas no estado vítreo, como relatado por ROLDI-OLIVEIRA et al. (2022).

O valor do $\tan \delta$ indica o grau de amortecimento mecânico de um sistema. Quanto maior o valor de $\tan \delta$, mais flexível é o material (CANEVAROLO, 2010). O pico $\delta \tan$ está relacionado à identificação da transição vítrea (T_g) dos polímeros. No entanto, devido à fragilidade do filme de hemicelulose, não é possível identificar a T_g , ela ocorre entre 150 e 220 °C (FARHAT et al., 2017b) e se rompe antes de atingir essa faixa de temperatura.

Os ensaios de tração do filme foram realizados no estado vítreo (abaixo de T_g), fornecendo informações sobre o comportamento viscoelástico do sistema polimérico (ROLDI-OLIVEIRA et al., 2022).

Ao conhecer e falar sobre as propriedades mecânicas do filme de hemicelulose é possível destacar seu potencial para substituir materiais plásticos convencionais, uma vez que oferece uma alternativa mais sustentável e amigável ao meio ambiente.

5.2. Caracterização dos Filmes de Hemicelulose com Nanopartículas de Prata (AgNPs)

A caracterização dos filmes de hemicelulose com diferentes concentrações de nanopartículas de prata é essencial para compreender e analisar as mudanças nas propriedades estruturais, morfológicas e térmicas do material. Para isso, técnicas como Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Difração de Raios-X (DRX), Ângulo de Contato, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Termogravimetria (TGA), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e Espectroscopia no Ultravioleta na Região do Visível (UV-Vis) podem ser utilizadas.

5.2.1. Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos

A espectroscopia por FTIR tem sido utilizada para identificar polissacarídeos, verificar sua pureza, realizar análises funcionais semiquantitativas, determinar a estrutura e investigar interações intermoleculares (FANG; SUN; TOMKINSON, 2000). A Figura 18 ilustra os espectros de FTIR para a fibra de juta *in natura*, o filme de hemicelulose e nanocompósitos. E a Tabela 4 mostra as principais bandas de absorção das amostras.

Na Figura 18, é possível observar a presença de bandas de absorção que são atribuídas a grupos funcionais da parede celular da hemicelulose. Uma banda em cerca de 3302 cm^{-1} é observada, a qual está relacionada aos grupos hidroxila (OH) presentes na hemicelulose, bem como à presença de água residual na amostra (ROSSA; SCIENZA; ZATTERA, 2013; ZHAO et al., 2017). Em 2915 cm^{-1} há uma banda correspondente à vibração de alongamento dos grupos CH, tanto simétricos quanto assimétricos, presentes nos componentes da hemicelulose (ABDULKHANI et al., 2020; ROSSA; SCIENZA; ZATTERA, 2013).

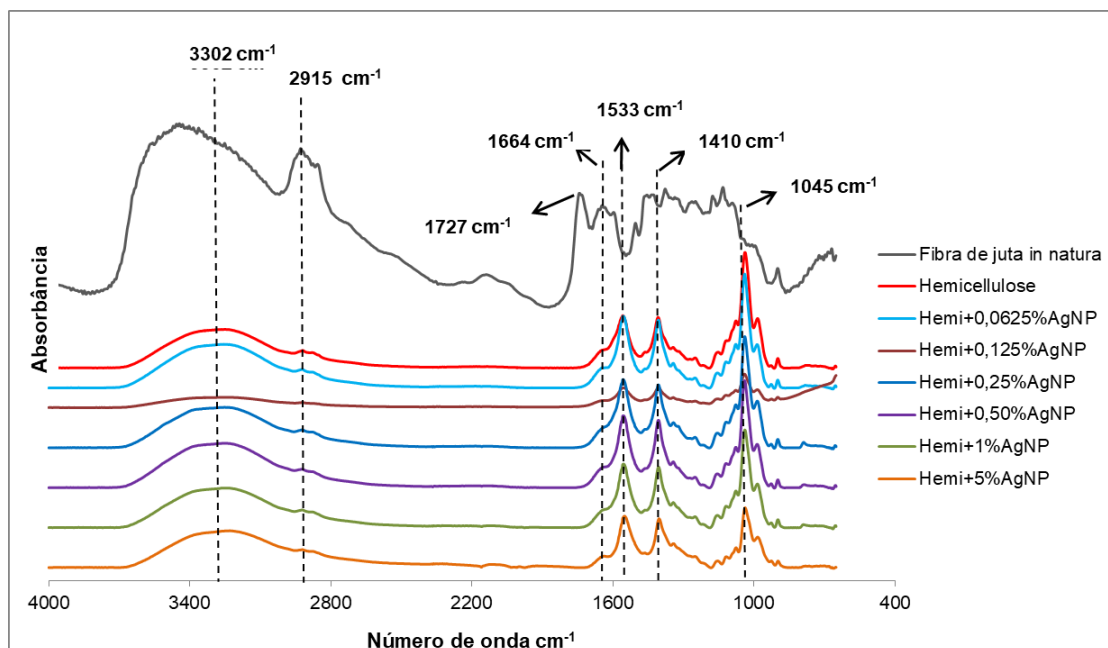


Figura 18: Espectros de FTIR do filme de Hemicelulose e nanocompositos.

Tabela 4: Principais bandas dos espectros do filme de hemicelulose e nanocompósitos.

Número de Onda (cm ⁻¹)	Atribuição das Bandas
3302	Estiramento dos grupos hidroxílicos (-OH) e água residual
2915	Estiramento dos grupos C-H, tanto simétricos quanto assimétricos
1727	Estiramento dos grupos carbonílicos (C=O) dos grupos éster da hemicelulose ou carboxílico da lignina
1664	Umidade absorvida
1533	Vibrações dos grupos C-H e O-H
1410	Vibração do grupo éster C-H, devido à acetilação parcial dos grupos hidroxila na hemicelulose
1045	Estiramento de grupos laterais (C-OH) e das ligações glicosídicas (C-O-C) da hemicelulose

De modo geral, percebe-se que o espectro de absorção da fibra de juta in natura pode exibir picos marcantes, característicos de componentes intrínsecos da fibra, tais como celulose, hemicelulose e lignina. As características espectrais da fibra de juta mostram similaridades com as do

filme de hemicelulose, contudo, existem outras características que são relacionadas aos componentes presentes antes da extração da hemicelulose, os quais são eliminados no processo de extração utilizando KOH. Por exemplo, a banda em 1750 cm^{-1} , evidente apenas na curva da fibra de juta in natura, está associada ao alongamento carbonila (C=O), que se deve ao estiramento do grupo ácido carboxílico da lignina ou do grupo éster da hemicelulose (KATAOKA, HIDALGO FALLA, LUZ, 2021; ROSSA, SCIENZA, ZATTERA, 2013). Já a banda em 1664 cm^{-1} está relacionada à umidade absorvida (HUANG et al., 2018). A banda em 1533 cm^{-1} representa vibrações dos grupos CH e OH presentes na hemicelulose, enquanto a banda em 1410 cm^{-1} corresponde à vibração do éster C-H, devido à acetilação parcial dos grupos hidroxila na hemicelulose (SABIHA-HANIM; AZIATUL-AKMA, 2016).

Finalmente, a banda em 1045 cm^{-1} decorre do alongamento de grupos laterais (C-OH) e das ligações glicosídicas (C-O-C) da hemicelulose (PENG et al., 2019).

Comparando os espectros, observa-se que a adição de AgNP altera a intensidade e, em alguns casos, a posição dos picos de absorção, que correspondem a diferentes grupos funcionais. As nanopartículas de prata parecem afetar principalmente os picos associados a ligações O-H, C-H e água absorvida, o que sugere que podem estar interagindo com os grupos hidroxila e éter da hemicelulose. À medida que a concentração de AgNP aumenta, algumas bandas de absorção se tornam mais intensas e nítidas, o que pode indicar uma interação mais forte ou um efeito de agregação das nanopartículas, podendo também ocorrer um deslocamento de alguns picos, o que é indicativo de mudanças na estrutura química ou na conformação dos polímeros.

As alterações nos espectros de FTIR com o aumento das concentrações de AgNP podem ser um indicativo de modificações nas interações intermoleculares e na organização estrutural da hemicelulose. Isso pode levar a mudanças nas propriedades físicas e químicas dos materiais, como a condutividade elétrica, o que é relevante para aplicações em sensores.

5.2.2. Análise por Difração de Raios X (DRX) dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos

A análise de DRX é uma técnica muito utilizada para investigar a estrutura cristalina dos materiais. A análise de difração de raios-X em materiais amorfos desempenha um papel crucial na compreensão de suas propriedades estruturais, os raios-X difratados não exibem picos distintos e nítidos, como observado em substâncias cristalinas. Em vez disso, eles apresentam um padrão de difusão amplo e sem características definidas.

Na Figura 19, é possível observar os difratogramas dos filmes de hemicelulose e de seus nanocompósitos. Conforme mencionado anteriormente, a hemicelulose é uma matriz de polissacarídeos amorfa, o que faz com que sua curva não apresente picos definidos e nítidos. Isso acontece devido às cadeias laterais presentes na hemicelulose, que impedem que as moléculas adotem uma estrutura regular (LIANG; WANG, 2016).

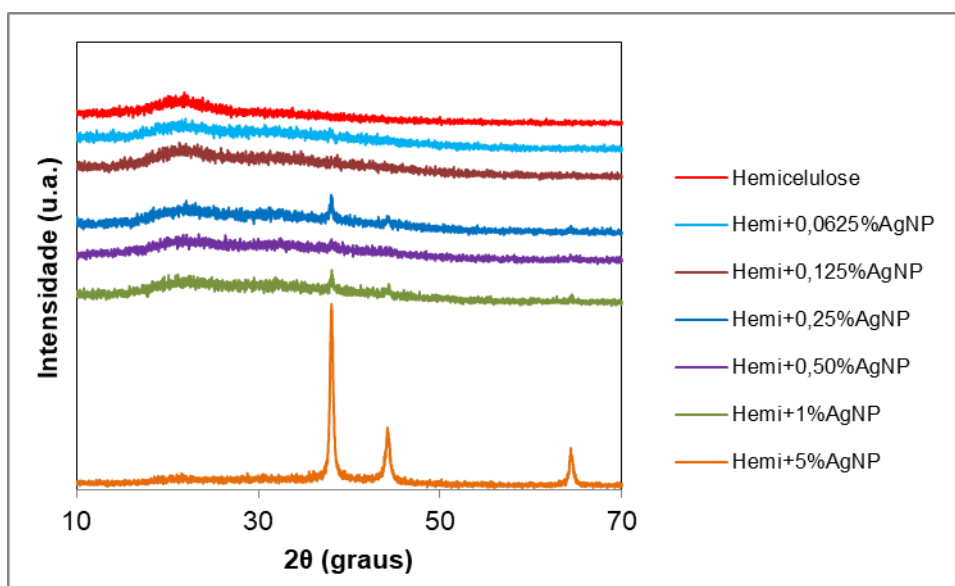


Figura 19: Difratograma do filme de Hemicelulose e seus nanocompósitos.

Na curva correspondente à hemicelulose, observa-se uma banda larga em torno de $2\theta = 20^\circ$, o que indica a estrutura amorfa da hemicelulose, conforme também foi observado por ABDULKHANI et al. (2020) e XU et al. (2019). Essa mesma banda, foi visível em todas as outras curvas referentes aos nanocompósitos de hemicelulose com nanopartícula de prata.

Analisando a Figura 19, é possível observar que a inserção das nanopartículas de prata na hemicelulose resultou no aparecimento de picos característicos. Esses padrões de difração de raios-X (DRX) são típicos de nanopartículas de prata com uma estrutura cúbica de face centrada (CFC). Os três picos principais estão localizados em $2\theta = 38^\circ$, 44° e 64° , correspondendo aos planos cristalinos (111), (200) e (220), respectivamente (GHODAKE et al., 2020). O pico correspondente ao plano (111) foi mais intenso que os outros planos, sugerindo que o plano (111) estava predominante na orientação (PENG; YANG; XIONG, 2013).

Além disso, à medida que a quantidade de nanopartículas de prata aumentou, esses picos se tornaram ainda mais intensos, culminando na maior concentração de AgNP, adição de 5% em massa. Esta curva exibiu picos que são mais representativos dos padrões de difração de raios-X (DRX) associados a nanopartículas de prata, conforme documentado na literatura e também relatado por Zeng et al. (2020).

Esses resultados indicam que a incorporação das nanopartículas de prata na matriz de hemicelulose está influenciando a estrutura cristalina resultante, sendo assim, comprova-se a distribuição das nanopartículas na matriz.

5.2.3. Hidrofilicidade dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos por ângulo de contato

A determinação de hidrofilicidade dos filmes por meio do ângulo de contato é uma abordagem comum e eficaz para avaliar a afinidade do material com a água. O ângulo de contato é definido como o ângulo formado entre a interface sólido/líquido (no caso, hemicelulose/água) na posição de equilíbrio. A interação entre o líquido e o sólido faz com que o método seja o mais utilizado para medir a tensão superficial de sólidos. A Tabela 5 mostra os resultados obtidos para os ângulos de contato.

Tabela 5: Medidas de ângulo de contato para o filme de Hemicelulose e seus nanocompósitos.

Amostra	Ângulo de Contato (°)
Hemicelulose	37,89 ± 2,72
Hemi + 0,0625% AgNP	33,79 ± 2,74
Hemi + 0,125% AgNP	37,05 ± 2,52
Hemi + 0,25% AgNP	34,41 ± 0,57
Hemi + 0,50% AgNP	33,85 ± 0,62
Hemi + 1,0% AgNP	31,28 ± 1,14
Hemi + 5,0% AgNP	32,47 ± 0,93

Quando uma gota de água é colocada em uma superfície hidrofílica, ela se espalha, formando um ângulo de contato baixo, próximo de 0°. Isso ocorre porque a energia superficial da superfície sólida é menor do que a energia superficial da gota de água, o que resulta em uma interação favorável entre as moléculas de água e a superfície.

Por outro lado, se uma gota de água é colocada em uma superfície hidrofóbica, ela tende a formar uma gota compacta, formando um ângulo de contato alto, próximo de 90°. Isso ocorre porque a energia superficial da superfície sólida é maior do que a energia superficial da gota de água, o que resulta em uma interação desfavorável entre as moléculas de água e a superfície.

A superfície do filme corresponde à hidrofobicidade quando o ângulo de contato é superior a 90°, enquanto é definida como hidrofílica quando o ângulo de contato é inferior a 90° (XU et al., 2019).

Ao analisar a Tabela 6, podemos observar que os filmes possuem uma superfície hidrofílica, uma vez que todos os ângulos estão no intervalo de $0^\circ \leq \theta < 90^\circ$. Esse resultado está em concordância com o encontrado na análise do teor de umidade e taxa de absorção de água do filme de hemicelulose. A literatura reporta polímeros como o PVA e o PEG, conhecidos por sua elevada hidrofiliabilidade e solubilidade em água, os quais são utilizados em sensores de umidade. Essas propriedades e aplicações foram detalhadas em investigações conduzidas por (Dias et al. (2022)). Essa informação é importante, pois a hidrofiliabilidade da hemicelulose desempenha um papel crucial em várias aplicações industriais. O caráter hidrofílico da hemicelulose, juntamente com

sua sensibilidade à umidade, são desafios significativos quando se trata de ampliar as aplicações da hemicelulose em materiais à base de produtos úmidos, pois isso pode facilitar a degradação do polímero (XU et al., 2019).

A determinação do ângulo de contato fornece uma medida quantitativa da hidrofobicidade da hemicelulose, contribuindo para o desenvolvimento de processos e produtos mais eficientes e adequados às necessidades específicas. Caso haja a intenção de utilizar a hemicelulose em aplicações que exijam a absorção de umidade e aceleração do processo de degradação, sua hidrofobicidade é uma característica requisitada.

Para aplicação dos filmes em sensores, por exemplo, esse resultado é desejável pelo fato do filme de hemicelulose ser confeccionado para um posterior contato com o corpo humano (DE SOUSA et al., 2017).

5.2.4. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) dos nanocompósitos

A Figura 20 ilustra as micrografias (MEV) para o filme de hemicelulose com diferentes concentrações de nanopartículas de prata (AgNPs).

Diferente do filme de hemicelulose mencionado anteriormente no tópico 5.1.1 referente as imagens de MEV do filme de hemicelulose, observa-se uma superfície heterogênea, com a presença de várias partículas. Essas partículas podem ser associadas a conglomerados de impurezas na amostra, como resíduos da solução de KOH utilizado na extração do polímero, o ouro utilizado para recobrir a amostra e realizar a análise, além das próprias nanopartículas de prata presentes no filme. Também são visíveis ranhuras na amostra, provavelmente decorrentes do manuseio do material.

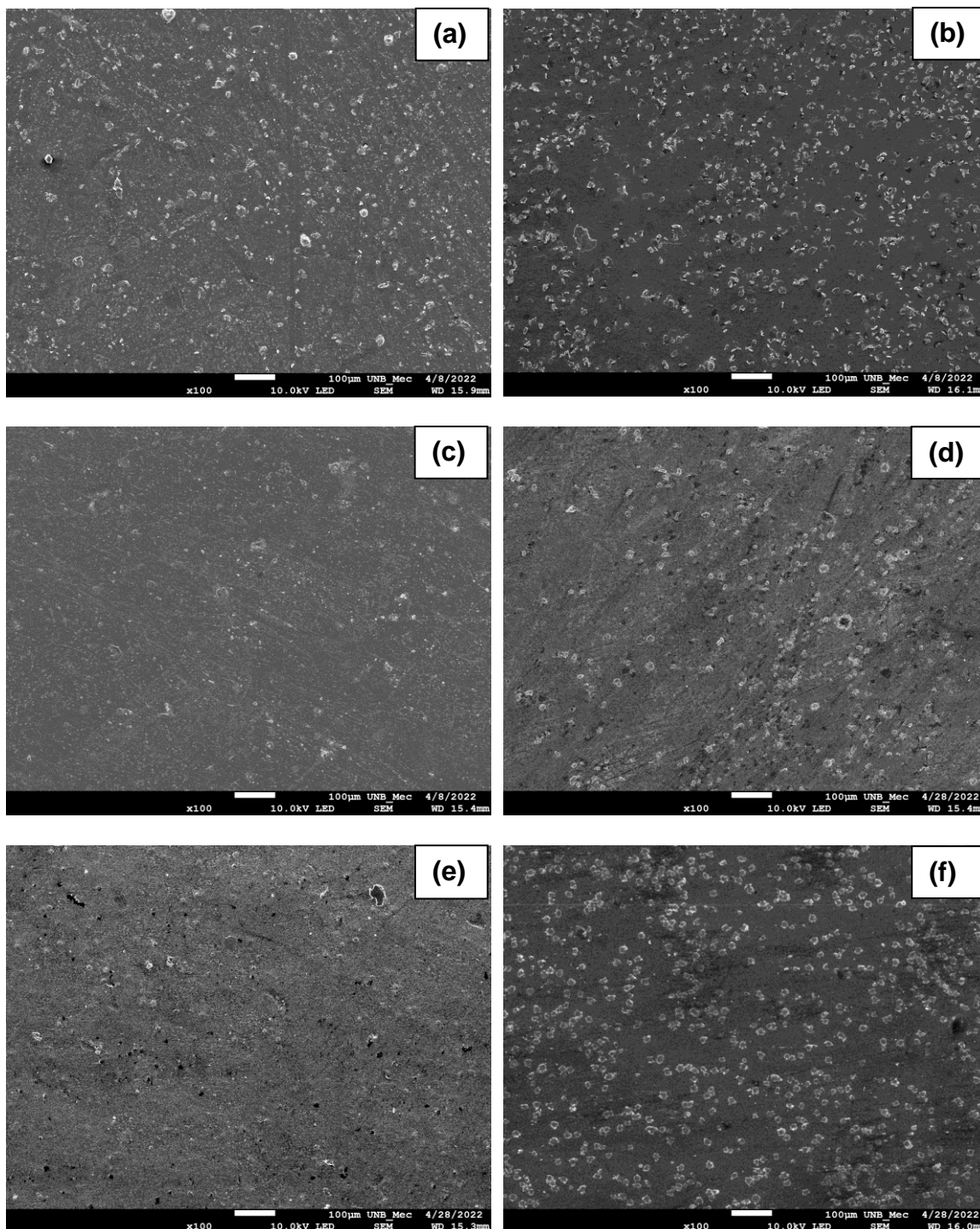


Figura 20: Micrografias (MEV) dos filmes de Hemicelulose com diferentes concentrações de AgNP. **(a)** 0,0625%, **(b)** 0,125%, **(c)** 0,25%, **(d)** 0,50%, **(e)** 1,0% e **(f)** 5,0% (m/m).

Para confirmar a presença de impurezas e das nanopartículas de prata, foram realizadas análises por MEV com Espectroscopia de Raios X por Energia Dispersiva (EDS). Os resultados obtidos estão resumidos na Tabela 6. É importante destacar que, embora a análise por EDS tenha confirmado a

presença de nanopartículas de prata, as quantidades encontradas não estão proporcionais à quantidade de AgNPs inseridas. Isso pode ocorrer devido à imprecisão dessa técnica durante a análise. Essa análise foi realizada para ter uma noção preliminar da presença das nanopartículas nas amostras e confirmar sua existência, porém, para obter uma quantificação mais precisa, seria necessário realizar uma análise mais detalhada, utilizando um Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET), por exemplo.

Tabela 6: Análise por EDS dos nanocompósitos.

Amostra	Carbono (C) %	Potássio (K) %	Oxigênio(O) %	Prata (Ag) (%)
Hemicelulose+0,0625% AgNP	-	3,30	82,34	14,36
Hemicelulose+0,125% AgNP	30,59	16,28	52,23	0,90
Hemicelulose+0,25% AgNP	32,42	3,312	44,27	6,04
Hemicelulose+0,50% AgNP	32,53	15,17	50,43	1,86
Hemicelulose+1% AgNP	30,46	14,98	51,16	3,40
Hemicelulose+5% AgNP	34,97	12,23	51,79	1,01

Na análise da Tabela 6, percebe-se uma ausência de linearidade nos resultados referentes ao teor de prata, o que pode ser atribuído à aglomeração e má dispersão das nanopartículas. A tendência das nanopartículas de prata de formar aglomerados em vez de se distribuir homogêneaemente pode levar a discrepâncias nos dados obtidos por espectroscopia por dispersão de energia. Como também, as limitações inerentes à técnica de EDS, que nem sempre detecta variações sutis nas concentrações de nanopartículas, podem contribuir para a não linearidade observada. No contexto dos polímeros, o uso do EDS é ainda mais desafiador devido à necessidade de uma corrente específica durante a análise, o que, dependendo do equipamento, pode não ser atingido sem o auxílio de acessórios especializados.

Apesar de os valores obtidos pelo EDS não serem precisos, eles fornecem uma confirmação da presença de nanopartículas de prata nos filmes e estão em concordância com os resultados encontrados na análise por DRX. A presença das nanopartículas de prata nos filmes de hemicelulose foi identificada de forma consistente em ambas as análises, o que fortalece a evidência da sua presença.

Também foi observada a presença de carbono e oxigênio, que são elementos básicos dos materiais lignocelulósicos, como a hemicelulose e a celulose. A porcentagem de potássio presente na amostra provavelmente é proveniente dos resíduos de potássio resultantes do processo de extração da hemicelulose.

5.2.5. Análise Térmica por Termogravimetria (TGA) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos

As análises térmicas desempenham um papel importante na caracterização de filmes de hemicelulose e nanocompósitos. Essas análises permitem entender as propriedades térmicas desses materiais e fornecer informações valiosas sobre sua estabilidade térmica, processabilidade e aplicabilidade em diversas áreas, como em dispositivos eletrônicos, por exemplo.

Uma das principais técnicas utilizadas nas análises térmicas é a análise termogravimétrica (TG), que consiste em aquecer o material e registrar a variação de massa em função da temperatura. No caso dos filmes de hemicelulose, a TG pode ser usada para determinar a estabilidade térmica do material, identificar a presença de voláteis, avaliar a degradação térmica e entender os processos de degradação que podem ocorrer durante o uso ou armazenamento.

A Figura 21 ilustra as curvas TG/DTG dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos. E a Tabela 7 mostra os valores de estabilidade de cada composição e a temperatura de degradação para cada estágio de perda de massa.

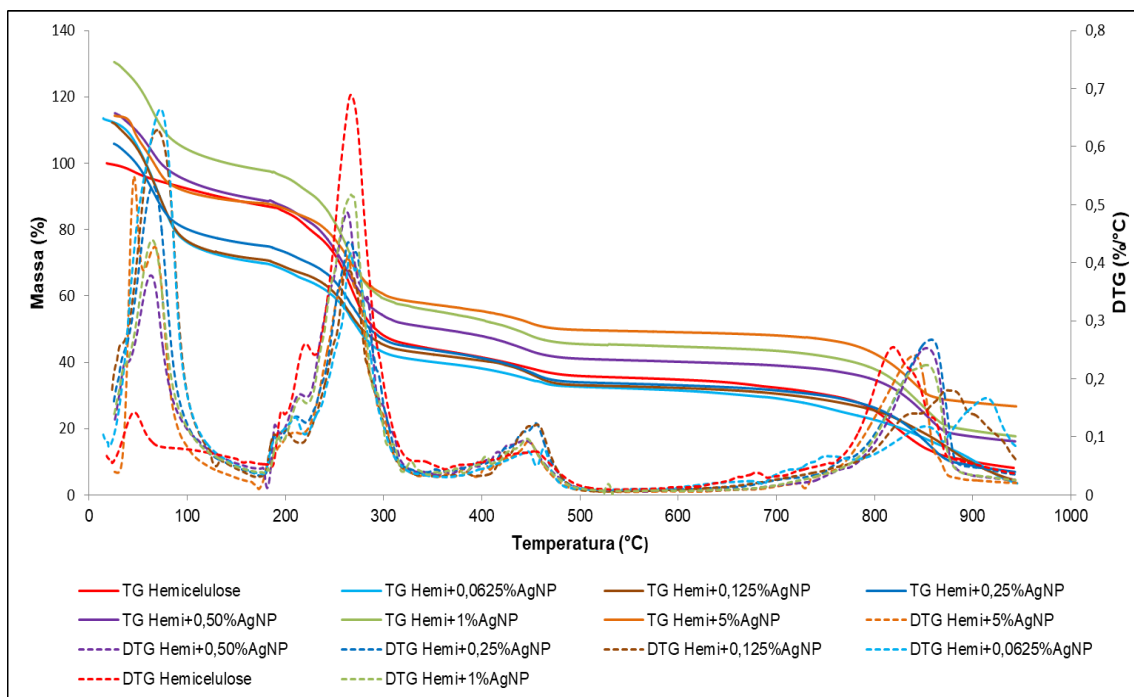


Figura 21: Curvas TG e DTG dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos.

Tabela 7: Temperaturas de estabilidade térmica e degradação para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos.

Amostra	Estabilidade de Térmica -T _i (°C)	Temperatura de Degradação (°C)			
		1° Estágio	2° Estágio	3° Estágio	4° Estágio
Hemicelulose	178	45,3	264,8	454,0	819,0
Hemi+0,0625%AgNP	183	70,5	264,0	464,3	849,5
Hemi+0,125%AgNP	185	67,5	268,9	448,2	870,8
Hemi+0,25%AgNP	187	62,3	270,9	449,9	853,4
Hemi+0,50%AgNP	188	58,4	257,2	418,0	842,1
Hemi+1,0%AgNP	189	58,0	257,2	418,0	842,1
Hemi+5,0%AgNP	188	50,9	258,5	434,7	826,7

Observam-se nas curvas que há quatro estágios de perda de massa. O primeiro pico que é referente ao início da perda de umidade da hemicelulose, ocorrendo à desidratação e clivagem das suas cadeias laterais (YEO et al., 2019) e pertence ao primeiro estágio de perda de massa. O segundo estágio de perda de massa é referente à degradação da hemicelulose. A hemicelulose inicia sua decomposição facilmente entre 220 e 315°C (YANG et al., 2007).

O terceiro pico, referente ao terceiro estágio de perda de massa, está relacionado à degradação da celulose (ROLDI-OLIVEIRA et al., 2022). E o quarto pico, referente ao quarto estágio de degradação, está relacionado a resíduos da solução de KOH (óxido de potássio após a queima), utilizada na extração da hemicelulose, com sua possível conversão em óxido. A estabilidade térmica apresentada para os filmes foi em média de 185°C.

Observou-se que a introdução de diferentes concentrações de nanopartículas de prata (AgNPs) na matriz de hemicelulose afetou suas propriedades térmicas de maneira complexa, alterando o perfil das curvas térmicas. Durante as fases iniciais da degradação térmica, as AgNPs aceleraram a degradação da matriz polimérica, enquanto em temperaturas mais altas, contribuíram para uma maior estabilidade térmica. Comparativamente, os filmes nanocompósitos mostraram maior estabilidade térmica do que os filmes de hemicelulose pura. A presença das nanopartículas de prata parece influenciar a estabilidade térmica da hemicelulose, conforme indicado por variações nos picos DTG em relação à hemicelulose pura. Essa mudança é atribuída à maior estabilidade térmica inerente da prata metálica (MAKVANDI et al., 2015; ROZILAH et al., 2020).

Ao analisar a posição e intensidade dos picos DTG da hemicelulose pura em comparação com amostras contendo AgNP, nota-se que a adição de nanopartículas modifica esses parâmetros. Isso sugere que as AgNPs estão afetando a cinética de degradação da hemicelulose.

A análise dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos através da Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) revelou aspectos interessantes sobre seus eventos térmicos. De acordo com as curvas de DSC apresentadas na Figura 22, foi possível detectar quatro eventos térmicos principais no filme de hemicelulose.

O primeiro evento é endotérmico e possui baixa energia, ocorrendo em torno de 46°C e está relacionado à perda de umidade. Em seguida, há um segundo evento endotérmico, relacionado à temperatura de transição vítrea (T_g) da hemicelulose, que acontece a 196°C (FARHAT et al., 2017b; ROLDI-OLIVEIRA et al., 2022). O terceiro evento é exotérmico, em 262,08°C e corresponde à própria degradação da hemicelulose (SABIHA-HANIM; AZIATUL-AKMA, 2016). E no quarto evento observa-se a ocorrência de

ondulações endotérmicas largas e pouco definidas, sem caracterizar picos. Tal evento é atribuído à degradação da porção celulósica presente nas amostras, assim como também foi visto por Oliveira et al. (2022).

Outros eventos também podem ser observados, como um outro pico endotérmico que ocorre a 768°C, podendo estar relacionado à pirólise da lignina, assim como também foi visto por Yang et al. (2007). E um pico exotérmico a 796°C referente aos óxidos de potássio residuais da solução de extração. Em temperaturas mais elevadas, observa-se a presença de picos exotérmicos que podem estar relacionados a pequenas porções de extrativos presentes nas amostras, como também foi observado por Oliveira et al. (2022).

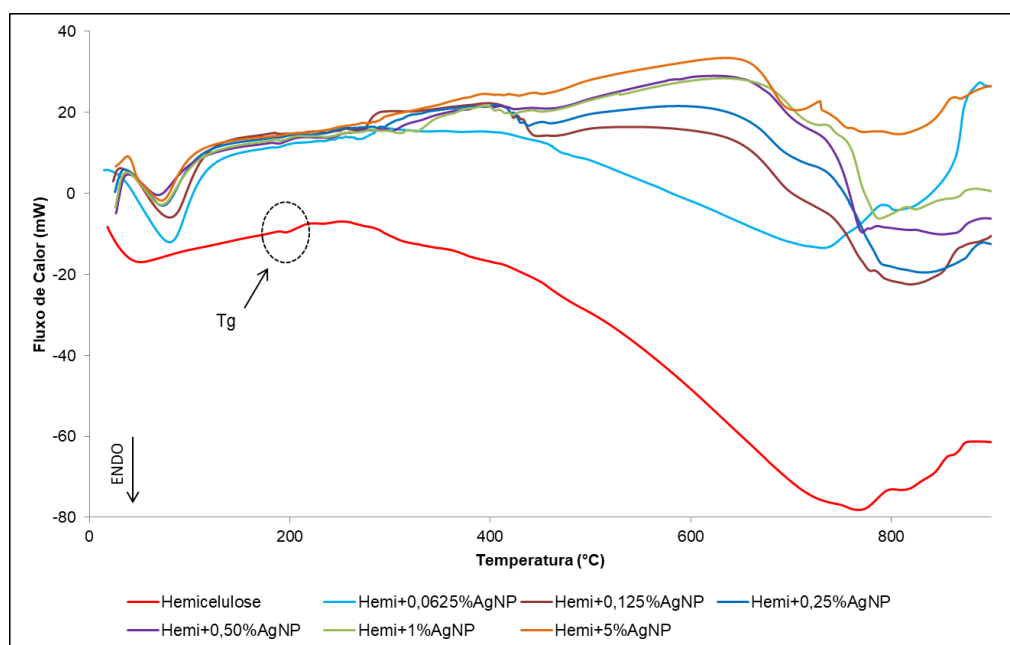


Figura 22: Curvas DSC dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos.

Observou-se para todas as curvas que à medida que a concentração de nanopartículas de prata (AgNP) aumentou nos filmes, os eventos térmicos apresentaram mudanças. Isso sugere que as AgNP estão afetando as propriedades térmicas da hemicelulose. Este fenômeno é corroborado por estudos anteriores, como os realizados por Motelica et al. (2021), que ao incorporar nanopartículas de prata em filmes de alginato para criar materiais biodegradáveis com ação antibacteriana, notaram alterações significativas no comportamento térmico. Essas mudanças incluíram, por exemplo, o

deslocamento das curvas térmicas quando comparadas aos filmes de alginato sem adição de nanopartículas.

As nanopartículas de prata podem influenciar as curvas de DSC de várias maneiras. Quando incorporadas à hemicelulose, as AgNPs podem alterar a estabilidade térmica do polímero. Isso é evidenciado pelo deslocamento das temperaturas de transição vítrea (T_g) e de outros eventos térmicos para valores mais altos, o que geralmente indica uma melhoria na estabilidade térmica, o que foi observado nas curvas de TG/DTG para as amostras. Além disso, a incorporação de nanopartículas de prata (AgNP) pode resultar em variações nos valores de fluxo de calor, indicando possíveis mudanças na capacidade calorífica do material. Estas alterações são geralmente influenciadas pela quantidade e pela distribuição das AgNP dentro da hemicelulose. Nota-se que um aumento na concentração de AgNP, como visto na amostra Hemi+5%AgNP, está associado a um aumento no fluxo de calor necessário para a ocorrência dos eventos térmicos.

5.2.6. Espectroscopia no Ultravioleta na Região do Visível (UV-Vis) dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos

Na Figura 23, são apresentados os espectros dos filmes de hemicelulose e dos nanocompósitos, enquanto que na Tabela 8 estão listados os valores máximos de absorbância e transmitância, juntamente com os respectivos comprimentos de onda para cada amostra de filme.

Os filmes demonstram uma absorção ampla na faixa de 200 a 800 nm. A técnica de espectroscopia UV-vis é importante para confirmar a formação e estabilidade das nanopartículas de prata em soluções aquosas. O tamanho e forma das AgNPs influenciam diretamente na localização espectral e na largura da banda de absorção. As AgNPs normalmente exibem um pico de absorção máximo na faixa de 400–440 nm (KWON et al., 2020).

Analisando a Tabela 8 percebe-se que as amostras têm comprimentos de onda semelhantes, sugerindo que as nanopartículas de prata usadas têm tamanhos regulares (MOCK et al., 2002). Todas as curvas mostram um pico de absorção, onde a absorbância é máxima, e então declinam à medida que o

comprimento de onda aumenta. Isso sugere que a substância absorve mais luz em comprimentos de onda específicos e menos em outros.

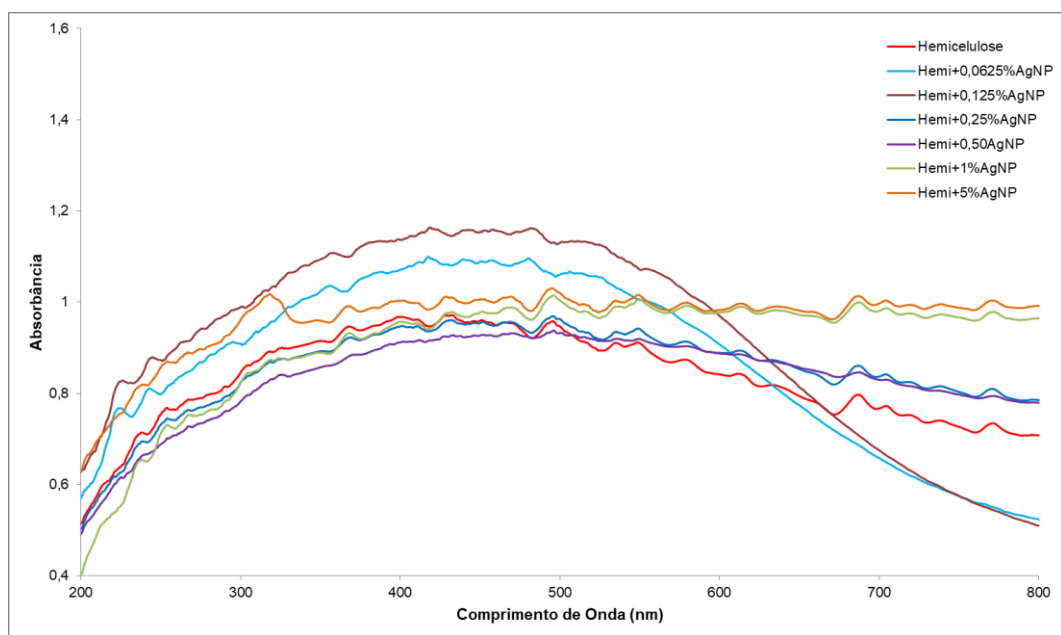


Figura 23: Espectro UV-vis do filme de hemicelulose e dos nanocompósitos.

Tabela 8: Comprimentos de onda (nm), absorbância e transmitância para o filme de hemicelulose e nanocompósitos.

Amostra	Comprimento de onda (máx) (nm)	Absorbância (u.a.)	Transmitância (%)
Hemicelulose	429	0,97	10,71
Hemi+0,0625%AgNP	417	1,10	7,94
Hemi+0,125%AgNP	419	1,16	6,92
Hemi+0,25%AgNP	501	0,96	10,96
Hemi+0,50%AgNP	501	0,93	11,75
Hemi+1,0%AgNP	500	1,0	10,0
Hemi+5,0%AgNP	495	1,03	9,33

Conforme a lei de Beer-Lambert, a quantidade de luz absorvida ou transmitida por uma solução depende da concentração do soluto e da espessura da solução (CANASSA, 2018). A transmitância, inversamente proporcional à absorbância, está ligada à capacidade do material em transmitir luz (LICARI; SWANSON, 2011). Há diminuição da transmitância com o

aumento da dificuldade que a luz tem em atravessar a amostra (BURGESS, 2017). Portanto, espera-se valores maiores de absorção para amostras com maiores concentrações de AgNPs.

Os valores de absorbância e transmitância das amostras não mostraram uma relação linear. Os maiores valores de absorbância foram observados para as amostras Hemi+0,0625%AgNP e Hemi+0,125%AgNP, sugerindo uma influência das nanopartículas de prata na estrutura ou composição química da hemicelulose. As amostras Hemi+0,25%AgNPs e Hemi+0,50%AgNPs apresentaram redução na absorbância, possivelmente devido à má dispersão das nanopartículas (BURGESS, 2017). Pela Figura 24 observa-se que esses filmes apresentaram uma coloração bem próxima ao filme de hemicelulose pura, justificando também esse resultado.

Variações na intensidade dos picos de absorção podem estar relacionadas à concentração, forma e tamanho das nanopartículas de prata, como observado em estudos anteriores, que observaram em seu trabalho variações na intensidade dos picos de absorção relacionando-as a concentração, a forma e ao tamanho das nanopartículas de prata.

As variações na intensidade dos picos de absorção podem ser atribuídas a alterações na concentração, na forma e no tamanho das nanopartículas de prata. Isso é corroborado por estudos anteriores, como o de Peng; Yang; Xiong, (2013), que também notaram em suas pesquisas que mudanças na intensidade dos picos de absorção estão associadas com a concentração, forma e tamanho das nanopartículas de prata.

Os resultados alcançados na análise ultravioleta estão em consonância com descobertas de estudos anteriores e com os resultados encontrados nas análises anteriores realizadas neste trabalho, reforçando a detecção de nanopartículas de prata incorporadas em várias concentrações na matriz de hemicelulose. A Figura 24 demonstra a alteração na coloração dos filmes decorrente da adição de nanopartículas.

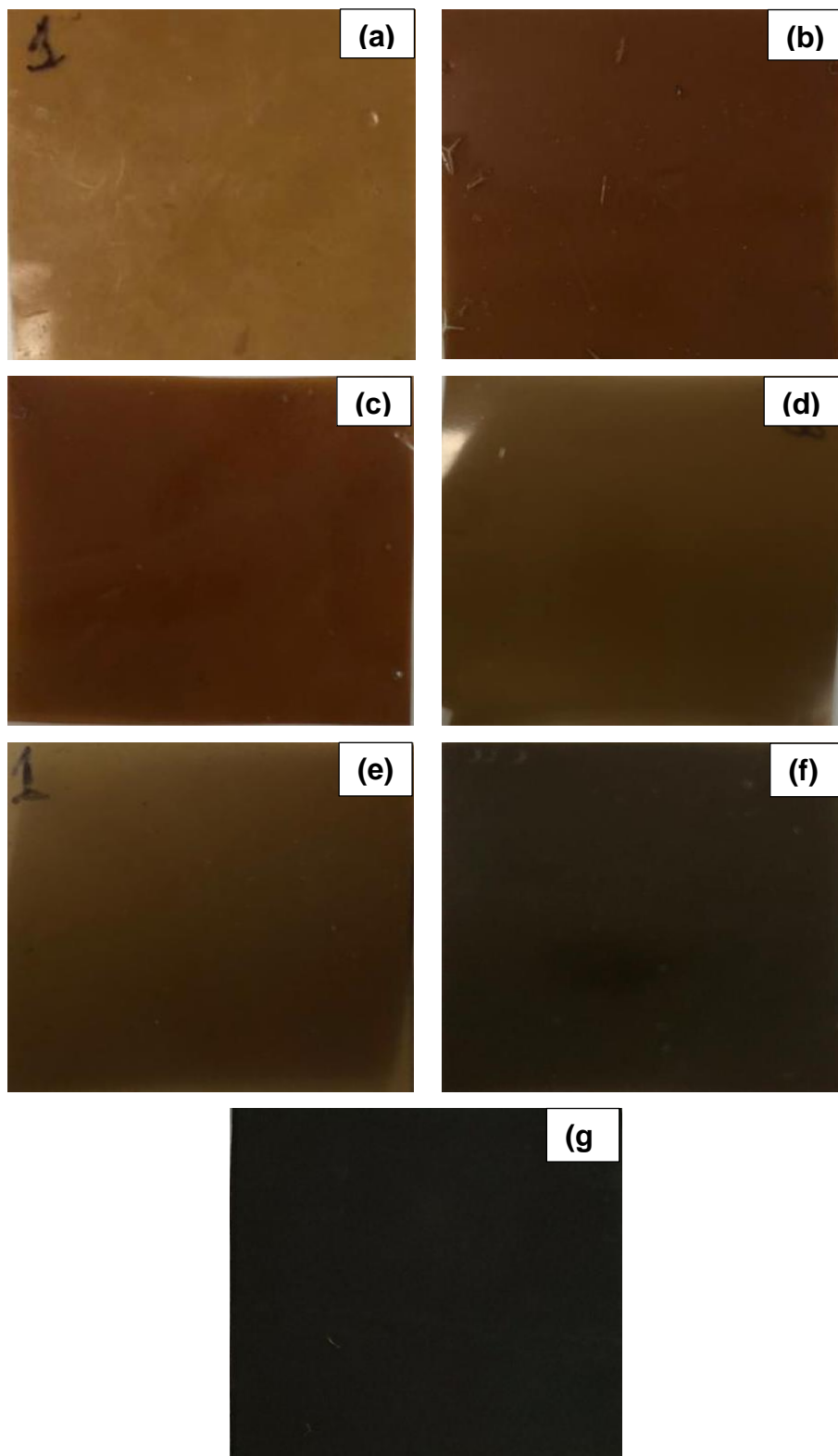


Figura 24: Filmes de hemicelulose com AgNP. **(a)** Hemicelulose pura; **(b)** 0,0625% de AgNP; **(c)** 0,125% de AgNP; **(d)** 0,25% de AgNP; **(e)** 0,50% de AgNP; **(f)** 1% de AgNP; **(g)** 5% de AgNP.

5.2.7. Influência das propriedades elétricas em função do teor de AgNP adicionado à hemicelulose

As nanopartículas de prata têm atraído considerável interesse no campo da ciência dos materiais, especialmente por suas propriedades elétricas únicas, que podem ser exploradas para modificar as características de filmes poliméricos. A adição de nanopartículas de prata em filmes poliméricos é o aumento da condutividade elétrica. A prata é um dos metais com maior condutividade elétrica, e quando distribuída na forma de nanopartículas dentro de uma matriz polimérica, pode formar caminhos condutivos que facilitam o fluxo de elétrons (RAUWEL et al., 2015). Este fenômeno é especialmente útil em aplicações como sensores flexíveis e circuitos impressos, que são objetivos desse trabalho.

Na Tabela 9 observam-se os valores de resistência elétrica e condutividade elétrica para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos. A partir dos valores encontrados de corrente elétrica e tensão elétrica utilizaram-se as Eq. 3, 4 e 5 para calcular os valores de resistência elétrica, resistividade e consequentemente a sua condutividade.

Tabela 9: Resultados da resistência elétrica, resistividade e condutividade para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos.

AMOSTRAS	RESISTÊNCIA ELÉTRICA (Ω)	RESISTIVIDADE ($\Omega.m$)	CONDUTIVIDADE (S/m)
Hemicelulose	184,60 \pm 12,64	6,46 \pm 0,44	0,15 \pm 0,01
Hemi+0,0625%AgNP	167,99 \pm 9,12	5,88 \pm 0,32	0,17 \pm 0,01
Hemi+0,125%AgNP	185,10 \pm 15,55	6,49 \pm 0,54	0,16 \pm 0,01
Hemi+0,25%AgNP	164,74 \pm 8,89	5,77 \pm 0,31	0,17 \pm 0,01
Hemi+0,50%AgNP	126,54 \pm 9,13	4,43 \pm 0,32	0,23 \pm 0,02
Hemi+1%AgNP	92,68 \pm 4,36	3,24 \pm 0,15	0,31 \pm 0,01
Hemi+5%AgNP	84,48 \pm 2,38	2,96 \pm 0,08	0,34 \pm 0,01

A Tabela 9 oferece uma comparação sistemática entre a hemicelulose pura e as amostras modificadas com diferentes concentrações de AgNP,

variando de 0,25% a 5% (m/m). Observa-se que a adição de AgNP altera significativamente as propriedades elétricas da hemicelulose, um aspecto relevante para aplicações em eletrônica e materiais avançados. A discussão a seguir irá explorar os mecanismos potenciais por trás deste fenômeno e as implicações práticas dos resultados obtidos.

De acordo com os resultados, a condutividade dos filmes aumenta com a redução da resistência elétrica e da resistividade (CALLISTER JR., 2007). As amostras com maior teor de AgNP exibiram condutividades superiores. Observa-se que um maior valor de condutividade em comparação ao filme de hemicelulose, só foi observado a partir da adição de 0,50% de AgNP. Nas concentrações de 0,0625, 0,125 e 0,25%, as mudanças na condutividade foram mínimas, sugerindo uma dispersão ineficaz das nanopartículas na matriz polimérica de hemicelulose, elas não atuaram como uma via condutiva de elétrons.

As amostras com 1% e 5% (m/m) de AgNP demonstraram as maiores condutividades, alinhadas com as expectativas. A amostra com 5% de AgNP alcançou a menor resistividade, e, conseqüentemente, a maior condutividade, marcando 0,34 S/m. Então, quanto maior o percentual de AgNP na composição do nanocompósito, maior será a condutividade elétrica resultante, pois uma maior quantidade de nanopartículas condutoras está dispersa no filme facilitando o transporte dos elétrons. Pode-se inferir que a quantidade de nanopartículas de prata foi suficiente para se dispersar bem na matriz e conduzir elétrons (DU et al., 2017). Metais nobres como a prata são geralmente bons candidatos como agentes condutores devido às suas excelentes condutividades (DU et al., 2017). O que corrobora com os resultados obtidos anteriormente nas análises de DRX, MEV e UV-vis, comprovando a presença de nanopartículas de prata nos filmes de hemicelulose. E por apresentar valores maiores de condutividade quando comparado ao filme de hemicelulose sem AgNP pode-se inferir que as nanopartículas de prata estão bem dispersas na matriz de hemicelulose.

Observa-se ainda que o filme de hemicelulose sem adição de AgNP apresentou um pequeno valor de condutividade, isso é justificado pois a hemicelulose, pode conduzir uma pequena quantidade de corrente elétrica devido a suas propriedades químicas e estruturais. Por exemplo, a

hemicelulose é um polímero composto por várias unidades de açúcares, muitas das quais contêm grupos funcionais polares. Estes grupos podem facilitar um certo grau de mobilidade de elétrons ou íons, permitindo a condução de corrente elétrica (KOSKELA et al., 2022). Como também a hemicelulose pode interagir com a água e íons presentes em seu ambiente, essa interação pode permitir o movimento de íons, o que pode contribuir para a condução de corrente (KOSKELA et al., 2022). É importante notar, no entanto, que a hemicelulose não é um condutor elétrico no sentido tradicional, como metais ou outros materiais condutores. A quantidade de corrente que ela pode conduzir é relativamente baixa e depende muito das condições ambientais e da presença de outros elementos, como água e íons. A condutividade elétrica de um material está relacionada à capacidade de transportar cargas elétricas. Nos polímeros, as propriedades eletrônicas normalmente são limitadas pela natureza intrinsecamente isolante da matriz polimérica (CALLISTER JR., 2007).

No entanto, a introdução estratégica de nanopartículas de prata em matrizes poliméricas cria um caminho alternativo para o transporte de elétrons. Isso ocorre devido a vários fatores interligados: como o efeito túnel quântico, por exemplo, no qual as nanopartículas de prata, devido ao seu tamanho reduzido, exibem propriedades quânticas que permitem a transferência de elétrons por efeito túnel. Isso significa que, mesmo que a matriz polimérica seja isolante, os elétrons podem "saltar" de nanopartícula para nanopartícula, aumentando a condutividade global do filme; as nanopartículas de prata possuem uma grande quantidade de elétrons livres na superfície, devido ao efeito plasmônico. Quando dispersas em um polímero, esses elétrons livres se tornam móveis, contribuindo para o aumento da condutividade elétrica do material (MAO et al., 2009; SUH et al., 2020; ZHU et al., 2016).

À medida que a quantidade de nanopartículas de prata aumenta dentro do filme polimérico, esses efeitos se tornam mais proeminentes. No entanto, é importante encontrar um equilíbrio, pois um excesso de nanopartículas pode levar à aglomeração, formando regiões isolantes. Além disso, a dispersão uniforme das nanopartículas é crucial para garantir a continuidade das vias condutoras e, conseqüentemente, a condutividade desejada.

Em resumo, a inserção de nanopartículas de prata em filmes poliméricos é uma estratégia eficaz para aumentar a condutividade elétrica desses

materiais. Esse aumento é resultado de uma combinação de efeitos e essa sinergia entre as propriedades das nanopartículas de prata e dos polímeros abre um leque de oportunidades para aplicações inovadoras em eletrônica flexível e sensores sensíveis (menor resistência e maior condutividade).

5.2.8. Aplicações dos nanocompósitos de AgNP/hemicelulose como sensores

As propriedades observadas nos nanocompósitos, especialmente aqueles com maiores quantidades de AgNP, possibilitaram a análise de como esses filmes reagem a variações de pressão, temperatura e umidade. Isso permitiu uma investigação detalhada sobre o comportamento desses materiais sob diferentes condições ambientais, com o objetivo de determinar as aplicações mais adequadas para o filme desenvolvido.

5.2.8.1. Aplicação em sensores de pressão

Os filmes de hemicelulose e seus nanocompósitos foram submetidos a uma série de ensaios sob condições de pressão variáveis para avaliar o impacto dessa variável na corrente elétrica que atravessa o material. O objetivo foi determinar se mudanças na pressão poderiam induzir variações mensuráveis na corrente, o que poderia revelar propriedades úteis dos filmes.

Os métodos de teste adotados foram embasados na literatura científica, visando à obtenção de dados confiáveis, e descritos na metodologia desta tese. Entre as técnicas empregadas, destacam-se: a medição da variação de corrente induzida pela aplicação de diferentes níveis de pressão utilizando uma prensa hidráulica; a análise das alterações na corrente elétrica decorrentes do acréscimo progressivo de peso sobre os filmes; e, finalmente, a realização de testes para detectar flutuações de corrente em resposta a pulsações no pulso humano. Esses métodos proporcionaram uma visão abrangente sobre como a pressão influencia a condutividade dos filmes de hemicelulose e nanocompósitos.

A Figura 25 apresenta um gráfico que relaciona corrente e pressão para filmes de hemicelulose pura e com a adição de nanopartículas de prata. Os dados, obtidos por meio de ensaios com prensa hidráulica, indicam que o incremento no conteúdo de nanopartículas de prata nos filmes está associado a um aumento proporcional na corrente elétrica.

Este comportamento pode ser atribuído ao papel das nanopartículas de prata como condutores elétricos. Sua incorporação na matriz de hemicelulose aumenta a condutividade elétrica do compósito. Foi notado que o filme puro de hemicelulose exibe menor condutividade sob pressão, mantendo o padrão de condutividade observado anteriormente.

Quando uma pressão é aplicada ao sistema, as nanopartículas de prata atuam como pontos de contato condutores entre as diferentes camadas do filme de hemicelulose. Esses pontos de contato facilitam o fluxo de elétrons através do filme, resultando em um aumento da corrente medida.

Portanto, à medida que a quantidade de nanopartículas de prata aumenta nos filmes de hemicelulose, mais pontos de contato são criados, o que leva a uma condutividade elétrica mais eficiente e, conseqüentemente, a um aumento da corrente medida no sistema.

As variações na corrente com o aumento da pressão são sutis e não apresentam uma relação direta e linear. Apesar disto, os resultados estão corroborando com estudos anteriores, como os de Fan et al. (2017), que observaram um comportamento semelhante em seus sensores flexíveis de força/pressão: a corrente variava de 0 a 0,025A e aumentava à medida que mais CNC era adicionado ao PDMS, melhorando a resposta condutiva do material sob maior pressão.

Os achados estão em concordância com a literatura, reforçando que a presença de nanopartículas confere aos filmes uma capacidade de condução de corrente quando submetidos à pressão. Embora não haja uma clara diferença nos valores da corrente com a elevação da pressão aplicada, a falta de um padrão definido sugere que a relação entre pressão e corrente é influenciada por fatores complexos, possivelmente relacionados à estrutura e interações entre a hemicelulose e as nanopartículas de prata.

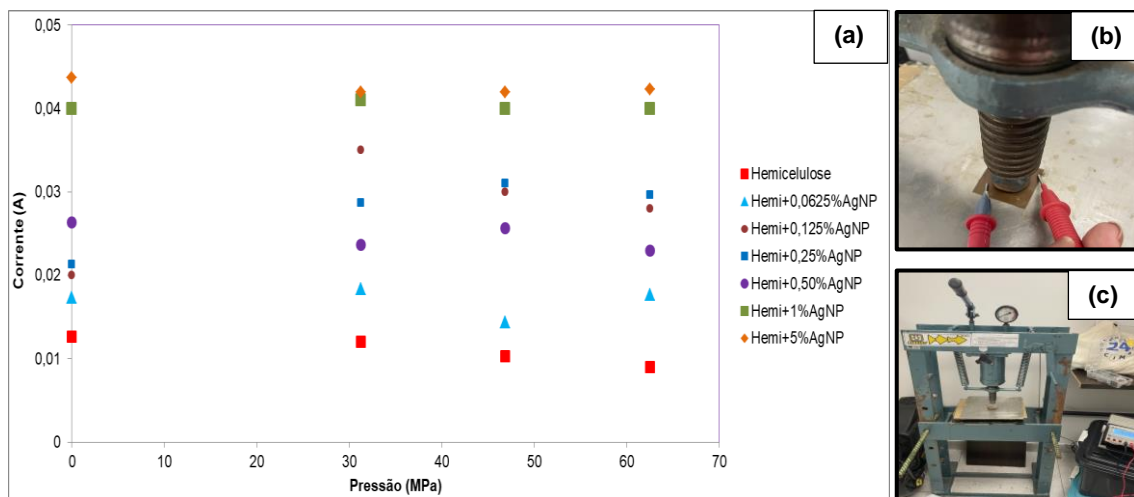


Figura 25: (a) Gráfico corrente *versus* pressão para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos; (b) Medida da corrente elétrica no filme; (c) Prensa hidráulica.

A Figura 26 ilustra um gráfico de corrente *versus* pressão para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos, quando submetidos a pressões diferenciadas através do uso de pequenas massas. Assim como verificado na Figura 25, um padrão semelhante é percebido, embora com uma amplitude maior nas variações observadas.

Algumas amostras apresentam uma relação mais linear, enquanto outras exibem uma variação mais pronunciada na corrente com as variações de pressão. Isso pode refletir diferentes comportamentos condutivos em função da pressão para distintas composições de AgNPs. Entre as amostras, destaca-se o filme Hemi+0,50%AgNP, que exibiu um comportamento mais linear, registrando uma redução na corrente com o incremento da pressão, um fenômeno também notado no resultado anterior. Tal observação sugere que, das amostras analisadas, esta demonstra a melhor performance sob variação de pressão e emerge como um candidato promissor para uso em sensores de pressão, devido à menor dispersão e variação nos resultados obtidos.

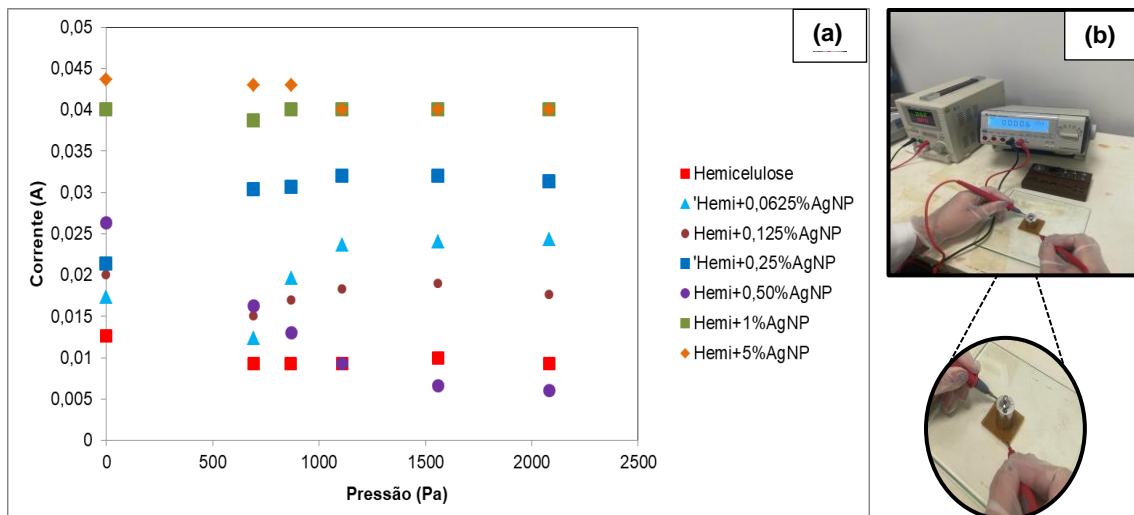


Figura 26: (a) Gráfico corrente versus pressão para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos; **(b)** Medida da corrente elétrica no filme.

A avaliação da frequência cardíaca é um marcador biológico valioso para o acompanhamento da saúde em tempo real e pode ser realizada por meio de várias técnicas. A Figura 27 ilustra os gráficos de corrente em função do tempo para os testes conduzidos tanto em estado de repouso quanto com frequência cardíaca aumentada. Foi possível obter leituras precisas dos pulsos tanto em estado de repouso (~85 batimentos por minuto) quanto após exercício físico (~126 batimentos por minuto).

Observa-se que a amplitude e a frequência dos sinais pulsáteis diferem significativamente entre as duas situações, indicando que o aumento dos batimentos cardíacos provoca uma alteração mensurável na corrente elétrica, devido ao incremento da atividade pulsátil. A presença de uma frequência cardíaca elevada aparenta influenciar as propriedades elétricas do material, refletindo-se em uma resposta ao exercício físico ou estímulo mecânico. A corrente elétrica exibe uma flutuação considerável ao longo do tempo em ambas as condições, o que pode ser atribuído tanto às características próprias do material em análise quanto à sua reação a estímulos fisiológicos.

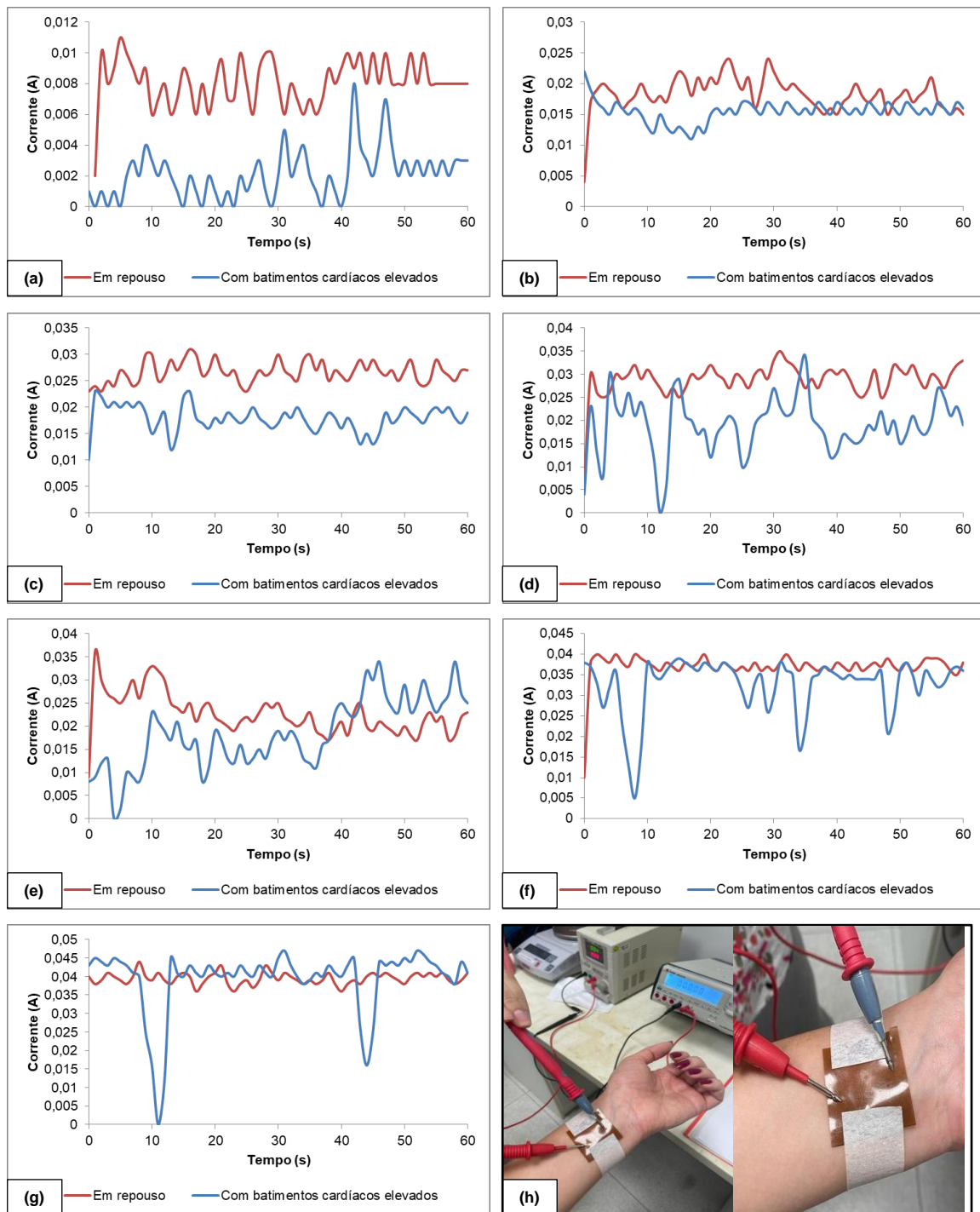


Figura 27: Gráficos Corrente (A) versus Tempo (s) para os filmes de hemicelulose e seus nanocompósitos quando submetidos a esforços físicos e em repouso. **(a)** Hemicelulose pura; **(b)** 0,0625% de AgNP; **(c)** 0,125% de AgNP; **(d)** 0,25% de AgNP; **(e)** 0,50% de AgNP; **(f)** 1% de AgNP; **(g)** 5% de AgNP; **(h)** Imagens da aferição dos dados.

Os gráficos associados a uma frequência cardíaca mais alta revelam picos de corrente mais elevados e mais nítidos em comparação com o estado de repouso, indicando uma resposta mais aguçada ou ampliada do material

diante de esforço físico. Após o exercício, observou-se uma mudança na forma das ondas de pulso, que pode ser explicada por uma série de fatores, como alterações na frequência cardíaca, características de ejeção ventricular, rigidez das grandes artérias ou mudanças no tônus vascular, que afetam a reflexão da onda de pressão, conforme descrito na literatura científica (GONG et al., 2014; MUNIR et al., 2008).

Comportamentos semelhantes foram documentadas por Niu et al. (2019) Niu et al., nos quais os padrões de resposta elétrica do sensor ao longo do tempo quando em movimento, alteraram a forma das ondas de pulso. Isso foi evidenciado em sua pesquisa que envolvia o uso de sensores com substratos flexíveis para captura de sinais fisiológicos humanos.

Os resultados destacam que variações sutis nos pulsos sanguíneos são detectáveis pelos sensores de pressão obtidos, mostrando seu potencial como dispositivos de diagnóstico para o monitoramento contínuo da saúde humana em variadas condições. Esses sensores também oferecem vantagens como custo reduzido, fabricação simplificada e resposta rápida, dentre outras (FAN et al., 2017).

5.2.8.2. Aplicação em sensores de temperatura

A Figura 28 ilustra um gráfico de corrente *versus* temperatura para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos. É perceptível que as amostras se alinham com discussões anteriores, mostrando maior corrente nos filmes com mais nanopartículas de prata. Independentemente da composição, todos os filmes exibem um padrão similar: em temperaturas baixas, a corrente é mais alta, mas diminui com o aumento da temperatura, como pode ser visualizado na temperatura de 50°C. Acima desta temperatura, a corrente cai para zero, não sendo possível obter resultados.

Esse fenômeno pode estar associado à desordem no movimento dos elétrons. Dentro de um condutor, quando as cargas elétricas se movimentam de maneira desorganizada, não se forma um campo elétrico coeso. Isso resulta em um movimento caótico dos elétrons livres, comprometendo a condutividade do material. A condutividade é influenciada pela quantidade e pela facilidade de

movimento desses elétrons livres. Em metais a temperatura ambiente, a maioria dos elétrons de valência está ionizada, ou seja, quantidade de elétrons livres é constante (SARAIVA, 1983).

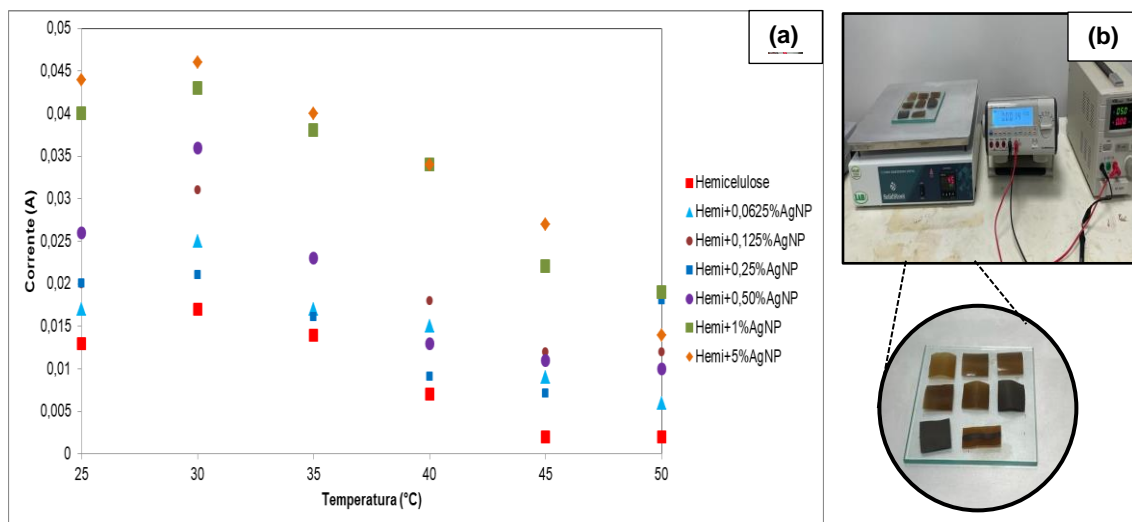


Figura 28: (a) Gráfico corrente versus temperatura para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos; (b) Medida da corrente elétrica no filme.

Contudo, com o aumento da temperatura, a condutividade de muitos materiais tende a diminuir devido à maior vibração atômica e frequentes colisões entre portadores de carga, complicando seu movimento e reduzindo a corrente. A elevação de temperatura aumenta a vibração dos elétrons na rede cristalina, causando mais colisões e perda de deslocamento dos elétrons livres, gerando calor (Efeito Joule). Isso reduz a velocidade e mobilidade dos elétrons, diminuindo a condutividade do metal já que a concentração de elétrons permanece constante (SCHMIDT, 1979). A resistência elétrica do metal aumenta com a temperatura e varia de forma não linear em certas faixas, mas é quase linear em torno dos 20°C, temperatura ambiente padrão para tabelar a resistividade dos materiais (SARAIVA, 1983; SCHMIDT, 1979).

Além disso, o comportamento das próprias nanopartículas de prata pode influenciar a diminuição da corrente com o aumento da temperatura. Altas temperaturas podem causar mais difusão e aglomeração das nanopartículas, diminuindo a área de contato com a hemicelulose e, conseqüentemente, a condutividade. Vários fatores, incluindo tamanho, forma, distribuição das

nanopartículas e propriedades da hemicelulose, podem afetar a relação entre quantidade de nanopartículas, temperatura e corrente.

Os resultados observados nesse estudo estão em consonância com as informações existentes na literatura sobre o efeito do aquecimento em materiais condutores. Nesse estudo, foi empregado o uso de nanopartículas de prata. Conseqüentemente, os filmes demonstraram uma resposta elétrica eficiente quando aquecidos, o que os qualifica como materiais apropriados para uso em sensores de temperatura.

5.2.8.3. Aplicação em sensores de umidade

A Figura 29 apresenta um gráfico correlacionando corrente elétrica e umidade para filmes de hemicelulose e nanocompósitos. Observa-se uma tendência de redução na corrente elétrica com o aumento do tempo de exposição à umidade. Essa tendência pode ser explicada pelo comportamento higroscópico dos filmes de hemicelulose e a interação das nanopartículas de prata com a umidade.

Os filmes de hemicelulose, devido à sua natureza higroscópica, absorvem umidade do ambiente (ROLDI-OLIVEIRA et al., 2022). Esta absorção pode causar expansão e alterações estruturais no filme, impactando sua condutividade elétrica.

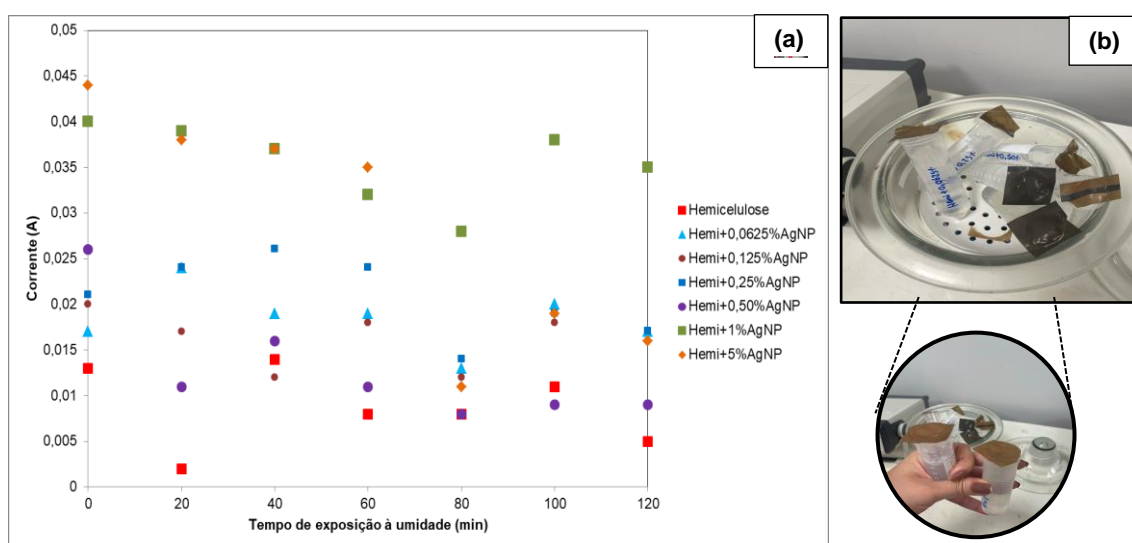


Figura 29: (a) Gráfico corrente versus tempo de exposição à umidade para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos; (b) Ambiente com umidade controlada.

Adicionalmente, a hemicelulose higroscópica intercalada com as partículas metálicas de prata condutoras aumenta os locais de adsorção de umidade e amplia o espaçamento entre as camadas, melhorando a resposta do filme à umidade (CHEN et al., 2022; KOGA et al., 2013).

Quanto à presença de nanopartículas de prata, a interação destas com a umidade pode alterar ainda mais o comportamento elétrico do filme. A umidade pode causar a formação de camadas de óxido ou compostos de hidróxido na superfície das nanopartículas, que podem atuar como barreiras ao transporte de carga. Essas barreiras podem dificultar o movimento dos elétrons e resultar em um fluxo de corrente reduzido.

Além disso, uma exposição prolongada à umidade intensifica esses efeitos, aumentando a absorção no filme de hemicelulose e potencializando reações químicas na superfície das nanopartículas, o que resulta em maior impacto na condutividade e na redução da corrente.

Portanto, fica evidente a forte influência da umidade na resposta elétrica dos filmes, destacando o potencial desses materiais para aplicação em sensores de umidade.

5.2.9. Aplicações da hemicelulose como substrato flexível para impressão de tinta condutora de prata

Como observado anteriormente, a combinação de hemicelulose com nanopartículas de prata resultou em um filme compósito com propriedades condutivas, demonstrando sensibilidade a variações de temperatura, corrente e pressão. Essas características o tornam adequado para uso em sensores como um nanocompósito condutor. Uma aplicação alternativa para esses filmes de hemicelulose é sua utilização como substrato flexível na impressão de tintas condutoras. Esta análise será discutida mais detalhadamente neste tópico.

Na Tabela 10 observam-se os valores de resistência elétrica, resistividade e condutividade elétrica para o substrato impresso. Utilizando-se os dados de corrente e tensão elétrica obtidos, as Equações 3, 4 e 5 foram empregadas para calcular a resistência elétrica e a resistividade, permitindo assim determinar a condutividade dos materiais.

Tabela 10: Resultados da resistência elétrica, resistividade e condutividade para os substratos de hemicelulose com impressão de tinta de prata.

AMOSTRA	RESISTÊNCIA ELÉTRICA (Ω)	RESISTIVIDADE ($\Omega \cdot m$)	CONDUTIVIDADE (S/m)
Hemicelulose	72,22 \pm 34,06	2,53 \pm 1,19	0,52 \pm 0,28

Os resultados obtidos para resistência elétrica, resistividade e condutividade indicaram que as amostras não atingiram os valores esperados, conforme descrito em estudos anteriores. Segundo a literatura, a resistividade de tintas à base de prata é de $2 \times 10^{-3} \Omega \cdot m$ (CHENG et al., 2022), mas as amostras deste estudo, após impressão, apresentaram uma condutividade de apenas 0,52 S/m. Este valor é considerado baixo para substratos flexíveis impressos com tintas condutoras.

A mistura entre os componentes utilizados para a composição da tinta pode não ter sido eficaz, ou a impressão pode ter introduzido bolhas de ar na tinta, impedindo a condução adequada das cargas elétricas ao longo do filme. A porosidade e a rugosidade superficial de um substrato são importantes, conhecidas por influenciarem a qualidade da impressão. Estas propriedades afetam a penetração da tinta e a continuidade da tinta-filme de podendo resultar em desconexão entre as partículas condutoras (AGATE et al., 2018).

A Figura 32 apresenta os resultados obtidos para o substrato flexível quando exposto a variações de pressão, temperatura e umidade. Esta análise permite um exame detalhado do comportamento do material sob diferentes condições ambientais, visando identificar as aplicações mais apropriadas para ele.

No gráfico da Figura 30(a), nota-se que a corrente máxima ocorre no ponto mais à esquerda, indicando uma maior condução de corrente, cerca de 0,0045 A, sob baixa pressão (próxima a 0 MPa). Conforme a pressão aumenta, observa-se uma tendência de redução da corrente, sugerindo que a pressão aplicada afeta negativamente a condutividade elétrica do substrato.

A relação entre o aumento da pressão e a diminuição da corrente não é linear. Inicialmente, há um decréscimo acentuado da corrente até cerca de

20 MPa, seguido por uma redução mais suave até aproximadamente 50 MPa. Variações nas leituras da corrente em diferentes níveis de pressão indicam que o comportamento do material pode não ser totalmente previsível, ou que outros fatores podem estar influenciando as medições. Esses fatores podem incluir a distribuição irregular das nanopartículas de prata na tinta condutora ou a presença de bolhas na superfície, como observado na Figura 30(f).

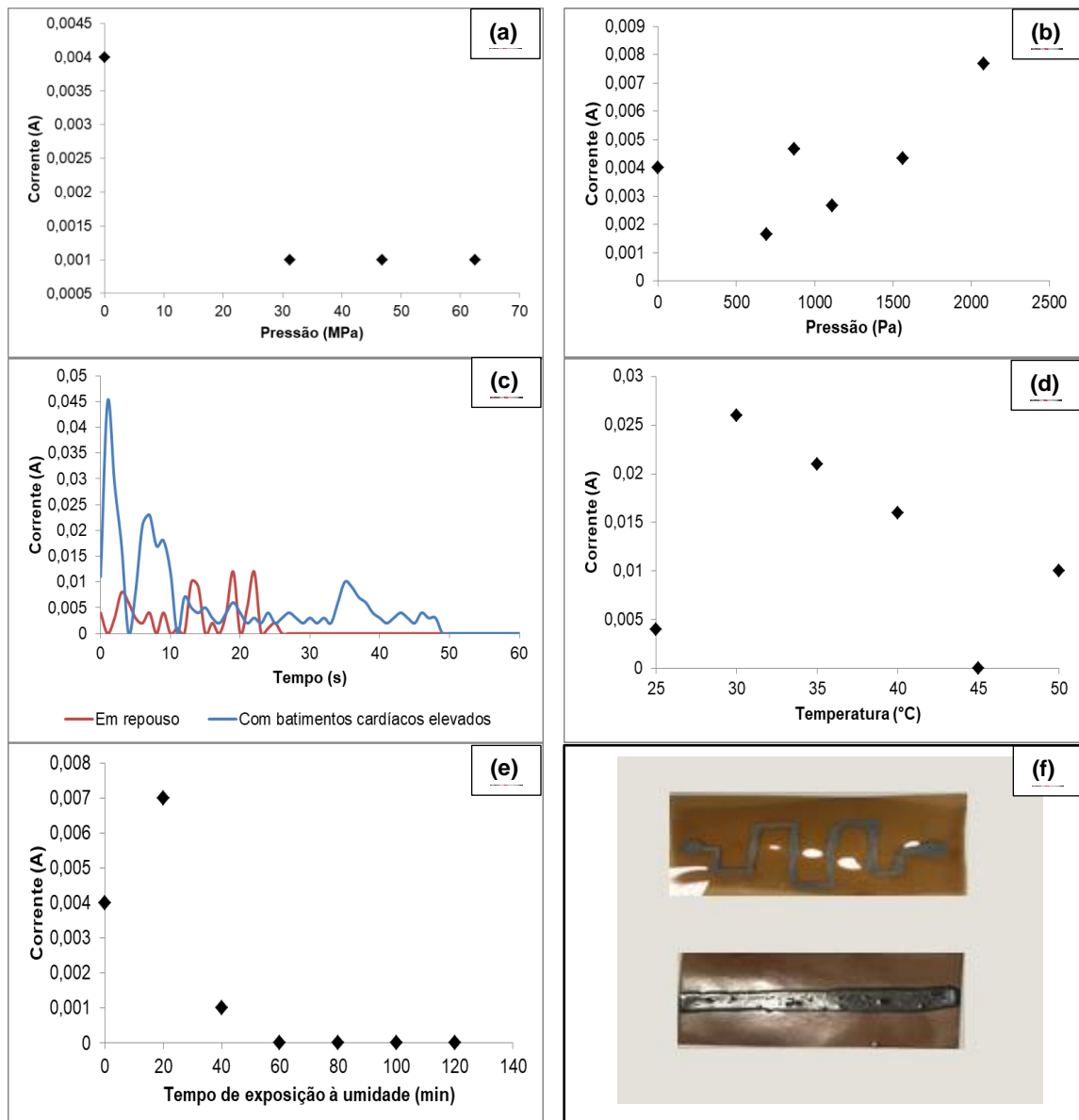


Figura 30: (a) Gráfico corrente versus pressão utilizando uma prensa hidráulica; (b) Gráfico corrente versus pressão utilizando massas variáveis; (c) Gráfico corrente versus Tempo para o substrato flexível quando submetido a esforços físicos e em repouso; (d) Gráfico corrente versus temperatura; (e) Gráfico corrente versus tempo de exposição à umidade; (f) Imagem dos substratos flexíveis com impressão de tinta de prata.

A Figura 30(b) mostra a resposta do substrato a variações de pressão aplicadas através de pesos de massa conhecida. Percebe-se que a relação entre corrente e pressão não é linear. Inicialmente, há um aumento rápido da corrente à medida que a pressão sobe até cerca de 500 Pa, seguido por um crescimento mais lento. O sensor exibe alta sensibilidade a baixas pressões, conforme demonstrado pelo aumento significativo da corrente em resposta a pequenos aumentos de pressão. Essa característica pode ser vantajosa em aplicações que exigem a detecção de mudanças delicadas de força ou pressão. O aumento da corrente elétrica com a elevação da pressão sugere que a condutividade do substrato é positivamente influenciada pela pressão. Durante a compressão, a tinta de prata pode estar criando caminhos mais eficazes para o fluxo de corrente ou melhorando o contato entre as partículas condutoras. Isso implica a possibilidade de existir um ponto de saturação ou uma faixa de pressão onde aumentos adicionais na pressão não resultam em mudanças significativas na corrente. Compreender essa dinâmica é crucial para determinar a faixa operacional ideal do sensor e seus limites.

Considerando o comportamento específico sob diferentes níveis de carga e a relação exata entre massa, pressão e corrente, este substrato pode ser apropriado para uso em sensores de pressão ou peso. A resposta não-linear pode ser uma característica desejável em aplicações onde a sensibilidade varia conforme a faixa de pressão.

A Figura 30(c) exibe os gráficos de corrente em função do tempo para testes realizados tanto em condições de repouso quanto após o aumento da frequência cardíaca. Leituras precisas dos pulsos foram obtidas em estado de repouso (aproximadamente 85 batimentos por minuto) e pós-exercício físico (cerca de 126 batimentos por minuto).

O gráfico revela variações na corrente elétrica ao longo do tempo. No estado de repouso (representado pela linha vermelha), as flutuações na corrente são menos intensas e mais espaçadas, refletindo um ritmo cardíaco mais lento e constante. Por outro lado, com batimentos cardíacos acelerados (indicados pela linha azul), há uma sequência de picos mais frequente, indicando uma resposta à maior velocidade dos batimentos cardíacos. O sensor demonstra ser suficientemente sensível para detectar alterações na

pressão arterial que acompanham os batimentos cardíacos. A distinção entre as duas linhas sugere a capacidade do sensor em diferenciar estados de repouso de períodos de atividade física. Enquanto a linha vermelha apresenta uma consistência na leitura em estado de repouso, a linha azul exibe variações consistentes que parecem corresponder a um ritmo cardíaco acelerado.

A Figura 30(d) apresenta os resultados da relação entre a corrente elétrica e a temperatura para os substratos impressos. Fica evidente uma tendência de redução da corrente com o aumento da temperatura, indicando que o substrato impresso possui uma condutividade elétrica termicamente dependente, que diminui conforme a temperatura sobe. Este comportamento pode ser atribuído à desorganização no movimento dos elétrons. Em um condutor, quando as cargas elétricas se movem de forma desordenada, não se estabelece um campo elétrico coeso, levando a um movimento caótico dos elétrons livres e afetando a condutividade do material. A condutividade é influenciada tanto pela quantidade quanto pela mobilidade desses elétrons livres (SARAIVA, 1983).

O sensor mostra-se sensível às variações de temperatura, característica que pode ser extremamente útil em aplicações que requerem monitoramento de temperatura ou em sensores térmicos.

A Figura 30(e) exibe um gráfico da corrente elétrica em função do tempo de exposição à umidade para um filme de hemicelulose, utilizado como substrato flexível na impressão de tinta de prata. Nota-se um aumento inicial da corrente elétrica no começo do período de exposição à umidade, indicando uma reação imediata do material à presença de umidade. A hemicelulose é conhecida por sua alta higroscopicidade, absorvendo umidade do ambiente (ROLDI-OLIVEIRA et al., 2022), o que pode levar à expansão e a alterações estruturais no filme, afetando sua condutividade elétrica. Após esse pico inicial, a corrente diminui e se estabiliza, sugerindo que o impacto da umidade na condutividade do sensor se reduz ao longo do tempo. Isso pode ser devido à saturação da capacidade de absorção de umidade do filme ou a uma reorganização das moléculas de água dentro ou sobre a superfície do sensor, limitando a mobilidade dos portadores de carga. Os resultados indicam que o filme de hemicelulose com tinta de prata poderia ser eficaz para detectar variações de umidade, particularmente em aplicações que requerem uma

resposta rápida a mudanças transitórias, mais do que monitoramento contínuo a longo prazo.

Embora a condutividade elétrica do sensor tenha sido baixa, os resultados demonstraram que ele responde a variáveis extrínsecas, abrindo possibilidades para seu uso como sensor, especialmente em aplicações de detecção de pressão e temperatura, onde os resultados se mostraram mais promissores.

6. CONCLUSÕES

Os resultados obtidos para o filme de hemicelulose mostraram que a hemicelulose é um material com boas propriedades para ser utilizado como substrato flexível para uso em sensores. No presente trabalho verificamos boa estabilidade térmica, baixa porosidade, baixa rugosidade, superfície hidrofílica, baixos limites de resistência à tração e um baixo módulo de elasticidade o que sugere que o filme é frágil em sua natureza e flexível. Características que juntamente com as propriedades biodegradáveis da hemicelulose conferem a esse bioproduto funcionalidades desejáveis para tecnologias aplicadas a sensores.

As análises térmicas realizadas para os filmes de hemicelulose e nanocompósitos mostraram que a adição de nanopartículas de prata afeta a cinética de degradação da hemicelulose. Como também podem influenciar na estabilidade térmica do polímero, deslocamento as temperaturas de transição vítrea (T_g) e de outros eventos térmicos para valores mais altos, o que proporciona uma melhoria na estabilidade térmica. Pela análise de ultravioleta foi possível também confirmar a presença das nanopartículas de prata incorporadas na matriz de hemicelulose.

A inserção de nanopartículas de prata na hemicelulose foi uma estratégia eficaz para aumentar a condutividade elétrica desse material. As amostras com maior quantidade de AgNP apresentaram menor resistência elétrica, menor resistividade e consequentemente maior condutividade.

Quando os filmes foram submetidos à pressão proveniente de uma prensa hidráulica, não alterou a capacidade de condução de corrente, as variações na corrente com o aumento da pressão foram sutis e não apresentaram uma relação direta e linear. E dentre os nanocompósitos obtidos, o com 5% de AgNP continuou apresentado maior passagem de elétrons.

Os resultados dos filmes quando submetidos a pressões diferenciadas através do uso de pequenas massas, mostrou que dentre as amostras, destacou-se o nanocompósito Hemi+0,50%AgNP, por exibir um comportamento mais linear, registrando uma redução na corrente com o incremento da pressão. Variações sutis nos pulsos sanguíneos foram detectadas pelos sensores de pressão obtidos.

Os nanocompósitos demonstraram uma resposta elétrica eficiente quando aquecidos, o que os qualifica como materiais apropriados para uso em sensores de temperatura. Sendo o filme de hemicelulose com 5% o mais adequado por ser mais condutor. E quando submetidos a umidade, os filmes apresentaram comportamento aplicáveis para uso em sensores com essa finalidade. As amostras com maior quantidade de AgNP (1 e 5%) apresentaram uma melhor resposta a corrente elétrica.

Além de ser utilizada para o desenvolvimento de um compósito condutor, a hemicelulose também pode ser aplicada como um substrato flexível para impressão de tintas condutoras. Os resultados mostraram que o material respondeu a variáveis extrínsecas, abrindo possibilidades para seu uso como sensor, especialmente em aplicações de detecção de pressão e temperatura.

Por fim, os resultados obtidos conseguiram demonstrar com sucesso que a hemicelulose, reforçada com nanopartículas de prata, pode ser efetivamente utilizada como um material inovador e sustentável para sensores multifuncionais. Este trabalho não apenas contribui para o avanço científico e tecnológico, mas também se alinha aos esforços globais para reduzir a dependência de materiais sintéticos e promover soluções mais ecológicas e sustentáveis.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFIAS

ABDULKHANI, A. et al. Preparation of xylan bio-composite films reinforced with oxidized carboxymethyl cellulose and nanocellulose. **Polymer Bulletin**, v. 77, n. 12, p. 6227–6239, 2020.

ABU GHALIA, M.; DAHMAN, Y. Synthesis and utilization of natural fiber-reinforced poly (lactic acid) bionanocomposites. **Lignocellulosic Fibre and Biomass-Based Composite Materials**, p. 313–345, 2017.

AGATE, S. et al. Cellulose and nanocellulose-based flexible-hybrid printed electronics and conductive composites – A review. **Carbohydrate Polymers**, v. 198, p. 249–260, out. 2018.

AKCELRUD, L. **Fundamentos da ciência dos polímeros**. [s.l.] Manole, 2007.

ALAM, M. M.; MANIRUZZAMAN, M.; MORSHED, M. M. Application and Advances in Microprocessing of Natural Fiber (Jute)–Based Composites. **Comprehensive Materials Processing**, p. 243–260, 2014.

Amazônia de A a Z: juta: a fibra poderosa da região - Portal Amazônia. Disponível em: <<http://portalamazonia.com/noticias/conheca-a-juta-a-fibra-poderosa-da-amazonia>>. Acesso em: 3 jun. 2019.

AREFIN, M. S.; REDOUTÉ, J.-M.; YUCE, M. R. Wireless biosensors for POC medical applications. **Medical Biosensors for Point of Care (POC) Applications**, p. 151–180, 2017.

BAHCEGUL, E. et al. Bioresource Technology Evaluation of alkaline pretreatment temperature on a multi-product basis for the co-production of glucose and hemicellulose based films from lignocellulosic biomass. **Bioresource Technology**, v. 103, n. 1, p. 440–445, 2012.

BASAVEGOWDA, N.; BAEK, K.-H. Advances in Functional Biopolymer-Based Nanocomposites for Active Food Packaging Applications. **Polymers**, v. 13, n. 23, p. 4198, 2021.

BURGESS, C. The Basis for Good Spectrophotometric UV–Visible

Measurements. **Elsevier**, p. 1–35, 2017.

CAILLOL, S. Special Issue “Natural Polymers and Biopolymers II”. **Molecules (Basel, Switzerland)**, v. 26, n. 1, p. 10–12, 2020.

CALLISTER JR., W. D. **Ciência dos materiais - Callister.pdf**. 7^a ed. Rio de Janeiro: LTC, 2007.

CANASSA, T. Utilização da lei de Lambert-Beer para determinação da concentração de soluções. **Journal of Experimental Techniques and Instrumentation**, v. 1, n. 2, p. 23–30, 2018.

CANEVAROLO JR, S, V. **Ciência dos Polímeros. Um Texto Básico para Tecnólogos e Engenheiros**. São Paulo: Artliber Editora Ltda., 2006. v. 1

CANEVAROLO, S. V. **Ciência dos Polímeros. Um Texto Básico Para Tecnólogos e Engenheiros**. 3^a Edição ed. São Paulo: Artliber Editora Ltda., 2010.

CASSU, S. N.; FELISBERTI, M. I. Comportamento dinâmico-mecânico e relaxações em polímeros e blendas poliméricas. **Química Nova**, v. 28, n. 2, p. 255–263, 2005.

CHEN, R. et al. Robust Bioinspired MXene-Hemicellulose Composite Films with Excellent Electrical Conductivity for Multifunctional Electrode Applications. **ACS Nano**, v. 16, n. 11, p. 19124–19132, 2022.

CHENG, Y. et al. Preparation of Low Volatile Organic Compounds Silver Paste Containing Ternary Conductive Fillers and Optimization of Their Performances. **Molecules**, v. 27, n. 22, 2022.

CLARO, F. C.; MATOS, M. DE; MAGALHÃES, W. L. E. Influência da Hemicelulose na Reologia de Suspensões de Nanocelulose e na Formação de Filmes de Nanofibrilas. **Embrapa Instrumentação**, p. 7–11, 2017.

DE SOUSA, W. J. B. et al. Membranas de polihidroxibutirato com hidroxiapatita para utilização como biomaterial. **Revista Materia**, v. 22, n. 4, 2017.

DIAS, B. et al. Analysis of the Relative Humidity Response of Hydrophilic

- Polymers for Optical Fiber Sensing. **Polymers**, v. 14, n. 3, p. 1–14, 2022.
- DIAS, M. C.; XAVIER, JOSÉ JACKSON BACELAR NUNES BARRETO, J. F. **Recomendação Técnica para Juta**. Manaus: Embrapa, 2008.
- DOGOME, K.; ENOMAE, T.; ISOGAI, A. Method for controlling surface energies of paper substrates to create paper-based printed electronics. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 68, p. 21–25, 2013.
- DU, X. et al. Nanocellulose-based conductive materials and their emerging applications in energy devices - A review. **Nano Energy**, v. 35, p. 299–320, 2017.
- DURÁN, N. et al. Potential use of silver nanoparticles on pathogenic bacteria, their toxicity and possible mechanisms of action. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 21, n. 6, p. 949–959, 2010.
- DURÁN, N. et al. Nanotoxicologia de Nanopartículas de Prata: Toxicidade em Animais e Humanos. **Química Nova**, v. 42, n. 2, p. 206–213, 2019.
- ENSAFI, A. A. An introduction to sensors and biosensors. **Electrochemical Biosensors**, p. 1–10, 2019.
- FAN, S. et al. Improved response time of flexible microelectromechanical sensors employing eco-friendly nanomaterials. **Nanoscale**, v. 9, n. 43, p. 16915–16921, 2017.
- FANG, J. M.; SUN, R. C.; TOMKINSON, J. Isolation and characterization of hemicelluloses and cellulose from rye straw by alkaline peroxide extraction. **Cellulose**, v. 7, n. 1, p. 87–107, 2000.
- FANG, Q.; LAFDI, K. Development studies of silver nanocomposite based sensors for acid penetration. **Materials Today: Proceedings**, v. 52, p. 212–221, 2022.
- FARAHANI, H.; WAGIRAN, R.; HAMIDON, M. Humidity Sensors Principle, Mechanism, and Fabrication Technologies: A Comprehensive Review. **Sensors**, v. 14, n. 5, p. 7881–7939, 2014.

FARHAT, W. et al. A Review of Water-Resistant Hemicellulose-Based Materials: Processing and Applications. **ChemSusChem**, v. 10, n. 2, p. 305–323, 2017a.

FARHAT, W. et al. Hemicellulose extraction and characterization for applications in paper coatings and adhesives. **Industrial Crops and Products**, v. 107, n. April, p. 370–377, 2017b.

FRANCHETTI, S. M. M.; MARCONATO, J. C. Biodegradable polymers – a partial way for decreasing the amount of plastic waste. **Quimica Nova**, v. 29, n. 4, p. 811–816, 2006.

GABRIELI, I.; GATENHOLM, P. Preparation and properties of hydrogels based on hemicellulose. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 69, n. 8, p. 1661–1667, 2002.

GHODAKE, G. et al. Extracellular synthesis and characterization of silver nanoparticles—antibacterial activity against multidrug-resistant bacterial strains. **Nanomaterials**, v. 10, n. 2, p. 1–16, 2020.

GÍRIO, F. M. et al. Hemicelluloses for fuel ethanol: A review. **Bioresource Technology**, v. 101, n. 13, p. 4775–4800, 2010.

GOLHIN, A. P. et al. Surface roughness of as-printed polymers: a comprehensive review. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 127, n. 3–4, p. 987–1043, 2023.

GONG, P. et al. Preparation and antibacterial activity of Fe₃O₄@Ag nanoparticles. **Nanotechnology**, v. 18, n. 28, 2007.

GONG, S. et al. A wearable and highly sensitive pressure sensor with ultrathin gold nanowires. **Nature Communications**, v. 5, p. 1–8, 2014.

HAN, S. et al. A Multiparameter Pressure–Temperature–Humidity Sensor Based on Mixed Ionic–Electronic Cellulose Aerogels. **Advanced Science**, v. 6, n. 8, 2019.

HANIM, S. S.; AKMA, A. A. Polymer characterization of cellulose and hemicellulose. **Polymer science research advances, practical applications**

and educational aspects, p. 404–411, 2016.

HANSEN, N. M. L.; PLACKETT, D. Sustainable films and coatings from hemicelluloses: A review. **Biomacromolecules**, v. 9, n. 6, p. 1493–1505, 2008.

HARRIS, K. D.; ELIAS, A. L.; CHUNG, H. J. Flexible electronics under strain: a review of mechanical characterization and durability enhancement strategies. **Journal of Materials Science**, v. 51, n. 6, p. 2771–2805, 2016.

HASHIM, A.; HADI, Q. Structural, electrical and optical properties of (biopolymer blend/titanium carbide) nanocomposites for low cost humidity sensors. **Journal of Materials Science: Materials in Electronics**, v. 29, n. 13, p. 11598–11604, 2018.

HUANG, B. et al. Hemicellulose-Based Films Reinforced with Unmodified and Cationically Modified Nanocrystalline Cellulose. **Journal of Polymers and the Environment**, v. 26, n. 4, p. 1625–1634, 2018.

ISLAM, M.; SAHEB ALI, M. Industrial Research Advances of Jute in Bangladesh. **International Journal of Agricultural and Biosystems Engineering**, v. 3, p. 1–9, 2018.

JOANA RODRÍGUEZ SEPÚLVEDA, LADY; EDUARDO ORREGO ALZATE, C. Aplicaciones de mezclas de biopolímeros y polímeros sintéticos: revisión bibliográfica Applications of biopolymers and synthetic polymers blends: literature review Aplicações de misturas de biopolímeros e polímeros sintéticos: revisão da literatura. **Revista Científica**, n. 25, p. 252–264, 2016.

JOHN, A. et al. Preparation of cellulose-ZnO hybrid films by a wet chemical method and their characterization. **Cellulose**, v. 18, n. 3, p. 675–680, 2011.

KAHAR, A. W. M.; ISMAIL, H.; ABDUL HAMID, A. The correlation between crosslink density and thermal properties of high-density polyethylene/natural rubber/thermoplastic tapioca starch blends prepared via dynamic vulcanisation approach. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 123, n. 1, p. 301–308, 2016.

KATAOKA, L. F. DE M. S.; HIDALGO FALLA, M. D. P.; LUZ, S. M. DA. The

Influence of Potassium Hydroxide Concentration and Reaction Time on the Extraction Cellulosic Jute Fibers. **Journal of Natural Fibers**, v. 19, n. 13, p. 6889–6901, 2022.

KOGA, H. et al. Transparent, conductive, and printable composites consisting of TEMPO-oxidized nanocellulose and carbon nanotube. **Biomacromolecules**, v. 14, n. 4, p. 1160–1165, 2013.

KOSKELA, S. et al. Hemicellulose content affects the properties of cellulose nanofibrils produced from softwood pulp fibres by LPMO. **Green Chemistry**, v. 24, n. 18, p. 7137–7147, 2022.

LI, X.; TABIL, L. G.; PANIGRAHI, S. Chemical treatments of natural fiber for use in natural fiber-reinforced composites: A review. **Journal of Polymers and the Environment**, v. 15, n. 1, p. 25–33, 2007.

LIANG, T.; WANG, L. Thermal Treatment of Poplar Hemicelluloses at 180 to 220 °C under Nitrogen Atmosphere. **BioResources**, v. 12, n. 1, p. 1128–1135, 2016.

LICARI, J. J.; SWANSON, D. W. Test and Inspection Methods. In: **Adhesives Technology for Electronic Applications**. [s.l.] Elsevier, 2011. p. 345–377.

MAKVANDI, P. et al. Effect of silver nanoparticle on the properties of poly(methyl methacrylate) nanocomposite network made by in situ photoiniferter-mediated photopolymerization. **Bulletin of Materials Science**, v. 38, n. 6, p. 1625–1631, 2015.

MAO, L. et al. Effects of quantum tunneling in metal nanogap on surface-enhanced Raman scattering. **Applied Physics Letters**, v. 94, n. 24, 2009.

MÁRMOL, G.; SANIVADA, U. K.; FANGUEIRO, R. Effect of GNPs on the Piezoresistive, Electrical and Mechanical Properties of PHA and PLA Films. **Fibers**, v. 9, n. 12, p. 86, 2021.

MEDEIROS, E. et al. Uso de Polímeros Condutores em Sensores. Parte 2: Aplicações em Sensores. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 7, n. 3, p. 144–158, 2012.

MEDEIROS SOUZA KATAOKA, L. F. DE et al. Regenerated cellulose films from jute fibers applied in conductive nanocomposites. **Materials Today Communications**, v. 33, p. 104645, 2022.

MEENA et al. Chitosan embedded with Ag/Au nanoparticles: investigation of their structural, optical and sensing properties. **Journal of Polymer Research**, v. 27, n. 9, p. 253, 2020.

MEGHA, R. et al. Conducting polymer nanocomposite based temperature sensors: A review. **Inorganic Chemistry Communications**, v. 98, p. 11–28, 2018.

MENDES, F. R. S. et al. Preparation and evaluation of hemicellulose films and their blends. **Food Hydrocolloids**, v. 70, p. 181–190, 2017.

MENG, L. et al. Digital microelectromechanical sensor with an engineered polydimethylsiloxane (PDMS) bridge structure. **Nanoscale**, v. 9, n. 3, p. 1257–1262, 2017.

MOCK, J. J. et al. Shape effects in plasmon resonance of individual colloidal silver nanoparticles. **The Journal of Chemical Physics**, v. 116, n. 15, p. 6755–6759, 2002.

MORRIS, A. S.; LANGARI, R. Sensor Technologies. In: **Measurement and Instrumentation**. 2^a Edição ed. San Diego: Elsevier, 2016. p. 375–405.

MOTELICA, L. et al. Antibacterial biodegradable films based on alginate with silver nanoparticles and lemongrass essential oil—innovative packaging for cheese. **Nanomaterials**, v. 11, n. 9, 2021.

MUCHLISYAM; SILALAH, J.; HARAHAP, U. Hemicellulose: Isolation and Its Application in Pharmacy. In: **Handbook of Sustainable Polymers**. New York: Jenny Stanford Publishing, 2016. p. 338–373.

MULFINGER, L. et al. Synthesis and Study of Silver Nanoparticles. **Journal of Chemical Education**, v. 84, n. 2, p. 322, 2007.

MUNIR, S. et al. Exercise reduces arterial pressure augmentation through vasodilation of muscular arteries in humans. **American Journal of Physiology**

- **Heart and Circulatory Physiology**, v. 294, n. 4, p. 1645–1650, 2008.

NAMBIAR, S.; YEOW, J. T. W. Biosensors and Bioelectronics Conductive polymer-based sensors for biomedical applications. **Biosensors and Bioelectronics**, v. 26, n. 5, p. 1825–1832, 2011.

NIU, S. et al. A wireless body area sensor network based on stretchable passive tags. **Nature Electronics**, v. 2, n. 8, p. 361–368, 2019.

NOGUEIRA, P. F. M.; PAINO, I. M. M.; ZUCOLOTTO, V. Nanosilver: Propriedades , Aplicações e Impactos na Saúde Pública e Meio Ambiente Nanosilver: Properties , Applications and Impacts on Health and Environment Introdução. **Vigilância Sanitária em Debate**, p. 59–71, 2013.

OLIVEIRA, M. R. DE. **Hemicelulose de fibras de curauá (Ananas erectifolius): obtenção e caracterização de películas poliméricas**. [s.l.] Universidade de Brasília, 2017.

PACHEKOSKI, W. M.; DALMOLIN, C.; AGNELLI, J. A. M. Blendas poliméricas biodegradáveis de PHB e PLA para fabricação de filmes. **Polímeros**, v. 24, n. 4, p. 501–507, ago. 2014.

PARK, J. et al. Fabrication of flexible strain sensors via roll-to-roll gravure printing of silver ink. **Smart Materials and Structures**, v. 27, n. 8, p. 085014, 2018.

PATEL, B. C.; SINHA, G. R.; GOEL, N. Introduction to sensors. In: **Advances in Modern Sensors**. Bristol: IOP Publishing, 2020.

PENG, H.; YANG, A.; XIONG, J. Green, microwave-assisted synthesis of silver nanoparticles using bamboo hemicelluloses and glucose in an aqueous medium. **Carbohydrate Polymers**, v. 91, n. 1, p. 348–355, 2013.

PENG, X. et al. Characteristics of the Water- and Alkali-Soluble Hemicelluloses Fractionated by Sequential Acidification and Graded-Ethanol from Sweet Maize Stems. **Molecules**, v. 24, p. 212, 2019.

PRAKASH, B. et al. Synthesis and Characterization of Biodegradable Ultrasonicated Films made from Chitosan/al₂o₃ Polymer Nanocomposites.

Physics Procedia, v. 49, p. 84–91, 2013.

Produtores ribeirinhos pedem socorro. O caso da juta no Pará, artigo de João de Deus Barbosa Nascimento Júnior - EcoDebate. Disponível em: <<https://www.ecodebate.com.br/2014/02/10/produtores-ribeirinhos-pedem-socorro-o-caso-da-juta-no-para-artigo-de-joao-de-deus-barbosa-nascimento-junior/>>. Acesso em: 3 jun. 2019.

RAI, M.; YADAV, A.; GADE, A. Silver nanoparticles as a new generation of antimicrobials. **Biotechnology Advances**, v. 27, n. 1, p. 76–83, 2009.

RANI, M.; MEENU; SHANKER, U. The role of nanomaterials in plastics biodegradability. In: **Biodegradability of Conventional Plastics**. [s.l.] Elsevier, 2023. p. 283–308.

RAUWEL, P. et al. Silver nanoparticles: Synthesis, properties, and applications. **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2015, p. 2–4, 2015.

REILLY, R. B.; LEE, T. C. Biosensors. **Technology and Health Care**, v. 19, n. 4, p. 285–293, 2011.

ROLDI-OLIVEIRA, M. et al. Hemicellulose Films from Curaua Fibers (*Ananas erectifolius*): Extraction and Thermal and Mechanical Characterization. **Polymers**, v. 14, n. 15, p. 2999, 2022.

ROMBALDO, C. F. S. et al. Brazilian natural fiber (jute) as raw material for activated carbon production. **Anais da Academia Brasileira de Ciências**, v. 86, n. 4, p. 2137–2144, dez. 2014.

ROZILAH, A. et al. The effects of silver nanoparticles compositions on the mechanical, physiochemical, antibacterial, and morphology properties of sugar palm starch biocomposites for antibacterial coating. **Polymers**, v. 12, n. 11, p. 1–21, 2020.

S. VISHAKHA, K.; D. KISHOR, B.; S. SUDHA, R. Natural Polymers - A comprehensive Review. **International Journal of Research in Pharmaceutical and Biomedical Sciences**, p. 1598–1613, 2012.

SABIHA-HANIM, S.; AZIATUL-AKMA, A. Polymer characterization of cellulose

and hemicellulose. **Materials Science**, 2016.

SAHA, B. C. Hemicellulose bioconversion. **Journal of Industrial Microbiology and Biotechnology**, v. 30, n. 5, p. 279–291, 2003.

SAHEB, D. N.; JOG, J. P. Natural Fiber Polymer Composites: A Review. **Journal of Advances in Polymer Technology**, v. 18, n. 4, p. 351–363, 2015.

SALAM, A. et al. Extraction and Utilization of Hemicelluloses for New Biomaterial Applications. **4th International Conference on Pulping, Papermaking and Biotechnology**, p. 1–6, 2012.

SARAIVA, D. B. **Materiais Eléctricos**. Rio de Janeiro: Guanabara, 1983.

SCHMIDT, W. **Materiais Eléctricos**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher Ltda, 1979.

SILALAH, J. Hemicellulose: Isolation and Its Application in Pharmacy. In: **Handbook of Sustainable Polymers**. [s.l.] Jenny Stanford Publishing, 2016. p. 338–373.

SILVA, E. F. DA; MESQUITA, M. V. Uso de Politereftalato de Etileno (PET) como agregado em bloco de concreto. **Research, Society and Development**, v. 11, n. 12, p. e117111234198, 8 set. 2022.

SILVA, F. A. R. et al. Characterization of the PEDOT:PSS/KDP mixture on a flexible substrates and the use in pressure sensing devices. **Applied Surface Science**, v. 257, n. 20, p. 8594–8599, 2011.

SPINACÉ, M. A. S. et al. Characterization of lignocellulosic curaua fibres. **Carbohydrate Polymers**, v. 77, n. 1, p. 47–53, 2009.

STEINBERG, R. A.; BOWLING, J. D.; MCMURTREY, J. E. A Possible Explanation of Symptom Formation in Tobacco with Frenching and Mineral Deficiencies. **Science**, v. 110, n. 2870, p. 714–715, 1949.

SUH, D. et al. Electron tunneling of hierarchically structured silver nanosatellite particles for highly conductive healable nanocomposites. **Nature Communications**, v. 11, n. 1, p. 1–11, 2020.

SUN, D. M. et al. A review of carbon nanotube- and graphene-based flexible thin-film transistors. **Small**, v. 9, n. 8, p. 1188–1205, 2013.

SWEYGERS, N. et al. Prediction of the equilibrium moisture content based on the chemical composition and crystallinity of natural fibres. **Industrial Crops and Products**, v. 186, p. 115187, 2022.

TANG, J. et al. Highly Stretchable Electrodes on Wrinkled Polydimethylsiloxane Substrates. **Scientific Reports**, v. 5, n. 1, p. 16527, 2015.

THOMAZINI, D.; ALBUQUERQUE, P. U. B. DE. **Sensores industriais: Fundamentos e aplicações**. 9. ed. São Paulo: Saraiva, 2020.

VASYLIUS, M. et al. Degradation of Mechanical Properties of A-PET Films after UV Aging. **Polymers**, v. 15, n. 20, 2023.

VO, T. S.; KIM, K. Recent Trends of Functional Composites and Structures for Electromechanical Sensors: A Review. **Advanced Intelligent Systems**, 2023.

WENG, Z. et al. A high-sensitivity thin-film MWNT@PDA-AgNP nanocomposite sensor for acquiring microscopic deformations. **Composites Science and Technology**, v. 229, p. 109689, 2022.

XU, J. et al. Plasticized hemicelluloses/chitosan-based edible films reinforced by cellulose nanofiber with enhanced mechanical properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 224, p. 115164, 2019.

YANG, H. et al. Characteristics of hemicellulose, cellulose and lignin pyrolysis. **Fuel**, v. 86, n. 12–13, p. 1781–1788, 2007.

YEO, J. Y. et al. Comparative studies on the pyrolysis of cellulose, hemicellulose, and lignin based on combined kinetics. **Journal of the Energy Institute**, v. 92, n. 1, p. 27–37, 2019.

ZARBIN, A. J. G. QUÍMICA DE (NANO)MATERIAIS. **Quimica Nova**, v. 30, n. 6, p. 1469–1479, 2007.

ZENG, Y. et al. Effect of Silver Nanoparticles on the Microstructure, Non-Isothermal Crystallization Behavior and Antibacterial Activity of

Polyoxymethylene. **Polymers**, v. 12, n. 2, p. 424, 2020.

ZHU, W. et al. Quantum mechanical effects in plasmonic structures with subnanometre gaps. **Nature Communications**, v. 7, 2016.