

RESSALVA

Atendendo a solicitação do autor, o texto completo desta tese será disponibilizado somente a partir de 09/10/2025.

**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
FACULDADE DE ENGENHARIA
CÂMPUS DE ILHA SOLTEIRA**

KELY SILVEIRA BONFIM

**FILMES BIODEGRADÁVEIS INCORPORADOS COM ÓLEO ESSENCIAL E
RESÍDUO DE NANOCELULOSE: DESENVOLVIMENTO, CARACTERIZAÇÕES E
POTENCIAL APLICAÇÃO COSMÉTICA**

Ilha Solteira
2023

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

KELY SILVEIRA BONFIM

**FILMES BIODEGRADÁVEIS INCORPORADOS COM ÓLEO ESSENCIAL E
RESÍDUO DE NANOCELULOSE: DESENVOLVIMENTO, CARACTERIZAÇÕES E
POTENCIAL APLICAÇÃO COSMÉTICA**

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira – Unesp como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutora em Ciência dos Materiais. Área de concentração: Química dos Materiais.

Profa. Dra. Márcia Regina de Moura Aouada
Orientador

FICHA CATALOGRÁFICA
Desenvolvido pelo Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação

B713f Bonfim, Kely Silveira.
Filmes biodegradáveis incorporados com óleo essencial e resíduo de nanocelulose: desenvolvimento, caracterizações e potencial aplicação cosmética / Kely Silveira Bonfim. -- Ilha Solteira: [s.n.], 2023
153 f. : il.

Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira. Área de conhecimento: Química dos Materiais, 2023

Orientador: Márcia Regina de Moura Aouada

Inclui bibliografia

1. Filmes cosméticos. 2. Nanocompósitos. 3. Nanocelulose. 4. Tea-tree oil. 5. Caracterização físico-química.


Amanda Sertori dos Santos
Bibliotecária - CRB/8-9061
Seção Técnica de Referência, Atendimento ao
Usuário e Documentação
Diretoria Técnica de Biblioteca e Documentação

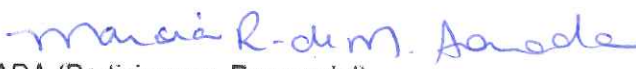
CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

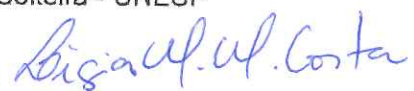
TÍTULO DA TESE: FILMES BIODEGRADÁVEIS INCORPORADOS COM ÓLEO ESSENCIAL E RESÍDUO DE NANOCELULOSE: DESENVOLVIMENTO, CARACTERIZAÇÃO E POTENCIAL APLICAÇÃO COSMÉTICA

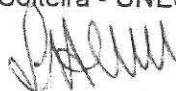
AUTORA: KELY SILVEIRA BONFIM

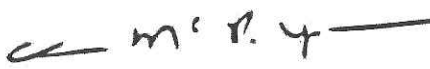
ORIENTADORA: MARCIA REGINA DE MOURA AOUADA

Aprovada como parte das exigências para obtenção do Título de Doutora em CIÊNCIA DOS MATERIAIS, área: Química dos Materiais pela Comissão Examinadora:


Profa. Dra. MARCIA REGINA DE MOURA AOUADA (Participação Presencial)
Departamento de Física e Química / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira - UNESP


Profa. Dra. LIGIA MARIA MANZINE COSTA (Participação Presencial)
Departamento de Física e Química / Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira - UNESP


Dr. LUIZ HENRIQUE CAPPARELLI MATTOSO (Participação Virtual)
Embrapa Instrumentação / Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - EMBRAPA


Profa. Dra. CRISTIANA MARIA PEDROSO YOSHIDA (Participação Virtual)
Departamento de Ciências Farmacêuticas / Universidade Federal de São Paulo - UNIFESP

Profa. Dra. DOMINIQUE FERNANDES DE MOURA DO CARMO (Participação Virtual)
Instituto de Ciências Exatas e Tecnologia / Universidade Federal do Amazonas - UFAM



Ilha Solteira, 09 de outubro de 2023

DEDICATÓRIA

Aos meus amados pais, Florisvaldo e Maria Santa, por tanto amor e incentivo para que eu vencesse pelos estudos. Vencemos! Esse título também é de vocês, pais que abdicaram de muita coisa para educar eu e meus irmãos, pessoas simples e que não tiveram a oportunidade de estudar, mas que sempre acreditaram que os estudos mudariam a vida da nossa família!

AGRADECIMENTOS

Por muito tempo eu sonhei com esse momento e com a escrita desta sessão. Prestes a defender, reflito sobre todo o caminho percorrido até a finalização desta etapa e, mais do que escrever uma sessão cheia de agradecimentos automáticos, discorrerei brevemente sobre este percurso, caro leitor.

Cursei o ensino fundamental e médio em escola pública, fui professora da rede pública, sou discente ativa nos eventos da pós-graduação e fui doutoranda enquanto perdurou a pandemia. Assim como eu, muitos que trilharam o mesmo caminho sabe o quão difícil é chegar até aqui, por conseguinte,

agradeço primeiramente a Deus, pois Ele é o meu sustento, a minha força e o meu esteio, que me abençoou, protegeu o meu caminho e acalmou o meu coração em meio às tempestades.

Aos meus pais, Florisvaldo e Maria Santa, pelo amor e educação que deram a mim, pelas orações, bem como, por me incentivarem e por acreditarem que eu chegaria até aqui. Meus pais são exemplos de luta, trabalho e honestidade, onde encontro inspiração.

Aos meus amados irmãos: Claudia, Edivaldo e Katia. Obrigada pelo amor e por não medirem esforços para me ajudar em todas as situações. Ver vocês irmãos mais velhos, resilientes e lutando bravamente por um futuro promissor, me incentivou para que eu fizesse o mesmo.

Ao meu sobrinho Jean, pelo amor e incentivo.

À professora Márcia Aouada, minha orientadora, e ao professor Fauze Aouada, pela confiança e oportunidade em desenvolver esse trabalho no Grupo de Compósitos e Nanocompósitos Híbridos (GCNH). Ter participado do GCNH, contribuiu grandemente para a minha formação acadêmica, pessoal e networking.

Ao GCNH: alunos de iniciação científica que tive a oportunidade de coorientar, pois com vocês eu aprendi muito, principalmente na minha prática de orientação. Agradeço também ao Fabrício Tanaka e ao Gabriel Borges por todo suporte nos ensaios de liberação. Em especial, agradeço aos colegas que se tornaram grandes amigos, fizeram os meus dias mais felizes e leves, e mesmo após a defesa de todos, não soltaram a minha mão: Adhemar Watanuki; Elaine Florinda; Renan Fernandes; Uilian Yonezawa e Vanessa Solfa. Obrigada por tudo! Pela ajuda diária no laboratório, pelos cafés na copinha do DFQ e em casa, bolos na Nilda, espetinhos no Lyra, treinos

e caminhadas que só rendiam risadas, jantinhas, congressos, bate-papos na cantina, choro e risos compartilhados. Foram inúmeros momentos que marcaram a nossa vida em Ilha Solteira e sou grata por cada um deles.

Ao Departamento de Física e Química (DFQ): secretário Thiago Nicolette e colaborador Gilmar, sempre dispostos a me ajudar; professores José Malmonge e Renato Grillo, por serem tão atenciosos e solícitos; aos inúmeros colegas que passaram pelo DFQ ao longo desse período e em especial, às professoras Maria Ângela e Rosângela Laurentiz, sempre dispostas a me ouvir e que são exemplos de força e profissionalismo.

À professora Fernanda Brighenti e a Luciana Solera, da Faculdade de Odontologia de Araraquara (FOAr/UNESP) pelas análises microbiológicas realizadas.

À professora Vanusca Jahno e a Thaís Rodrigues, da Universidade Feevale/RS, pelas análises de biodegradação.

À Embrapa de São Carlos pelo suporte na realização das análises de tamanho médio, polidispersão, MET e TG.

À Nexfill® (Brasil) pela doação dos resíduos de celulose bacteriana.

Ao professor Hernane Barud, da UNIARA, sempre gentil e disposto a ajudar.

Ao Adhemar Watanuki e Renan Fernandes, já citados acima, pela enorme contribuição nas análises estatísticas e discussão de resultados.

Ao Grupo de Polímeros (GPol) e ao José Vilches pelo auxílio nas análises de propriedades mecânicas, DRX e TG.

A todos os professores que fizeram parte da minha formação na educação básica, ensino superior e pós-graduação.

Aos meus queridos alunos da Licenciatura em Física (UNESP – Ilha Solteira), EE “Cícero Castilho Cunha” (Sud Mennucci), em especial aos meus “filhos”: Elton, Jullia, Leonarda e Leonardo, por acreditarem em mim e serem tão compreensivos com uma professora doutoranda. Como eu sempre disse e continuarei dizendo: estudem, pois o estudo abre portas e vocês são capazes!

Aos colegas de profissão, em especial aos “besties” Claudemberg, Heloisa e minha eterna coordenadora, Maria Angélica. Obrigada pela paciência, compreensão e por compartilharem tanto conhecimento comigo.

A todos os amigos de Aspásia, Ilha Solteira, Sud Mennucci e os que fiz ao longo do caminho: obrigada pelo ombro amigo e pelos momentos de descontração.

Ao Grupo de Oração Universitária (GOU) e Grupo de Partilha de Profissionais (GPP) da UNESP/Ilha por toda oração, partilha e apoio.

A Dona Nair, Dona Geni e Andreia por toda acolhida, cuidado e carinho durante a minha moradia em Ilha e Sud.

Aos parceiros de trabalho do Instituto Senai de Inovação (ISI) em Biomassa pela acolhida e apoio nessa fase de defesa.

A todos que contribuíram direta e indiretamente com esse trabalho e sempre acreditaram em mim.

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

“Seja você quem for, seja qual for a posição social que você tenha na vida, a mais alta ou a mais baixa, tenha sempre como meta muita força, muita determinação e sempre faça tudo com muito amor e com muita fé em Deus, que um dia você chega lá. De alguma maneira você chega lá.” (Ayrton Senna)

PRODUÇÃO CIENTÍFICA

Artigos completos publicados em periódicos

de Oliveira, E. F. R., Bonfim, K. S., Aouada, F. A., de Azeredo, H. M. C., & de Moura, M. R. (2023). A sustainable approach on the potential use of kale puree in edible wraps. *Applied Food Research*, 3(1), 100261.

de Souza, M. V., da Silva, S. A., Cazella, P. H., Rodrigues, F. R., Bonfim, K. S., Sanches, A. O., ... & Lahr, F. A. (2022). Particleboards manufactured from *Tectona grandis* wood waste with homogeneous and three-layer heterogeneous compositions for commercial purposes. *BioResources*, 17(3), 5011.

Paixão, G. D. L. O., Watanuki Filho, A., Bonfim, K. S., Aouada, F. A., & Moura, M. R. D. (2022). Hidrofobização e odorização de madeira para uso na construção civil por imersão em nanoemulsões de óleo essencial de melaleuca e copaíba. *Matéria (Rio de Janeiro)*, 27.

Spricigo, P. C., Pilon, L., Trento, J. P., de Moura, M. R., Bonfim, K. S., Mitsuyuki, M. C., ... & Ferreira, M. D. (2021). Nano-chitosan as an antimicrobial agent in preservative solutions for cut flowers. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 96(8), 2168-2175.

Bonfim KS; Pereira, A. B. B. ; Lima, T. A. ; Oliveira, E. F. R. ; Santos, V. S. ; Santos, B. ; Bento, B. M. ; Melo, P. T. S. ; Costa, F. M. ; Aouada, F. A. ; Moura, M. R. . Active Polymeric Packaging: Innovation in Food with Potential Use of Sustainable Raw Material. *Active Polymeric Packaging: Innovation in Food with Potential Use of Sustainable Raw Material*, v. 7, p. 112, 2021.

Souza, J. R., Bonfim, K. S., Lorevice, M. V., Correa, D. S., Mattoso, L. H. C., & Moura, M. R. D. (2020). Antibacterial properties of oregano essential oil encapsulated in poly (ϵ -caprolactone) nanoparticles. *Advanced Science, Engineering and Medicine*, 12(7), 864-869.

Silvestrini Fernandes, D., Silveira Bonfim, K., & do Carmo, D. R. (2018). Silver hexacyanoferrate (III) on a hybrid graphene oxide/PAMAM dendrimer surface and application as an electrocatalyst in the detection of isoniazid. *Electroanalysis*, 30(6), 1107-1116.

De Sá, A. C., Maraldi, V. A., Bonfim, K. S., Souza, T. R., Paim, L. L., Barbosa, P. F. P., ... & Do Carmo, D. R. (2017). Electrocatalytic detection of hydrazine using chemically modified electrodes with cobalt pentacyanonitrosylferrate adsorbed on the 3-aminopropylsilica surface. *Int J Chem*, 9(4), 12-21.

dos Santos, V. S., Maraldi, V. A., Bonfim, K. S., Souza, T. R., Nakamura, A. P. R., de Souza Magossi, M., ... & do Carmo, D. R. (2017). Voltammetric behavior of zinc hexacyanoferrate (III) nanoparticles and their application in the detection of N-acetylcysteine. *International Journal of Electrochemical Science*, 12(8), 7142-7153.

Trabalhos completos publicados em anais de congressos

Bonfim, K. S.; Oliveira, E. F. R. ; Lorevice, M. V. ; Aouada, F. A. ; Moura, M. R. . Influência de Parâmetros Reacionais na Extração de Nanofibras de Celulose Bacteriana pelo Método de Oxidação. In: *15º Congresso Brasileiro de Polímeros (CBPol)*, 2019, Bento Gonçalves - RS. Nanocompósitos poliméricos e polímeros nanoestruturados, 2019. p. 2607-2610.

Angelotti, A. M. ; Bonfim, K. S. ; Oliveira, E. F. R. ; Barud, H. S. ; Moura, M. R. ; Aouada, F. A. . Influência de Nanofibra de Celulose Bacteriana nas Propriedades Hidrofílicas e Cinéticas de Hidrogéis de Poli(acrilamida e Metilcelulose). In: *15º Congresso Brasileiro de Polímeros (CBPol)*, 2019, Bento Gonçalves - RS. Nanocompósitos poliméricos e polímeros nanoestruturados, 2019. p. 2616-2620.

Resumos publicados em anais de congressos

Bonfim, K. S.; Watanuki Filho, A. ; Aouada, F. A. ; De Moura, M. R. . Mechanical Properties of Sodium Alginate and Melaleuca Essential Oil Films with addition of Bacterial Cellulose Nanofibers. In: IV Brazilian Nanocellulose Summit, 2023, São Carlos/SP. Anais do IV Brazilian Nanocellulose Summit, 2023.

Bonfim, K. S.; Aouada, F. A. ; De Moura, M. R. . Morphological and chemical characterization of active films of sodium alginate and melaleuca essential oil. In: Brazil MRS Meeting & International Union of Materials Research Societies. International Conference on Electronic Materials (IUMRS-ICEM 2021), 2021. Anais do XIX Brazil MRS Meeting & International Union of Materials Research Societies, 2021.

Paula, L. S. S.; Siqueri, V. A.; Watanuki Filho, Adhemar; Bonfim, K. S.; Moura, M. R. ; Aouada, F. A. . Biodegradable Hydrogels Based on Bacterial Cellulose Nanofibers as Potential Additive for Cement-pastes. In: II Encontro de Polímeros Naturais (EPNat), 2020, Online. Anais do II Encontro de Polímeros Naturais (EPNat). Araraquara - SP: International Journal of Advances in Medical Biotechnology, 2020. p. 7-7.

Bento, B. M.; Bonfim, K. S.; Aouada, F. A.; Moura, M. R. Sustainable Use of Canadian Sweet Potato Starch in the Elaboration of Biodegradable Films. In: II Encontro de Polímeros Naturais (EPNat), 2020, Online. Anais do II Encontro de Polímeros Naturais (EPNat). Araraquara - SP: International Journal of Advances in Medical Biotechnology - IJAMB, 2020. p. 123-123.

Bonfim, K. S.; Watanuki Filho, Adhemar; Aouada, F. A.; Moura, M. R. Effect of Oxidation Reaction Time on Water Retention Properties (WRV) of Bacterial Cellulose Nanofibers. In: II Encontro de Polímeros Naturais (EPNat), 2020, Online. Anais do II Encontro de Polímeros Naturais (EPNat). Araraquara - SP: International Journal of Advances in Medical Biotechnology - IJAMB, 2020. p. 92-92.

Braidoti, B. ; Bonfim, K. S. ; Aouada, F. A. ; Moura, M. R. . Use of Bacterial Cellulose in the Improvement of Barriers Properties of Pectin Biofilm. In: XVIII Brazil MRS Meeting, 2019, Balneário Camboriú - SC. XVIII Brazil MRS Meeting - Proceedings, 2019. p. 888-888.

Bonfim, K. S.; Maraldi, V. A. ; Do Carmo, D. R. . Síntese e Caracterização de um Material Híbrido à base de Óxido de Grafeno Modificado com o Dendrímero PAMAM G.0. In: 23º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (CBECiMat), 2018, Foz do Iguaçu - PR. Anais do 23º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais (CBECiMat), 2018. p. 2144-2144.

Bonfim, K. S.; Aouada, F. A. ; Azeredo, H. M. C. ; Moura, M. R. . Valorização das Propriedades Ativas de Biofilmes contendo Celulose Bacteriana Nanofibrilada. In: IV Encontro de Pesquisadores em Ciência e Engenharia de Materiais (EPCEM), 2018, Ilha Solteira - SP. Anais do IV Encontro de Pesquisadores em Ciência e Engenharia de Materiais (EPCEM), 2018. p. 60-60.

K. S. Bonfim; M. M. de Souza ; D. S. Fernandes ; D. R. Carmo . Detecção Voltamétrica de Ácido Ascórbico através de Pasta de Grafite modificada com Nanopartículas de Nitroprussiato de Cobalto. In: XXI Simpósio Brasileiro de Eletroquímica e Eletroanalítica (SIBEE), 2017, Natal - RN. Anais do Simpósio Brasileiro de Eletroquímica e Eletroanalítica. Campinas: Galoá, 2017.

RESUMO

Os cosméticos têm se tornado uma abordagem promissora no tratamento da acne. Esses produtos são formulados com diversos ingredientes, dentre eles, os polímeros. Diante da crescente preocupação com os microplásticos no meio ambiente, esse mercado está alinhado com os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) para o desenvolvimento de formulações mais sustentáveis com inovação em filmes. Biopolímeros, como o alginato de sódio, são alternativas consolidadas nessas formulações e literatura científica; porém, o uso de resíduo de celulose bacteriana ainda é pouco explorado nesse segmento. Em vista disso, o presente trabalho objetiva-se em desenvolver filmes cosméticos biodegradáveis com potencial aplicação cosmética e caracterizá-los por técnicas físico-químicas e morfológicas. Para isso, desenvolveu-se filmes contendo alginato de sódio como matriz, resíduo de celulose bacteriana como agente de reforço e óleo essencial de melaleuca como ingrediente ativo. O trabalho dividiu-se em 4 etapas. Na primeira etapa, foi realizado um estudo para investigar as melhores condições experimentais para o preparo da nanoemulsão (NE) O/A. A NE apresentou tamanho médio de $52,46 \pm 3,53$ nm e PDI de $0,26 \pm 0,01$. Na segunda etapa, o resíduo de celulose bacteriana foi oxidado via 2,2,6,6-Tetramethylpiperidine 1-oxyl (TEMPO) e apresentou alto rendimento de síntese e teor de água. As técnicas de Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) mostraram que as fibras produzidas possuem tamanho de 116,07 nm. Além disso, a Difração de Raios-X (DRX) comprovou que a estrutura cristalina não foi alterada com a oxidação e a Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) confirmou a inserção de grupos carboxílicos provenientes da oxidação. Na terceira etapa, foram realizados estudos de otimização de parâmetros para o desenvolvimento dos filmes nanocompósitos. Testou-se a concentração de óleo essencial; CaCl_2 , MnCl_2 e AlCl_3 como agentes reticuladores e a metodologia de incorporação da celulose bacteriana oxidada. Na última etapa, desenvolveu-se 08 filmes que foram submetidos a análises como: MEV; Propriedades Mecânicas; Permeabilidade ao Vapor de Água (WVP); Ângulo de Contato; Solubilidade em Água; Liberação em UV-Vis; FTIR e biodegradação. Os resultados demonstram que os filmes desenvolvidos são capazes de liberar o composto ativo em condições semelhantes à pele com acne; biodegradáveis; não afetam a germinação de sementes no solo e possuem

propriedades físico-químicas satisfatórias para a aplicação em cosméticos, bem como em curativos.

Palavras-chave: Filmes cosméticos; Nanocompósitos; Nanocelulose; Tea-tree oil; Caracterização físico-química.

ABSTRACT

Cosmetics are a promising treatment option for acne due to their formulation with diverse ingredients, such as polymers. The cosmetics industry is becoming increasingly concerned about growing environmental issues over microplastics on the environment. As a result, the industry is now aligned with the Sustainable Development Goals (SDGs) and is working towards developing more sustainable formulations such as innovative films. Biopolymers, including sodium alginate, are commonly used in these formulations and in the scientific literature. Nevertheless, the use of bacterial cellulose residue in this area is still not well-defined. Therefore, the objective of this research was to develop biodegradable cosmetic films with potential cosmetic applications and to evaluate their physicochemical and morphological properties. To achieve this goal, researchers produced films that consisted of sodium alginate serving as matrix, bacterial cellulose residue as reinforcement, and tea tree essential oil as active ingredient. The work consisted of four stages. The first stage involved conducting a study to determine the optimal experimental conditions for the preparation of the O/W nanoemulsion (NE). The NE exhibited an average size of 52.46 ± 3.53 nm and a PDI of 0.26 ± 0.01 . In the second stage, the bacterial cellulose residue was oxidized utilizing 2,2,6,6-Tetramethylpiperidine 1-oxyl (TEMPO), yielding a high synthesis yield and water content. Transmission Electron Microscopy (TEM) and Scanning Electron Microscopy (SEM) techniques showed that the fibers produced have a size of 116.07 nm. Additionally, XRD analysis revealed that oxidation did not alter the crystal structure, and FTIR analysis confirmed the insertion of carboxylic groups. The third stage involved parameter optimization to develop the nanocomposite films, which included testing the concentration of essential oil, CaCl_2 , MnCl_2 , and AlCl_3 as crosslinking agents, as well as the methodology for incorporating oxidized bacterial cellulose. In the last stage, 08 films were developed and submitted to analysis such as: SEM; Mechanical Properties; Water Vapor Permeability (WVP); Contact Angle; Water Solubility; UV-Vis Release; FTIR and biodegradation. The discoveries indicate that the developed films have the ability to release active compound under conditions similar to those of acne-prone skin. These films are also biodegradable, do not hamper seed germination in soil and exhibit satisfactory physical-chemical properties suitable for application in cosmetics as well as dressings.

Keywords: Cosmetics films; Nanocomposites; Nanocellulose; Tea-tree oil; Physico-chemical characterization.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Pesquisa bibliográfica realizada na base de dados da Web of Science, no campo “topic” com as palavras-chaves: Acne; Cosmetics; Microplastics; “Sodium Alginate”; “Bacterial cellulose” e “Tea tree oil” OR “Tea tree essential oil” OR Melaleuca essential oil” OR “Melaleuca alternifolia” OR “Melaleuca alternifolia oil”. Período: 01/01/2013 a 01/10/2023.	34
Figura 2: Pesquisa bibliográfica realizada na base de dados da Web of Science, no campo “topic” com as palavras chaves: “Cosmetic film” OR “Acne patch” OR “Cosmetic Patch” OR “Nanocosmetics”. Período: 01/01/2013 a 01/10/2023.....	34
Figura 3: Principais áreas de aplicação/publicação envolvendo a palavra-chave: Acne.	35
Figura 4: Principais áreas de aplicação/publicação envolvendo a palavra-chave: Cosmetics.....	35
Figura 5: Principais áreas de aplicação/publicação envolvendo a palavra-chave: Microplastics.....	36
Figura 6: Principais áreas de aplicação/publicação envolvendo a palavra-chave: “Sodium alginate”.	36
Figura 7: Principais áreas de aplicação/publicação envolvendo a palavra-chave: “Bacterial Cellulose”.	37
Figura 8: Principais áreas de aplicação/publicação envolvendo a palavra-chave: “Tea tree oil” OR “Tea tree essential oil” OR “Melaleuca essential oil” OR “Melaleuca alternifolia” OR “Melaleuca alternifolia oil”.	37
Figura 9: Principais áreas de aplicação/publicação envolvendo a palavra-chave: “Cosmetic film” OR “Acne patch” OR “Cosmetic Patch” OR “Nanocosmetics”.	38
Figura 10: Estrutura química do alginato de sódio.	43
Figura 11: Estrutura química da celulose.	44
Figura 12: Processo de obtenção de celulose bacteriana.	45
Figura 13: Estrutura da celulose oxidada via TEMPO.	47
Figura 14: Estruturas químicas dos compostos bioativos majoritários nos óleos essenciais de melaleuca.	49
Figura 15 – Fotografia digital do aspecto visual das Nanoemulsões de Óleo Essencial de Melaleuca preparadas a 15.000 e 20.000 RPM: (a) sem flash e (b) com flash....	58

Figura 16 - Tamanho médio (nm) de Nanoemulsões de Óleo Essencial de Melaleuca (NOEM) preparadas a 15.000 e 20.000 RPM. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.....	59
Figura 17: Polidispersão (PDI) de Nanoemulsões de Óleo Essencial de Melaleuca (NOEM) preparadas a 15.000 e 20.000 RPM. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.....	60
Figura 18: Processo de obtenção de Nanofibras de Celulose Bacteriana via Oxidação Mediada por TEMPO.....	64
Figura 19: Micrografia Eletrônica de Transmissão de Nanofibras de Celulose Bacteriana (NFCB) obtidas via oxidação mediada por TEMPO. Barra de escala de (a) 2 μm e (b) 1 μm	69
Figura 20 - Micrografias Eletrônicas de Varredura com aumento de 20.000x para as amostras de: (a) Resíduo de Celulose Bacteriana e (b) Nanofibras de Celulose Bacteriana obtidas via oxidação mediada por TEMPO.	70
Figura 21: Tamanho médio e distribuição de tamanho das nanofibras de celulose bacteriana.....	71
Figura 22 - Espectros vibracionais na região do infravermelho para amostras de CB e NFCB com varredura de: (a) 4000 - 655 cm^{-1} e (b) 2232-655 cm^{-1}	72
Figura 23 - Difratogramas de Raios-X para as amostras de Celulose Bacteriana (CB) e Nanofibras de Celulose Bacteriana (NFCB).	73
Figura 24: Curvas termogravimétricas para a Perda de Massa (%) da Celulose Bacteriana (CB) e Nanofibras de Celulose Bacteriana (NFCB).....	74
Figura 25 - Curvas termogravimétricas para: (a) Derivada da Massa (%) da Celulose Bacteriana (CB) e Nanofibras de Celulose Bacteriana (NFCB) e (b): ampliação da curva para a NFCB.....	75
Figura 26: Processo de obtenção do filme de alginato de sódio pelo método de <i>casting</i>	80
Figura 27: Processo de reticulação física com os íons Ca^{2+} ; Mn^{2+} e Al^{3+} para o filme de alginato de sódio.	81
Figura 28: Incorporação do óleo essencial de melaleuca na matriz polimérica de alginato de sódio.	81

Figura 29: Método de incorporação da NFCB antes da desgaseificação da suspensão filmogênica contendo alginato de sódio e óleo essencial de melaleuca.....	82
Figura 30: Método de incorporação da NFCB após a desgaseificação da suspensão filmogênica contendo alginato de sódio e óleo essencial de melaleuca.....	82
Figura 31: Aspecto visual dos filmes de alginato reticulados com: (a) CaCl_2 ; (b) MnCl_2 e (c) AlCl_3	84
Figura 32: Aspecto visual dos filmes com nanoemulsão contendo: (a) 1,0 e (b) 2,5 % m/V de óleo essencial de melaleuca.	85
Figura 33: Aspecto visual dos filmes de alginato de sódio e nanoemulsão de óleo essencial de melaleuca incorporados com nanofibras de celulose bacteriana: (a) antes e (b) após a desgaseificação da suspensão filmogênica.	86
Figura 34: Processo de otimização para o desenvolvimento dos filmes nanocompósitos.	91
Figura 35: Organização do experimento de biodegradação da área 1: biodegradação com malha plástica.....	97
Figura 36: Organização do experimento de biodegradação da área 2: biodegradação sem malha plástica simulando a realidade.....	98
Figura 37: Aspecto visual dos filmes nanocompósitos.	102
Figura 38: Micrografias Eletrônicas de Varredura da superfície dos filmes com aumento de 1.000x.....	104
Figura 39: Micrografias Eletrônicas de Varredura da superfície dos filmes com aumento de 5.000x.....	105
Figura 40: Micrografias Eletrônicas de Varredura da superfície dos filmes com aumento de 10.000x.....	106
Figura 41: Micrografias Eletrônicas de Varredura da superfície dos filmes com aumento de 20.000x.....	107
Figura 42: Micrografias Eletrônicas de Varredura da fratura dos filmes com aumento de 1.000x.....	108
Figura 43: Micrografias Eletrônicas de Varredura da fratura dos filmes com aumento de 5.000x.....	109
Figura 44: Resistência à tração dos filmes sem reticular. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	110

Figura 45: Resistência à tração dos filmes reticulados. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	111
Figura 46: Resistência à tração dos filmes nanocompósitos. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	111
Figura 47: Elongação dos filmes sem reticular. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	112
Figura 48: Elongação dos filmes reticulados. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	113
Figura 49: Elongação dos filmes nanocompósitos. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	113
Figura 50: Módulo de Young dos filmes sem reticular. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	114
Figura 51: Módulo de Young dos filmes reticulados. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	115
Figura 52: Módulo de Young dos filmes nanocompósitos. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	115
Figura 53: WVP dos filmes sem reticular. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	117
Figura 54: WVP dos filmes reticulados. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	118

Figura 55: WVP dos filmes nanocompósitos. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.....	119
Figura 56: Ângulo de contato com a água dos filmes nanocompósitos. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	120
Figura 57: Ângulo de contato dos filmes sem reticular. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	120
Figura 58: Solubilidade em água dos filmes nanocompósitos. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	121
Figura 59: Solubilidade em água dos filmes sem reticular. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	122
Figura 60: Solubilidade em água dos filmes reticulados. *Médias, com seus respectivos valores de desvios padrões, seguidas de letras iguais não diferem estatisticamente entre si seguindo o teste de Tukey com nível de confiança de 95%.	123
Figura 61: Curva de calibração do óleo essencial de melaleuca utilizando tampão fosfato pH = 5,5.	124
Figura 62: Quantidade liberada de óleo essencial de melaleuca dos filmes nanocompósitos. Tempo: 0 a 300 minutos.....	124
Figura 63: Porcentagem liberada de óleo essencial de melaleuca dos filmes nanocompósitos. Tempo: 0 a 300 minutos.....	125
Figura 64: Espectros de FTIR dos filmes nanocompósitos sem reticular: (a) 4000 a 650 cm ⁻¹ e (b) 2.270 a 650 cm ⁻¹	127
Figura 65: Espectros de FTIR dos filmes nanocompósitos reticulados.	128
Figura 66: Disposição das amostras (em triplicata) e do sistema completo com malha plástica.	129

Figura 67: Disposição das amostras (em triplicata) e do sistema completo sem malha plástica.	129
Figura 68: Biodegradação com malha plástica no período de 0 a 180 dias para as amostras: a) PEBD; b) Celulose; c) 0% NFCB; d) 0% NFCB/Mn; e) 5,0% NFCB e f) 5,0% NFCB/Mn.	130
Figura 69: Amostras após 15 dias de biodegradação em malha plástica, com aumento de 64x.	131
Figura 70: Biodegradação sem malha plástica no período de 0 a 180 dias para as amostras: a) PEBD; b) Celulose; c) 0% NFCB; d) 0% NFCB/Mn; e) 5,0% NFCB e f) 5,0% NFCB/Mn.	131
Figura 71: Disposição das sementes de feijão e do sistema completo no substrato em que as amostras foram degradadas durante 30 dias e germinação após 10 dias. Da esquerda para a direita: PEBD; Celulose; 0% NFCB; 0% NFCB/Mn; 5,0% NFCB; 5,0% NFCB/Mn e substrato controle.	132
Figura 72: Germinação de sementes de feijão em substrato após 30 dias.	133
Figura 73: Disposição das sementes de feijão e do sistema completo no substrato em que as amostras foram degradadas durante 180 dias e germinação após 10 dias. Da esquerda para a direita: PEBD; Celulose; 0% NFCB; 0% NFCB/Mn; 5,0% NFCB; 5,0% NFCB/Mn e substrato controle.	133
Figura 74: Germinação de sementes de feijão em substrato após 180 dias.	134
Figura 75: Potencial aplicação cosmética: adesão à pele úmida e elasticidade do filme 5,0% NFCB/Mn.	135
Figura 76: Potencial aplicação cosmética: elasticidade do filme 5,0% NFCB/Mn após contato com a pele úmida.	136

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Aplicações do alginato de sódio em cosméticos.....	44
Tabela 2: Comparativo entre as propriedades da celulose vegetal e celulose bacteriana.....	46
Tabela 3: Aplicações da celulose bacteriana em cosméticos.....	46
Tabela 4: Óleos essenciais utilizados no tratamento da acne.	48
Tabela 5 – Caracterização do Óleo Essencial de Gengibre Fresco.....	53
Tabela 6 - Caracterização do óleo essencial de melaleuca.....	54
Tabela 7: Parâmetros de preparo das nanoemulsões de óleo essencial de melaleuca.	56
Tabela 8 - Concentração Inibitória Mínima (CIM) e Concentração Bactericida Mínima (CBM) do Óleo Essencial de Melaleuca (OEM); Óleo Essencial de Gengibre (OEG) e Digluconato de Clorexidina (CHX) para a bactéria <i>Staphylococcus aureus</i>	57
Tabela 9 - Concentração Inibitória Mínima (CIM) e Concentração Bactericida Mínima (CBM) do Óleo Essencial de Melaleuca (OEM); Óleo Essencial de Gengibre (OEG) e Digluconato de Clorexidina (CHX) para a bactéria <i>Cutibacterium acnes</i>	57
Tabela 10 - Concentração Inibitória Mínima (CIM) e Concentração Bactericida Mínima (CBM) do Óleo Essencial de Melaleuca (OEM); Óleo Essencial de Gengibre (OEG) e Digluconato de Clorexidina (CHX) para a bactéria <i>Staphylococcus epidermidis</i>	57
Tabela 11 - Potencial Hidrogeniônico (pH) Nanoemulsões de Óleo Essencial de Melaleuca (NOEM) preparadas a 15.000 e 20.000 RPM.	60
Tabela 12 - Rendimento do processo de oxidação mediado por TEMPO e teor de água das nanofibras de celulose bacteriana produzidas.....	68
Tabela 13: Índice de cristalinidade para as amostras de Celulose Bacteriana (CB) e Nanofibras de Celulose Bacteriana (NFCB).....	74
Tabela 14: Valores da Temperatura Inicial (Ti); Temperatura Máxima (T _{máx.}) e Temperatura Final (T _f) dos eventos térmicos de degradação da Celulose Bacteriana (CB) e Nanofibras de Celulose Bacteriana (NFCB).....	76
Tabela 15: Perda de Massa (%) nos eventos térmicos de degradação da Celulose Bacteriana (CB) e Nanofibras de Celulose Bacteriana (NFCB).....	76
Tabela 16: Análise subjetiva do processo de otimização dos filmes.	87
Tabela 17: Composição dos filmes nanocompósitos obtidos.	91
Tabela 18 - Caracterização do substrato comercial para plantas.	96

Tabela 19: Potencial Hidrogeniônico das suspensões filmogênicas dos filmes nanocompósitos.	100
--	-----

Tabela 20: Viscosidade aparente das suspensões filmogênicas sem e com NFCB.	101
---	-----

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

AS	Alginato de Sódio
CB	Celulose Bacteriana
CBM	Concentração Bactericida Mínima
CHX	Clorexidina
CIM	Concentração Inibitória Mínima
DRX	Difração de Raios-X
FTIR	Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NE	Nanoemulsão
NFCB	Nanofibras de Celulose Bacteriana
OEG	Óleo Essencial de Gengibre
OEM	Óleo Essencial de Melaleuca
PDI	Polidispersividade
SF	Suspensão Filmogênica
TEMPO	2,2,6,6-Tetramethylpiperidine 1-oxyl
TG	Termogravimetria
WVP	Permeabilidade ao Vapor de Água do inglês “ <i>Water Vapor Permeability</i> ”

SUMÁRIO

CAPÍTULO I: INTRODUÇÃO	29
CAPÍTULO II: RELEVÂNCIA CIENTÍFICO-SOCIAL DA PESQUISA DESENVOLVIDA	32
CAPÍTULO III: REVISÃO DA LITERATURA	39
3.1 ACNE	40
3.2 COSMÉTICOS: DEFINIÇÕES E MERCADO	40
3.3 POLÍMEROS NA INDÚSTRIA COSMÉTICA	41
3.4 MICROPLÁSTICOS NO MEIO AMBIENTE	42
3.5 ALGINATO DE SÓDIO	42
3.6 CELULOSE	44
3.6.1 Celulose vegetal	44
3.6.2 Celulose bacteriana	45
3.7 ÓLEOS ESSENCIAIS	47
CAPÍTULO IV: OBJETIVOS	50
4.1 Objetivo geral	51
4.2 Objetivos específicos	51
CAPÍTULO V: PROPRIEDADES ANTIMICROBIANAS DOS ÓLEOS ESSENCIAIS E PREPARO E CARACTERIZAÇÕES DAS NANOEMULSÕES	52
5.1 MATERIAL	53
5.2 MÉTODOS	54
5.2.1 Concentração Inibitória Mínima (CIM) e Concentração Bactericida Mínima (CBM)	54
5.2.2 Preparo das Nanoemulsões de Óleo Essencial de Melaleuca	55
5.2.3 Tamanho médio e Índice de polidispersividade (PDI)	56
5.2.4 Potencial Hidrogeniônico (pH)	56

5.2.5 Análise Estatística.....	56
5.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	57
5.3.1 Concentração Inibitória Mínima (CIM) e Concentração Bactericida Mínima (CBM) dos óleos essenciais	57
5.3.2 Tamanho Médio e Índice de Polidispersividade (PDI) das Nanoemulsões de Óleo Essencial de Melaleuca	58
5.3.3 Potencial Hidrogeniônico (pH)	60
CAPÍTULO VI: PREPARO E CARACTERIZAÇÕES DE NANOFIBRAS DE CELULOSE BACTERIANA	62
6.1 MATERIAL	63
6.2 MÉTODOS	63
6.2.1 Oxidação mediada por TEMPO	63
6.2.2 <i>Rendimento</i>.....	64
6.2.3 Teor de Água	65
6.2.4 Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)	65
6.2.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	65
6.2.6 Espectroscopia na região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FT-IR).....	66
6.2.7 Difração de Raios-X (DRX).....	66
6.2.8 Propriedades Térmicas.....	67
6.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	68
6.3.1 Rendimento (R) e Teor de Água.....	68
6.3.2 Análise morfológica e tamanho médio das nanofibras de celulose bacteriana produzidas	68
6.3.4 Espectroscopia na região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FT-IR)	71
6.3.5 Difração de Raios-X (DRX)	73
6.3.6 Propriedades Térmicas.....	74

CAPÍTULO VII: PREPARO DA MATRIZ POLIMÉRICA E OTIMIZAÇÃO DE PROCESSOS PARA O DESENVOLVIMENTO DE FILMES NANOCOMPÓSITOS	78
7.1 MATERIAL	79
7.2 MÉTODOS	79
7.2.1 Matriz polimérica	79
7.2.2 Reticulação	80
7.2.3 Incorporação da Nanoemulsão de Óleo Essencial de Melaleuca (NEOEM)	81
7.2.4 Incorporação das Nanofibras de Celulose Bacteriana.....	81
7.2.5 Análise Subjetiva e aspecto visual	83
7.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	84
7.3.1 Reticulação	84
7.3.2 Incorporação da nanoemulsão	85
7.3.3 Incorporação das nanofibras de celulose bacteriana	86
7.3.4 Análise subjetiva do processo de otimização dos filmes.....	87
CAPÍTULO VIII: PREPARO E CARACTERIZAÇÃO DOS FILMES NANOCOMPÓSITOS	89
8.1 MATERIAL	90
8.2 MÉTODOS	90
8.2.1 Preparo dos filmes nanocompósitos.....	90
8.2.2 Espessura dos filmes.....	92
8.2.3 Potencial Hidrogeniônico (pH)	92
8.2.4 Viscosidade	92
8.2.5 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	92
8.2.6 Propriedades Mecânicas	93
8.2.7 Permeabilidade ao Vapor de Água (WVP)	93
8.2.8 Ângulo de contato com a água	93
8.2.9 Solubilidade em água.....	94

8.2.10 Liberação do óleo essencial de melaleuca e Eficiência de Encapsulação	94
8.2.11 Espectroscopia na região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)	96
8.2.12 Biodegradação	96
8.2.13 Análise Estatística	99
8.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	100
8.3.1 Potencial Hidrogeniônico (pH)	100
8.3.2 Viscosidade	101
8.3.3 Aspecto visual dos filmes nanocompósitos	101
8.3.4 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	103
8.3.5 Propriedades Mecânicas	110
8.3.6 Permeabilidade ao Vapor de Água (WVP)	116
8.3.7 Ângulo de contato com a água	119
8.3.8 Solubilidade em água	121
8.3.9 Liberação de óleo essencial de melaleuca	123
8.3.10 Espectroscopia na região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)	125
8.3.11 Biodegradação	128
8.3.12 Potencial aplicação cosmética	134
CAPÍTULO IX: CONCLUSÃO	137
REFERÊNCIAS	140

CAPÍTULO I: INTRODUÇÃO

A acne é uma doença que ocorre em folículos capilares e glândulas sebáceas da face, costas e peito; na forma de comedões, pápulas, pústulas e nódulos. O principal fator para o seu desenvolvimento é a colonização de bactérias como *Cutibacterium acnes* (*C. acnes*), *Propionibacterium acnes*, *Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) e *Staphylococcus epidermidis* (*S. epidermidis*) [1]–[3].

No Brasil, 14% das consultas dermatológicas são devido a acne, e embora seja uma condição benigna, causa dor, desconforto e cicatrizes, o que pode desencadear depressão, ansiedade e baixa autoestima nos pacientes. Os tratamentos convencionais incluem ácidos e antibióticos que podem ocasionar irritações e resistência bacteriana. Desse modo, os cosméticos têm se tornado uma abordagem eficiente e muito utilizada [4]–[12].

A indústria cosmética tem se firmado como uma das áreas mais promissoras da atualidade [13] e, diante da crescente preocupação ambiental devido ao uso exacerbado de matérias-primas provenientes de recursos não naturais, como os polímeros sintéticos, tem surgido um novo segmento no mercado, os produtos naturais, que podem ser compostos por polissacarídeos, excelentes formadores de filmes, e óleos essenciais [13]–[19]. Esses materiais, aliados à nanotecnologia, são capazes de substituir os materiais convencionais, reduzir os impactos ambientais, aumentar a eficácia do produto e reduzir possíveis reações alérgicas e resistência bacteriana [18].

A escolha da forma cosmética tem como objetivo a funcionalidade, percepção sensorial, estabilidade, segurança e eficácia do produto. As preparações desenvolvidas na forma de filmes no lugar das formas clássicas, apresentam facilidade e segurança no transporte, pois o peso e o risco de vazamento são praticamente eliminados, além disso, os filmes cosméticos ou cosméticos em filmes, apresentam praticidade e comodidade no uso, uma vez que, seus componentes ativos serão liberados quando em contato com a pele [20].

Diante do exposto, o objetivo desse trabalho é desenvolver e caracterizar filmes nanocompósitos à base de biopolímeros como, alginato de sódio e celulose bacteriana, incorporados com nanoemulsão de óleo essencial de melaleuca com potencial aplicação como filme cosmético. Para isso, a presente tese foi estruturada da seguinte forma:

Capítulo I: Introdução – Apresenta uma introdução ao trabalho realizado;

Capítulo II: Relevância Científico-Social da pesquisa desenvolvida – Escrita com base na normativa do PPGCM, aborda a relevância do trabalho nas áreas científica e social;

Capítulo III: Revisão da literatura – Oferece uma revisão teórica; estado da arte e propriedades dos materiais;

Capítulo IV: Objetivos – Elucida os objetivos e hipóteses mediante ao que apresenta a literatura;

Capítulo V: Propriedades antimicrobianas dos óleos essenciais e preparo e caracterização das nanoemulsões – Apresenta o material e métodos, bem como resultados e discussões acerca dos óleos essenciais e nanoemulsões;

Capítulo VI: Preparo e caracterização das Nanofibras de Celulose Bacteriana – Nesse capítulo, será apresentado a metodologia para obtenção de nanofibras via oxidação mediada por TEMPO, resultados obtidos e discussões;

Capítulo VII: Preparo da matriz polimérica e otimização de processos para o desenvolvimento de filmes nanocompósitos – Será apresentado as etapas para a seleção da concentração de óleo essencial, agente reticulação e método de incorporação das nanofibras nos filmes;

Capítulo VIII: Preparo e caracterização dos filmes nanocompósitos: Nesse capítulo, serão apresentados os filmes desenvolvidos, bem como a caracterização e discussão e

Capitulo IX: Conclusão - Será abordado os objetivos e resultados alcançados.

CAPÍTULO IX: CONCLUSÃO

A análise de CIM e CBM indicou que a atividade antimicrobiana do óleo essencial de melaleuca contra *S. epidermidis* obteve os resultados mais promissores. As nanoemulsões preparadas apresentaram tamanho médio dentro da faixa nanométrica, baixo índice de PDI e boa estabilidade físico-química.

Os resultados de MET e MEV indicaram que as NFCB produzidas apresentam características de fibras emaranhadas, longas e finas; semelhantes às reportadas na literatura, com diâmetro médio de 116,07 nm. O FTIR confirmou a inserção dos grupos carboxílicos provenientes da oxidação. Além disso, a oxidação mediada por TEMPO não altera a estrutura cristalina da CB e, apesar de diminuir a estabilidade térmica, o material resultante ainda apresenta estabilidade térmica superior a alguns trabalhos da literatura.

O processo de otimização de parâmetros foi eficiente para o desenvolvimento de filmes nanocompósitos e mostrou que, a concentração de óleo essencial; tipo de reticulador; forma de incorporação das NFCB e viscosidade das SF, afetam diretamente a qualidade dos filmes obtidos.

As SF produzidas apresentaram pH próximo à pele e os filmes desenvolvidos apresentaram características que atendiam aos requisitos para serem submetidos aos ensaios de caracterização.

A técnica de MEV mostrou que a microestrutura dos filmes foi alterada após a adição de nanoemulsão, NFCB e reticulação.

As propriedades mecânicas dos filmes são satisfatórias para processos de produção, manuseabilidade e aplicabilidade.

Os resultados de WVP mostraram que adição de nanoemulsão é promissora para a aplicação em curativos.

A solubilidade em água dos filmes diminuiu após o processo de reticulação, no entanto, a adição de óleo essencial e 2,5% de nanofibras não alterou essa propriedade.

Todos os filmes produzidos liberaram OEM e, o processo de reticulação combinado com a adição de NFCB aprisionou mais óleo no filme no momento da produção e secagem para posterior liberação.

O FTIR confirmou a incorporação do óleo essencial na matriz do filme.

Os ensaios de biodegradação mostraram que o filme 0% NFCB degradou por completo após 60 dias e todos os filmes analisados são liberam substâncias que impedem a germinação de sementes.

Conclui-se que os objetivos propostos foram alcançados e os filmes desenvolvidos apresentam propriedades satisfatórias para a potencial aplicação na área cosmética. Além disso, são versáteis e promissores para a aplicação em outras áreas.

REFERÊNCIAS

- [1] Sociedade Brasileira de Cirurgia Dermatológica, “Acne O que é?” Accessed: Sep. 23, 2023. [Online]. Available: <https://www.sbcd.org.br/cirurgia-dermatologica/o-que-e-cirurgia-dermatologica/para-sua-pele/acne/>
- [2] H.-S. Hou *et al.*, “Extraction of essential oil from Citrus reticulate Blanco peel and its antibacterial activity against Cutibacterium acnes (formerly Propionibacterium acnes),” *Heliyon*, vol. 5, no. 12, p. e02947, Dec. 2019, doi: 10.1016/j.heliyon.2019.e02947.
- [3] W. Poomanee, W. Chaiyana, M. Mueller, H. Viernstein, W. Khunkitti, and P. Leelapornpisid, “In-vitro investigation of anti-acne properties of Mangifera indica L. kernel extract and its mechanism of action against Propionibacterium acnes,” *Anaerobe*, vol. 52, pp. 64–74, Aug. 2018, doi: 10.1016/j.anaerobe.2018.05.004.
- [4] J. V. Schmitt, P. Y. Masuda, and H. A. Miot, “Acne in women: clinical patterns in different age-groups,” *An Bras Dermatol*, vol. 84, no. 4, pp. 349–354, Aug. 2009, doi: 10.1590/S0365-05962009000400005.
- [5] E. Bagatin *et al.*, “Acne vulgaris: prevalence and clinical forms in adolescents from São Paulo, Brazil,” *An Bras Dermatol*, vol. 89, no. 3, pp. 428–435, Jun. 2014, doi: 10.1590/abd1806-4841.20142100.
- [6] R. J. Hay *et al.*, “The Global Burden of Skin Disease in 2010: An Analysis of the Prevalence and Impact of Skin Conditions,” *Journal of Investigative Dermatology*, vol. 134, no. 6, pp. 1527–1534, Jun. 2014, doi: 10.1038/jid.2013.446.
- [7] T. Vos *et al.*, “Years lived with disability (YLDs) for 1160 sequelae of 289 diseases and injuries 1990–2010: a systematic analysis for the Global Burden of Disease Study 2010,” *The Lancet*, vol. 380, no. 9859, pp. 2163–2196, Dec. 2012, doi: 10.1016/S0140-6736(12)61729-2.
- [8] C. J. Roman, A. S. Cifu, and S. L. Stein, “Clinical Guidelines for Management of Acne Vulgaris—Reply,” *JAMA*, vol. 317, no. 2, p. 213, Jan. 2017, doi: 10.1001/jama.2016.19280.
- [9] K. Bhate and H. C. Williams, “Epidemiology of acne vulgaris,” *British Journal of Dermatology*, vol. 168, no. 3, pp. 474–485, Mar. 2013, doi: 10.1111/bjd.12149.
- [10] R. Patel and P. Prabhu, “Nanocarriers as versatile delivery systems for effective management of acne,” *Int J Pharm*, vol. 579, p. 119140, Apr. 2020, doi: 10.1016/j.ijpharm.2020.119140.
- [11] F. Dall’oglio, A. Tedeschi, G. Fabbrocini, S. Veraldi, M. Picardo, and G. Micali, “Cosmetics for acne: indications and recommendations for an evidence-based approach,” *G Ital Dermatol Venereol*, vol. 150, no. 1, pp. 1–11, Feb. 2015.
- [12] H. C. Korting, C. Borelli, and C. Schöllmann, “Acne vulgaris,” *Der Hautarzt*, vol. 61, no. 2, pp. 126–131, Feb. 2010, doi: 10.1007/s00105-009-1832-z.

- [13] Market Research Report, “Cosmetics Market Size, Share and COVID 19 Impact Analysis.” Accessed: Sep. 23, 2023. [Online]. Available: <https://www.fortunebusinessinsights.com/cosmetics-market-102614>
- [14] Market Analysis Report, “Anti-acne Cosmetics Market Size.” Accessed: Sep. 23, 2023. [Online]. Available: <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/anti-acne-cosmetics-market#:~:text=The%20global%20anti%20acne%20cosmetics%20market%20size%20was%20estimated%20at,USD%204.46%20billion%20in%202022.>
- [15] T. F. R. Alves *et al.*, “Applications of Natural, Semi-Synthetic, and Synthetic Polymers in Cosmetic Formulations,” *Cosmetics*, vol. 7, no. 4, p. 75, Sep. 2020, doi: 10.3390/cosmetics7040075.
- [16] J. Dias-Ferreira *et al.*, “Skin rejuvenation: Biopolymers applied to UV sunscreens and sheet masks,” in *Biopolymer Membranes and Films*, Elsevier, 2020, pp. 309–330. doi: 10.1016/B978-0-12-818134-8.00013-4.
- [17] R. P. Gawade, S. L. Chinke, and P. S. Alegaonkar, “Polymers in cosmetics,” in *Polymer Science and Innovative Applications*, Elsevier, 2020, pp. 545–565. doi: 10.1016/B978-0-12-816808-0.00017-2.
- [18] P. Severino, J. F. Fangueiro, M. V. Chaud, J. Cordeiro, A. M. Silva, and E. B. Souto, “Advances in nanobiomaterials for topical administrations: new galenic and cosmetic formulations,” in *Nanobiomaterials in Galenic Formulations and Cosmetics*, Elsevier, 2016, pp. 1–23. doi: 10.1016/B978-0-323-42868-2.00001-2.
- [19] R. Y. Lochhead, “The Role of Polymers in Cosmetics: Recent Trends,” 2007, pp. 3–56. doi: 10.1021/bk-2007-0961.ch001.
- [20] A. M. Sanfelice and M. D. C. T. Truiti, “Produtos em filme – Inovação na tecnologia de cosméticos,” *Acta Scientiarum. Health Science*, vol. 32, no. 1, Jan. 2010, doi: 10.4025/actascihealthsci.v32i1.6987.
- [21] European Union, “Regulation (EC) No 1223/2009 of the European Parliament and of the Council of 30 November 2009 on cosmetic products,” *Official Journal of the European Union L*, vol. 342, 2009.
- [22] Food and Drug Administration, “Is It a Cosmetic, a Drug, or Both? (Or Is It Soap?).” Accessed: Sep. 23, 2023. [Online]. Available: <https://www.fda.gov/cosmetics/cosmetics-laws-regulations/it-cosmetic-drug-or-both-or-it-soap#Definecosmetic>
- [23] ANVISA, “RESOLUÇÃO - RDC Nº 752, DE 19 DE SETEMBRO DE 2022.” Accessed: Sep. 23, 2023. [Online]. Available: <https://www.in.gov.br/en/web/dou/-/resolucao-rdc-n-752-de-19-de-setembro-de-2022-430784222>
- [24] Sebastião Vicente Canevarolo Jr., *Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros*, 1st ed. São Carlos, 2002.
- [25] Raquel Mourato Silva, “Os critérios regulamentares destinados aos produtos cosméticos sustentáveis,” Faculdade de Farmácia de Lisboa, Lisboa, 2017.

- [26] J. P. G. L. Frias and R. Nash, "Microplastics: Finding a consensus on the definition," *Mar Pollut Bull*, vol. 138, pp. 145–147, Jan. 2019, doi: 10.1016/j.marpolbul.2018.11.022.
- [27] O. Missawi *et al.*, "Environmental microplastic accumulation exacerbates liver ischemia-reperfusion injury in rat: Protective effects of melatonin," *Science of The Total Environment*, vol. 860, p. 160155, Feb. 2023, doi: 10.1016/j.scitotenv.2022.160155.
- [28] L. F. Amato-Lourenço, R. Carvalho-Oliveira, G. R. Júnior, L. dos Santos Galvão, R. A. Ando, and T. Mauad, "Presence of airborne microplastics in human lung tissue," *J Hazard Mater*, vol. 416, p. 126124, Aug. 2021, doi: 10.1016/j.jhazmat.2021.126124.
- [29] Y. Yang *et al.*, "Detection of Various Microplastics in Patients Undergoing Cardiac Surgery," *Environ Sci Technol*, vol. 57, no. 30, pp. 10911–10918, Aug. 2023, doi: 10.1021/acs.est.2c07179.
- [30] M. F. M. Santana, L. G. Ascer, M. R. Custódio, F. T. Moreira, and A. Turra, "Microplastic contamination in natural mussel beds from a Brazilian urbanized coastal region: Rapid evaluation through bioassessment," *Mar Pollut Bull*, vol. 106, no. 1–2, pp. 183–189, May 2016, doi: 10.1016/j.marpolbul.2016.02.074.
- [31] M. Eriksen *et al.*, "Plastic Pollution in the World's Oceans: More than 5 Trillion Plastic Pieces Weighing over 250,000 Tons Afloat at Sea," *PLoS One*, vol. 9, no. 12, p. e111913, Dec. 2014, doi: 10.1371/journal.pone.0111913.
- [32] C. Guerranti, T. Martellini, G. Perra, C. Scopetani, and A. Cincinelli, "Microplastics in cosmetics: Environmental issues and needs for global bans," *Environ Toxicol Pharmacol*, vol. 68, pp. 75–79, May 2019, doi: 10.1016/j.etap.2019.03.007.
- [33] M. J. Costa, A. M. Marques, L. M. Pastrana, J. A. Teixeira, S. M. Sillankorva, and M. A. Cerqueira, "Physicochemical properties of alginate-based films: Effect of ionic crosslinking and mannuronic and guluronic acid ratio," *Food Hydrocoll*, vol. 81, pp. 442–448, Aug. 2018, doi: 10.1016/j.foodhyd.2018.03.014.
- [34] C. Yadav and P. K. Maji, "Synergistic effect of cellulose nanofibres and bio-extracts for fabricating high strength sodium alginate based composite bio-sponges with antibacterial properties," *Carbohydr Polym*, vol. 203, pp. 396–408, Jan. 2019, doi: 10.1016/j.carbpol.2018.09.050.
- [35] G. A. Paula *et al.*, "Development and characterization of edible films from mixtures of κ -carrageenan, ι -carrageenan, and alginate," *Food Hydrocoll*, vol. 47, pp. 140–145, May 2015, doi: 10.1016/j.foodhyd.2015.01.004.
- [36] B. Kolathupalayam Shanmugam, S. Rangaraj, K. Subramani, S. Srinivasan, W. K. Aicher, and R. Venkatachalam, "Biomimetic TiO₂-chitosan/sodium alginate blended nanocomposite scaffolds for tissue engineering applications," *Materials Science and Engineering: C*, vol. 110, p. 110710, May 2020, doi: 10.1016/j.msec.2020.110710.

- [37] M. R. de Moura, F. Ahmad Aouada, S. L. Favaro, E. Radovanovic, A. Forti Rubira, and E. C. Muniz, "Release of BSA from porous matrices constituted of alginate–Ca²⁺ and PNIPAAm-interpenetrated networks," *Materials Science and Engineering: C*, vol. 29, no. 8, pp. 2319–2325, Oct. 2009, doi: 10.1016/j.msec.2009.05.022.
- [38] N. Selvasudha, R. Goswami, M. Tamil Mani Subi, S. Rajesh, K. Kishore, and H. R. Vasanthi, "Seaweeds derived ulvan and alginate polysaccharides encapsulated microbeads–Alternate for plastic microbeads in exfoliating cosmetic products," *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, vol. 6, p. 100342, Dec. 2023, doi: 10.1016/j.carpta.2023.100342.
- [39] P.-S. Wu, C.-H. Lin, Y.-C. Kuo, and C.-C. Lin, "Preparation and Characterization of Organic/Inorganic Composite UV Filter Microcapsules by Sol-Gel Method," *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2021, pp. 1–9, Dec. 2021, doi: 10.1155/2021/8580992.
- [40] Z. Chen *et al.*, "Fabrication and characterization of Pickering emulsions stabilized by desalted duck egg white nanogels and sodium alginate," *J Sci Food Agric*, vol. 102, no. 3, pp. 949–956, Feb. 2022, doi: 10.1002/jsfa.11427.
- [41] J. Kozłowska, B. Tyłkowski, N. Stachowiak, and W. Prus-Walendziak, "Controlling the Skin Barrier Quality through the Application of Polymeric Films Containing Microspheres with Encapsulated Plant Extract," *Processes*, vol. 8, no. 5, p. 530, Apr. 2020, doi: 10.3390/pr8050530.
- [42] Y. Zhang, J. Ma, and Q. Xu, "Polyelectrolyte complex from cationized casein and sodium alginate for fragrance controlled release," *Colloids Surf B Biointerfaces*, vol. 178, pp. 439–444, Jun. 2019, doi: 10.1016/j.colsurfb.2019.03.017.
- [43] J. Kozłowska, W. Prus, and N. Stachowiak, "Microparticles based on natural and synthetic polymers for cosmetic applications," *Int J Biol Macromol*, vol. 129, pp. 952–956, May 2019, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2019.02.091.
- [44] W. Prus and J. Kozłowska, "The influence of new polymeric microbeads in peeling products on skin condition," *Molecular Crystals and Liquid Crystals*, vol. 671, no. 1, pp. 140–147, Aug. 2018, doi: 10.1080/15421406.2018.1542096.
- [45] A. Dufresne, "Cellulose nanomaterial reinforced polymer nanocomposites," *Curr Opin Colloid Interface Sci*, vol. 29, pp. 1–8, May 2017, doi: 10.1016/j.cocis.2017.01.004.
- [46] Suhas, V. K. Gupta, P. J. M. Carrott, R. Singh, M. Chaudhary, and S. Kushwaha, "Cellulose: A review as natural, modified and activated carbon adsorbent," *Bioresour Technol*, vol. 216, pp. 1066–1076, Sep. 2016, doi: 10.1016/j.biortech.2016.05.106.
- [47] M. R. Moreira, "Natureza das interações celulose-água," Universidade de São Paulo, São Carlos, 2009. doi: 10.11606/D.76.2009.tde-04032009-074227.
- [48] M. JOHN and S. THOMAS, "Biofibres and biocomposites," *Carbohydr Polym*, vol. 71, no. 3, pp. 343–364, Feb. 2008, doi: 10.1016/j.carbpol.2007.05.040.

- [49] C. Dalcin Zanon, "PRODUÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS: OBTENÇÃO DE NANOFIBRAS DE CELULOSE DE FOLHAS DE BANANEIRA VIA OXIDAÇÃO CATALÍTICA," Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 2016. doi: 10.47749/T/UNICAMP.2016.971491.
- [50] C. Gao, T. Yan, J. Du, F. He, H. Luo, and Y. Wan, "Introduction of broad spectrum antibacterial properties to bacterial cellulose nanofibers via immobilising ϵ -polylysine nanocoatings," *Food Hydrocoll*, vol. 36, pp. 204–211, May 2014, doi: 10.1016/j.foodhyd.2013.09.015.
- [51] M. U. Islam, M. W. Ullah, S. Khan, N. Shah, and J. K. Park, "Strategies for cost-effective and enhanced production of bacterial cellulose," *Int J Biol Macromol*, vol. 102, pp. 1166–1173, Sep. 2017, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2017.04.110.
- [52] A. J. Brown, "XLIII.—On an acetic ferment which forms cellulose," *J. Chem. Soc., Trans.*, vol. 49, no. 0, pp. 432–439, 1886, doi: 10.1039/CT8864900432.
- [53] D. Zmejkoski *et al.*, "Bacterial cellulose-lignin composite hydrogel as a promising agent in chronic wound healing," *Int J Biol Macromol*, vol. 118, pp. 494–503, Oct. 2018, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2018.06.067.
- [54] R. M. Viana, N. M. S. M. Sá, M. O. Barros, M. de F. Borges, and H. M. C. Azeredo, "Nanofibrillated bacterial cellulose and pectin edible films added with fruit purees," *Carbohydr Polym*, vol. 196, pp. 27–32, Sep. 2018, doi: 10.1016/J.CARBPOL.2018.05.017.
- [55] N. Sriplai, W. Mongkolthanaruk, S. J. Eichhorn, and S. Pinitsoontorn, "Magnetically responsive and flexible bacterial cellulose membranes," *Carbohydr Polym*, vol. 192, pp. 251–262, Jul. 2018, doi: 10.1016/j.carbpol.2018.03.072.
- [56] N. F. Vasconcelos *et al.*, "Bacterial cellulose nanocrystals produced under different hydrolysis conditions: Properties and morphological features," *Carbohydr Polym*, vol. 155, pp. 425–431, Jan. 2017, doi: 10.1016/j.carbpol.2016.08.090.
- [57] R. Du, F. Zhao, Q. Peng, Z. Zhou, and Y. Han, "Production and characterization of bacterial cellulose produced by *Gluconacetobacter xylinus* isolated from Chinese persimmon vinegar," *Carbohydr Polym*, vol. 194, pp. 200–207, Aug. 2018, doi: 10.1016/j.carbpol.2018.04.041.
- [58] A. F. Jozala *et al.*, "Bacterial nanocellulose production and application: a 10-year overview," *Appl Microbiol Biotechnol*, vol. 100, no. 5, pp. 2063–2072, Mar. 2016, doi: 10.1007/s00253-015-7243-4.
- [59] V. Revin, E. Liyaskina, M. Nazarkina, A. Bogatyreva, and M. Shchankin, "Cost-effective production of bacterial cellulose using acidic food industry by-products," *Brazilian Journal of Microbiology*, vol. 49, pp. 151–159, Nov. 2018, doi: 10.1016/j.bjm.2017.12.012.

- [60] P. Boonme, Amnuaikit, Chusuit, and Raknam, "Effects of a cellulose mask synthesized by a bacterium on facial skin characteristics and user satisfaction," *Medical Devices: Evidence and Research*, p. 77, Jun. 2011, doi: 10.2147/MDER.S20935.
- [61] Y. Numata, S. Yoshihara, and H. Kono, "In situ formation and post-formation treatment of bacterial cellulose/k-carrageenan composite pellicles," *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, vol. 2, p. 100059, Dec. 2021, doi: 10.1016/j.carpta.2021.100059.
- [62] D. Martins, C. Rocha, F. Dourado, and M. Gama, "Bacterial Cellulose-Carboxymethyl Cellulose (BC:CMC) dry formulation as stabilizer and texturizing agent for surfactant-free cosmetic formulations," *Colloids Surf A Physicochem Eng Asp*, vol. 617, p. 126380, May 2021, doi: 10.1016/j.colsurfa.2021.126380.
- [63] G. Pacheco *et al.*, "Bacterial cellulose skin masks—Properties and sensory tests," *J Cosmet Dermatol*, vol. 17, no. 5, pp. 840–847, Oct. 2018, doi: 10.1111/jocd.12441.
- [64] Y. Numata, L. Mazzarino, and R. Borsali, "A slow-release system of bacterial cellulose gel and nanoparticles for hydrophobic active ingredients," *Int J Pharm*, vol. 486, no. 1–2, pp. 217–225, May 2015, doi: 10.1016/j.ijpharm.2015.03.068.
- [65] K.-Y. Lee, G. Buldum, A. Mantalaris, and A. Bismarck, "More Than Meets the Eye in Bacterial Cellulose: Biosynthesis, Bioprocessing, and Applications in Advanced Fiber Composites," *Macromol Biosci*, vol. 14, no. 1, pp. 10–32, Jan. 2014, doi: 10.1002/mabi.201300298.
- [66] H. M. C. Azeredo, M. F. Rosa, and L. H. C. Mattoso, "Nanocellulose in bio-based food packaging applications," *Ind Crops Prod*, vol. 97, pp. 664–671, Mar. 2017, doi: 10.1016/j.indcrop.2016.03.013.
- [67] Y. Jia, M. Zheng, Q. Xu, and C. Zhong, "Rheological behaviors of Pickering emulsions stabilized by TEMPO-oxidized bacterial cellulose," *Carbohydr Polym*, vol. 215, pp. 263–271, Jul. 2019, doi: 10.1016/j.carbpol.2019.03.073.
- [68] S. Elayaraja, K. Zagorsek, F. Li, and J. Xiang, "In situ synthesis of silver nanoparticles into TEMPO-mediated oxidized bacterial cellulose and their antivibriocidal activity against shrimp pathogens," *Carbohydr Polym*, vol. 166, pp. 329–337, Jun. 2017, doi: 10.1016/j.carbpol.2017.02.093.
- [69] A. Ahmad, I. L. Elisha, S. van Vuuren, and A. Viljoen, "Volatile phenolics: A comprehensive review of the anti-infective properties of an important class of essential oil constituents," *Phytochemistry*, vol. 190, p. 112864, Oct. 2021, doi: 10.1016/j.phytochem.2021.112864.
- [70] J. Liang *et al.*, "Essential oils: Chemical constituents, potential neuropharmacological effects and aromatherapy - A review," *Pharmacological Research - Modern Chinese Medicine*, vol. 6, p. 100210, Mar. 2023, doi: 10.1016/j.prmcm.2022.100210.

- [71] F. Bakkali, S. Averbeck, D. Averbeck, and M. Idaomar, "Biological effects of essential oils – A review," *Food and Chemical Toxicology*, vol. 46, no. 2, pp. 446–475, Feb. 2008, doi: 10.1016/j.fct.2007.09.106.
- [72] W. J. Winkelman, "Aromatherapy, botanicals, and essential oils in acne," *Clin Dermatol*, vol. 36, no. 3, pp. 299–305, May 2018, doi: 10.1016/j.clindermatol.2018.03.004.
- [73] N. M. Badawi, R. M. Yehia, C. Lamie, K. A. Abdelrahman, D. A. Attia, and D. A. Helal, "Tackling acne vulgaris by fabrication of tazarotene-loaded essential oil-based microemulsion: In vitro and in vivo evaluation," *Int J Pharm X*, vol. 5, p. 100185, Dec. 2023, doi: 10.1016/j.ijpx.2023.100185.
- [74] H.-S. Hou *et al.*, "Extraction of essential oil from Citrus reticulate Blanco peel and its antibacterial activity against Cutibacterium acnes (formerly Propionibacterium acnes)," *Heliyon*, vol. 5, no. 12, p. e02947, Dec. 2019, doi: 10.1016/j.heliyon.2019.e02947.
- [75] M. E. El-Naggar, A. M. Abdelgawad, R. Abdel-Sattar, A. A. Gibriel, and B. A. Hemdan, "Potential antimicrobial and antibiofilm efficacy of essential oil nanoemulsion loaded polycaprolactone nanofibrous dermal patches," *Eur Polym J*, vol. 184, p. 111782, Feb. 2023, doi: 10.1016/j.eurpolymj.2022.111782.
- [76] L. Orafidiya, "The effect of aloe vera gel on the anti-acne properties of the essential oil of Ocimum gratissimum Linn leaf – a preliminary clinical investigation," *International Journal of Aromatherapy*, vol. 14, no. 1, pp. 15–21, 2004, doi: 10.1016/j.ijat.2003.12.005.
- [77] B. Ghosh, D. Bhattacharya, and M. Mukhopadhyay, "A hydrogel sheet mask with tea tree essential oil entrapment and targeted dose delivery capability," *Mater Today Proc*, vol. 57, pp. 77–83, 2022, doi: 10.1016/j.matpr.2022.01.349.
- [78] K. S. Misar, S. B. Kulkarni, and W. B. Gurnule, "Formulation and evaluation of antiacne cream by using Clove oil," *Mater Today Proc*, vol. 29, pp. 1251–1258, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2020.06.106.
- [79] A. Miglani and R. K. Manchanda, "Evaluation of lappa arctium and zingiber officinale in treatment of acne vulgaris," *La Revue d'Homéopathie*, vol. 5, no. 2, p. 90, Jun. 2014, doi: 10.1016/j.revhom.2014.04.030.
- [80] B. O. Rieder, "Consumer exposure to certain ingredients of cosmetic products: The case for tea tree oil," *Food and Chemical Toxicology*, vol. 108, pp. 326–338, Oct. 2017, doi: 10.1016/j.fct.2017.08.012.
- [81] A. Calcabrini *et al.*, "Terpinen-4-ol, The Main Component of Melaleuca Alternifolia (Tea Tree) Oil Inhibits the In Vitro Growth of Human Melanoma Cells," *Journal of Investigative Dermatology*, vol. 122, no. 2, pp. 349–360, Feb. 2004, doi: 10.1046/j.0022-202X.2004.22236.x.

- [82] K. A. Hammer, "Treatment of acne with tea tree oil (melaleuca) products: A review of efficacy, tolerability and potential modes of action," *Int J Antimicrob Agents*, vol. 45, no. 2, pp. 106–110, Feb. 2015, doi: 10.1016/j.ijantimicag.2014.10.011.
- [83] N. Pazyar, R. Yaghoobi, N. Bagherani, and A. Kazerouni, "A review of applications of tea tree oil in dermatology," *Int J Dermatol*, vol. 52, no. 7, pp. 784–790, Jul. 2013, doi: 10.1111/j.1365-4632.2012.05654.x.
- [84] V. G. A. Pires and M. R. de Moura, "Preparação de novos filmes poliméricos contendo nanoemulsões do óleo de melaleuca, copaíba e limão para aplicação como biomaterial," *Quim Nova*, vol. 40, no. 1, pp. 1–5, 2017, doi: 10.21577/0100-4042.20160130.
- [85] P. Fernandez, V. André, J. Rieger, and A. Kühnle, "Nano-emulsion formation by emulsion phase inversion," *Colloids Surf A Physicochem Eng Asp*, vol. 251, no. 1–3, pp. 53–58, Dec. 2004, doi: 10.1016/j.colsurfa.2004.09.029.
- [86] C. G. Otoni *et al.*, "Antimicrobial and physical-mechanical properties of pectin/papaya puree/cinnamaldehyde nanoemulsion edible composite films," *Food Hydrocoll*, vol. 41, pp. 188–194, 2014, doi: 10.1016/j.foodhyd.2014.04.013.
- [87] H. Zhang, Y. Liu, B. Yuan, W. Wang, Y. Jin, and X. Wei, "Alkaline tea tree oil nanoemulsion nebulizers for the treatment of pneumonia induced by drug-resistant *Acinetobacter baumannii*," *J Drug Deliv Sci Technol*, vol. 79, Jan. 2023, doi: 10.1016/j.jddst.2022.104047.
- [88] N. E. M. Taktak, M. E. I. Badawy, O. M. Awad, and N. E. Abou El-Ela, "Nanoemulsions containing some plant essential oils as promising formulations against *Culex pipiens* (L.) larvae and their biochemical studies," *Pestic Biochem Physiol*, vol. 185, Jul. 2022, doi: 10.1016/j.pestbp.2022.105151.
- [89] S. Vaijayanthi, S. Ranjani, and S. Hemalatha, "Comparison of myconanoparticles and myconanoemulsion incorporated biomaterials in controlling multidrug-resistant bacterial pathogens," *J Environ Chem Eng*, vol. 11, no. 3, Jun. 2023, doi: 10.1016/j.jece.2023.109672.
- [90] S. M. Wei *et al.*, "Characterization of tea tree oil nanoemulsion and its acute and subchronic toxicity," *Regulatory Toxicology and Pharmacology*, vol. 124, Aug. 2021, doi: 10.1016/j.yrtph.2021.104999.
- [91] A. S. PORTO, "DESENVOLVIMENTO DE NANOEMULSÃO O/A A BASE DE ÓLEO DE COPAÍBA, INCOPORADAS COM NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS DE ZINCO," Universidade de Brasília, Brasília, 2015.
- [92] P. A. da Rocha Filho, "Desenvolvimento de nanoemulsões à base de óleo de maracujá (*Passiflora edulis*) e óleo essencial de lavanda (*Lavandula officinalis*) e avaliação da atividade antiinflamatória tópica," Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2008.

- [93] Y.-K. Oh *et al.*, “Skin permeation of retinol in Tween 20-based deformable liposomes: in-vitro evaluation in human skin and keratinocyte models,” *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, vol. 58, no. 2, pp. 161–166, Feb. 2010, doi: 10.1211/jpp.58.2.0002.
- [94] R. Pathania, A. Najda, P. Chawla, R. Kaushik, and M. A. Khan, “Low-energy assisted sodium alginate stabilized *Phyllanthus niruri* extract nanoemulsion: Characterization, in vitro antioxidant and antimicrobial application,” *Biotechnology Reports*, vol. 33, Mar. 2022, doi: 10.1016/j.btre.2022.e00711.
- [95] M. Gehrcke, T. de Bastos Brum, L. S. da Rosa, B. D. Ilha, F. Z. M. Soares, and L. Cruz, “Incorporation of nanocapsules into gellan gum films: A strategy to improve the stability and prolong the cutaneous release of silibinin,” *Materials Science and Engineering C*, vol. 119, Feb. 2021, doi: 10.1016/j.msec.2020.111624.
- [96] E. P. Pinto, R. P. Menezes, M. A. Pires, R. R. M. Zamora, R. S. Araújo, and T. M. de Souza, “Comparing the nanoscale topography and interface properties of chitosan films containing free and nano-encapsulated copaiba essential oil: An atomic force microscopy (AFM) and Fractal Geometry study,” *Mater Today Commun*, vol. 35, Jun. 2023, doi: 10.1016/j.mtcomm.2023.105765.
- [97] R. Q. Assis, S. M. Lopes, T. M. H. Costa, S. H. Flôres, and A. de O. Rios, “Active biodegradable cassava starch films incorporated lycopene nanocapsules,” *Ind Crops Prod*, vol. 109, pp. 818–827, Dec. 2017, doi: 10.1016/j.indcrop.2017.09.043.
- [98] T. Saito, S. Kimura, Y. Nishiyama, and A. Isogai, “Cellulose nanofibers prepared by TEMPO-mediated oxidation of native cellulose,” *Biomacromolecules*, vol. 8, no. 8, pp. 2485–2491, Aug. 2007, doi: 10.1021/BM0703970/ASSET/IMAGES/LARGE/BM0703970F00010.JPEG.
- [99] E. Nascimento, “FILMES NANOCOMPÓSITOS À BASE DE CELULOSE BACTERIANA E NANOCRISTAIS DE CELULOSE,” UFC, Ceará, 2018.
- [100] M. R. Fischer, M. C. F. Garcia, A. L. Nogueira, L. M. Porto, A. L. dos S. Schneider, and A. P. T. Pezzin, “Biossíntese e caracterização de nanocelulose bacteriana para engenharia de tecidos,” *Revista Materia*, vol. 22, 2017, doi: 10.1590/s1517-707620170005.0270.
- [101] L. R. Lima *et al.*, “NANOCRISTAIS DE CELULOSE A PARTIR DE CELULOSE BACTERIANA.”
- [102] L. Segal, J. J. Creely, A. E. Martin, and C. M. Conrad, “An Empirical Method for Estimating the Degree of Crystallinity of Native Cellulose Using the X-Ray Diffractometer,” 1952.
- [103] Nunes; Tiago F. G, “PRODUÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E APLICAÇÃO DE NANOFIBRAS DE CELULOSE,” Universidade de Coimbra, Coimbra, 2014.

- [104] Z. Liu, D. Lin, P. Lopez-Sanchez, and X. Yang, "Characterizations of bacterial cellulose nanofibers reinforced edible films based on konjac glucomannan," *Int J Biol Macromol*, vol. 145, pp. 634–645, Feb. 2020, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2019.12.109.
- [105] X. Zhai, D. Lin, D. Liu, and X. Yang, "Emulsions stabilized by nanofibers from bacterial cellulose: New potential food-grade Pickering emulsions," *Food Research International*, vol. 103, pp. 12–20, Jan. 2018, doi: 10.1016/j.foodres.2017.10.030.
- [106] A. Isogai, T. Saito, and H. Fukuzumi, "TEMPO-oxidized cellulose nanofibers," *Nanoscale*, vol. 3, no. 1, pp. 71–85, Jan. 2011, doi: 10.1039/c0nr00583e.
- [107] Y. Chen, S. Chen, B. Wang, J. Yao, and H. Wang, "TEMPO-oxidized bacterial cellulose nanofibers-supported gold nanoparticles with superior catalytic properties," *Carbohydr Polym*, vol. 160, pp. 34–42, Mar. 2017, doi: 10.1016/j.carbpol.2016.12.020.
- [108] H. Luo *et al.*, "Characterization of TEMPO-oxidized bacterial cellulose scaffolds for tissue engineering applications," *Mater Chem Phys*, vol. 143, no. 1, pp. 373–379, Dec. 2013, doi: 10.1016/j.matchemphys.2013.09.012.
- [109] C. N. Wu *et al.*, "TEMPO-Oxidized Bacterial Cellulose Pellicle with Silver Nanoparticles for Wound Dressing," *Biomacromolecules*, vol. 19, no. 2, pp. 544–554, Feb. 2018, doi: 10.1021/acs.biomac.7b01660.
- [110] L. Li, Y. Chen, T. Yu, N. Wang, C. Wang, and H. Wang, "Preparation of polylactic acid/TEMPO-oxidized bacterial cellulose nanocomposites for 3D printing via Pickering emulsion approach," *Composites Communications*, vol. 16, pp. 162–167, Dec. 2019, doi: 10.1016/j.coco.2019.10.004.
- [111] Y. N. Yang, K. Y. Lu, P. Wang, Y. C. Ho, M. L. Tsai, and F. L. Mi, "Development of bacterial cellulose/chitin multi-nanofibers based smart films containing natural active microspheres and nanoparticles formed in situ," *Carbohydr Polym*, vol. 228, Jan. 2020, doi: 10.1016/j.carbpol.2019.115370.
- [112] N. Zhang, G. L. Zang, C. Shi, H. Q. Yu, and G. P. Sheng, "A novel adsorbent TEMPO-mediated oxidized cellulose nanofibrils modified with PEI: Preparation, characterization, and application for Cu(II) removal," *J Hazard Mater*, vol. 316, pp. 11–18, Oct. 2016, doi: 10.1016/j.jhazmat.2016.05.018.
- [113] J. Ye *et al.*, "Preparation of bacterial cellulose-based antibacterial membranes with prolonged release of drugs: Emphasis on the chemical structure of drugs," *Carbohydr Polym*, p. 121379, Sep. 2023, doi: 10.1016/j.carbpol.2023.121379.
- [114] T. Saito and A. Isogai, "TEMPO-mediated oxidation of native cellulose. The effect of oxidation conditions on chemical and crystal structures of the water-insoluble fractions," *Biomacromolecules*, vol. 5, no. 5, pp. 1983–1989, Sep. 2004, doi: 10.1021/BM0497769/ASSET/IMAGES/LARGE/BM0497769F00009.JPEG.

- [115] N. F. Vasconcelos *et al.*, “Papain immobilization on heterofunctional membrane bacterial cellulose as a potential strategy for the debridement of skin wounds,” *Int J Biol Macromol*, vol. 165, pp. 3065–3077, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2020.10.200.
- [116] T. Jayani, B. Sanjeev, S. Marimuthu, and S. Uthandi, “Bacterial Cellulose Nano Fiber (BCNF) as carrier support for the immobilization of probiotic, *Lactobacillus acidophilus* 016,” *Carbohydr Polym*, vol. 250, Dec. 2020, doi: 10.1016/j.carbpol.2020.116965.
- [117] H. Fukuzumi, T. Saito, Y. Okita, and A. Isogai, “Thermal stabilization of TEMPO-oxidized cellulose,” *Polym Degrad Stab*, vol. 95, no. 9, pp. 1502–1508, Sep. 2010, doi: 10.1016/j.polymdegradstab.2010.06.015.
- [118] Y. Wen *et al.*, “Development of intelligent/active food packaging film based on TEMPO-oxidized bacterial cellulose containing thymol and anthocyanin-rich purple potato extract for shelf life extension of shrimp,” *Food Packag Shelf Life*, vol. 29, Sep. 2021, doi: 10.1016/j.fpsl.2021.100709.
- [119] R. da Silva Fernandes, F. N. Tanaka, M. R. de Moura, and F. A. Aouada, “Development of alginate/starch-based hydrogels crosslinked with different ions: Hydrophilic, kinetic and spectroscopic properties,” *Mater Today Commun*, vol. 21, p. 100636, Dec. 2019, doi: 10.1016/J.MTCOMM.2019.100636.
- [120] N. Gontard, “Films et enrobages comestibles : étude et amélioration des propriétés filmogènes du gluten.,” Université des sciences et techniques du Languedoc, Montpellier, 1991.
- [121] R. S. Fernandes, M. R. De Moura, and F. A. Aouada, “Otimização da síntese de hidrogéis nanocompósitos intercalados para possível aplicação na área médica,” *Quim Nova*, vol. 40, no. 1, pp. 60–67, Jan. 2017, doi: 10.21577/0100-4042.20160150.
- [122] L. R. E. PACHECO, “OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE UMA MATRIZ POLIMÉRICA A BASE DE ALGINATO COM DIFERENTES AGENTES RETICULANTES,” Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, CAMPOS DOS GOYTACAZES, 2016.
- [123] L. M. S. Valero, “ELABORAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES A BASE DE ALGINATO DE SÓDIO, RETICULADOS COM ÍONS BÁRIO (Ba²⁺), ESTRÔNCIO (Sr²⁺) OU ALUMÍNIO (Al³⁺),” Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2011.
- [124] N. Emmerichs, J. Wingender, H. C. Flemming, and C. Mayer, “Interaction between alginates and manganese cations: Identification of preferred cation binding sites,” *Int J Biol Macromol*, vol. 34, no. 1–2, pp. 73–79, 2004, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2004.03.004.
- [125] ASTM International, “Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics by Use of Microtensile Specimens,” 2018, pp. 1–5.
- [126] ASTM International, “Standard Test Methods for Water Vapor Transmission of Materials 1,” pp. 1–14, 2016, doi: 10.1520/E0096_E0096M-16.

- [127] T. H. Mchugh, F. L. Avena-Bustillos, and J. M. Krochta, "Hydrophilic Edible Films: Modified Procedure for Water Vapor Permeability and Explanation of Thickness Effects," 1993.
- [128] B. Cuq, N. Gontard, J. L. Cuq, and S. Guilbert, "Functional Properties of Myofibrillar Protein-based Biopackaging as Affected by Film Thickness," *J Food Sci*, vol. 61, no. 3, pp. 580–584, May 1996, doi: 10.1111/J.1365-2621.1996.TB13163.X.
- [129] J. F. Rubilar, R. M. S. Cruz, H. D. Silva, A. A. Vicente, I. Khmelinskii, and M. C. Vieira, "Physico-mechanical properties of chitosan films with carvacrol and grape seed extract," *J Food Eng*, vol. 115, no. 4, pp. 466–474, Apr. 2013, doi: 10.1016/J.JFOODENG.2012.07.009.
- [130] F. A. Aouada, Z. Pan, W. J. Orts, and L. H. C. Mattoso, "Removal of paraquat pesticide from aqueous solutions using a novel adsorbent material based on polyacrylamide and methylcellulose hydrogels," *J Appl Polym Sci*, vol. 114, no. 4, pp. 2139–2148, Nov. 2009, doi: 10.1002/app.30339.
- [131] F. C. Tanaka, C. R. F. Junior, R. S. Fernandes, M. R. de Moura, and F. A. Aouada, "Correlating pH and Swelling Degree Parameters to Understand the Sorption and Desorption Process of Diquat Herbicide from Nanocomposites Based on Polysaccharide and Clinoptilolite," *J Polym Environ*, vol. 29, no. 10, pp. 3389–3400, Oct. 2021, doi: 10.1007/S10924-021-02126-1/TABLES/4.
- [132] R. Da and S. Fernandes, "Desenvolvimento de hidrogéis bionanocompósitos ativos baseados em amido e alginato com potencial aplicação na agricultura e na biomedicina," Ilha Solteira, 2020.
- [133] M. Sathuvan, R. Thangam, K. L. Cheong, H. Kang, and Y. Liu, "κ-Carrageenan-essential oil loaded composite biomaterial film facilitates mechanosensing and tissue regenerative wound healing," *Int J Biol Macromol*, vol. 241, Jun. 2023, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2023.124490.
- [134] J. M. F. Pavoni, C. L. Luchese, and I. C. Tessaro, "Impact of acid type for chitosan dissolution on the characteristics and biodegradability of cornstarch/chitosan based films," *Int J Biol Macromol*, vol. 138, pp. 693–703, Oct. 2019, doi: 10.1016/J.IJBIOMAC.2019.07.089.
- [135] M. M. Abe, M. C. Branciforti, R. Nallin Montagnolli, M. A. Marin Morales, A. P. Jacobus, and M. Brienzo, "Production and assessment of the biodegradation and ecotoxicity of xylan- and starch-based bioplastics," *Chemosphere*, vol. 287, Jan. 2022, doi: 10.1016/j.chemosphere.2021.132290.
- [136] ABNT, "NBR15448-2 DE 01/2008 - Embalagens plásticas degradáveis e/ou de fontes renováveis - Parte 2: Biodegradação e compostagem - Requisitos e métodos de ensaio." 2008.
- [137] J. Harada, A. G. de Souza, J. R. N. de Macedo, and D. S. Rosa, "Soil culture: Influence of different natural fillers incorporated in biodegradable mulching film," *J Mol Liq*, vol. 273, pp. 33–36, Jan. 2019, doi: 10.1016/j.molliq.2018.09.109.

- [138] S. M. Ali and G. Yosipovitch, "Skin pH: From basic science to basic skin care," *Acta Dermato-Venereologica*, vol. 93, no. 3, pp. 261–267, Mar. 2013, doi: 10.2340/00015555-1531.
- [139] H. C. Korting and O. Braun-Falco, "The effect of detergents on skin pH and its consequences," *Clin Dermatol*, vol. 14, no. 1, pp. 23–27, Jan. 1996, doi: 10.1016/0738-081X(95)00104-N.
- [140] H. C. Korting, O. Braun-Falco, E. Ponce-Pöschl, W. Klövekorn, G. Schmötzer, and M. Arens-Corell, "The influence of the regular use of a soap or an acidic syndet bar on pre-acne," *Infection*, vol. 23, no. 2, pp. 89–93, Mar. 1995, doi: 10.1007/BF01833872.
- [141] Y. Han, M. Yu, and L. Wang, "Physical and antimicrobial properties of sodium alginate/carboxymethyl cellulose films incorporated with cinnamon essential oil," *Food Packag Shelf Life*, vol. 15, pp. 35–42, Mar. 2018, doi: 10.1016/j.fpsl.2017.11.001.
- [142] W. Lu *et al.*, "Development of antioxidant and antimicrobial bioactive films based on Oregano essential oil/mesoporous nano-silica/sodium alginate," *Food Packag Shelf Life*, vol. 29, Sep. 2021, doi: 10.1016/j.fpsl.2021.100691.
- [143] B. Zhang, Y. Liu, H. Peng, Y. Lin, and K. Cai, "Effects of ginger essential oil on physicochemical and structural properties of agar-sodium alginate bilayer film and its application to beef refrigeration," *Meat Sci*, vol. 198, Apr. 2023, doi: 10.1016/j.meatsci.2022.109051.
- [144] N. Mutlu, "Effects of grape seed oil nanoemulsion on physicochemical and antibacterial properties of gelatin-sodium alginate film blends," *Int J Biol Macromol*, vol. 237, May 2023, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2023.124207.
- [145] Z. Yang *et al.*, "Development and characterization of sodium alginate/tea tree essential oil nanoemulsion active film containing TiO₂ nanoparticles for banana packaging," *Int J Biol Macromol*, vol. 213, pp. 145–154, Jul. 2022, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2022.05.164.
- [146] B. Deepa *et al.*, "Nanofibrils vs nanocrystals bio-nanocomposites based on sodium alginate matrix: An improved-performance study," *Heliyon*, vol. 6, no. 2, p. e03266, Feb. 2020, doi: 10.1016/j.heliyon.2020.e03266.
- [147] Q. Dai, X. Huang, R. Jia, Y. Fang, and Z. Qin, "Development of antibacterial film based on alginate fiber, and peanut red skin extract for food packaging," *J Food Eng*, vol. 330, Oct. 2022, doi: 10.1016/j.jfoodeng.2022.111106.
- [148] J. Behjati and S. Yazdanpanah, "Nanoemulsion and emulsion vitamin D3 fortified edible film based on quince seed gum," *Carbohydr Polym*, vol. 262, Jun. 2021, doi: 10.1016/j.carbpol.2021.117948.
- [149] D. Shahrampour and S. M. A. Razavi, "Fabrication and characterization of novel biodegradable active films based on Eremurus luteus root gum incorporated with nanoemulsions of rosemary essential oil," *Prog Org Coat*, vol. 175, Feb. 2023, doi: 10.1016/j.porgcoat.2022.107360.

- [150] R. N. Zúñiga, O. Skurtys, F. Osorio, J. M. Aguilera, and F. Pedreschi, "Physical properties of emulsion-based hydroxypropyl methylcellulose films: Effect of their microstructure," *Carbohydr Polym*, vol. 90, no. 2, pp. 1147–1158, Oct. 2012, doi: 10.1016/j.carbpol.2012.06.066.
- [151] S. Güneş and F. Tihminlioğlu, "Hypericum perforatum incorporated chitosan films as potential bioactive wound dressing material," *Int J Biol Macromol*, vol. 102, pp. 933–943, Sep. 2017, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2017.04.080.
- [152] A. Olad, M. Pourkhiyabi, H. Gharekhani, and F. Doustdar, "Semi-IPN superabsorbent nanocomposite based on sodium alginate and montmorillonite: Reaction parameters and swelling characteristics," *Carbohydr Polym*, vol. 190, pp. 295–306, Jun. 2018, doi: 10.1016/j.carbpol.2018.02.088.
- [153] R. da Silva Fernandes, M. R. de Moura, G. M. Glenn, and F. A. Aouada, "Thermal, microstructural, and spectroscopic analysis of Ca²⁺ alginate/clay nanocomposite hydrogel beads," *J Mol Liq*, vol. 265, pp. 327–336, Sep. 2018, doi: 10.1016/j.molliq.2018.06.005.
- [154] H. Zhou *et al.*, "Effects of CaCl₂, HCl, acetic acid or citric acid on dynamic mechanical performances and physicochemical properties of sodium alginate edible films," *Food Packag Shelf Life*, vol. 34, p. 100935, Dec. 2022, doi: 10.1016/j.fpsl.2022.100935.
- [155] G. da S. Ferreira, D. J. da Silva, L. Zanata, A. G. Souza, R. R. Ferreira, and D. S. Rosa, "Antimicrobial cotton wipes functionalized with *Melaleuca alternifolia* Pickering emulsions stabilized with cellulose nanofibrils," *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, vol. 3, p. 100208, Jun. 2022, doi: 10.1016/j.carpta.2022.100208.
- [156] K. M. A. ASSIS, "Desenvolvimento e caracterização de microemulsões contendo o óleo essencial de *Melaleuca alternifolia*," Universidade Estadual da Paraíba, Campina Grande, 2017. Accessed: Sep. 24, 2023. [Online]. Available: <http://tede.bc.uepb.edu.br/jspui/handle/tede/3164>