

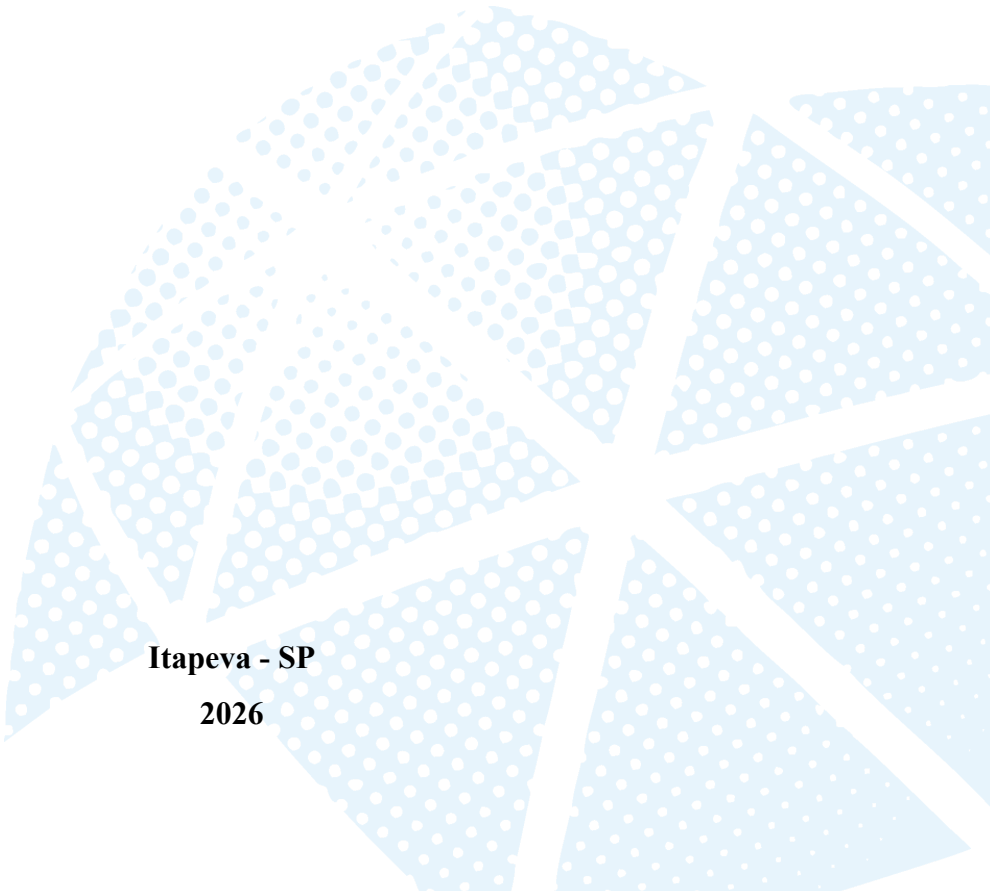
UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA - UNESP
Instituto de Ciências e Engenharia - Campus de Itapeva

JOÃO PAULO CACHANESKI LOPES

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE BIOCOMPÓSITOS DE
CASEÍNA E CELULOSE**

Itapeva - SP

2026



JOÃO PAULO CACHANESKI LOPES

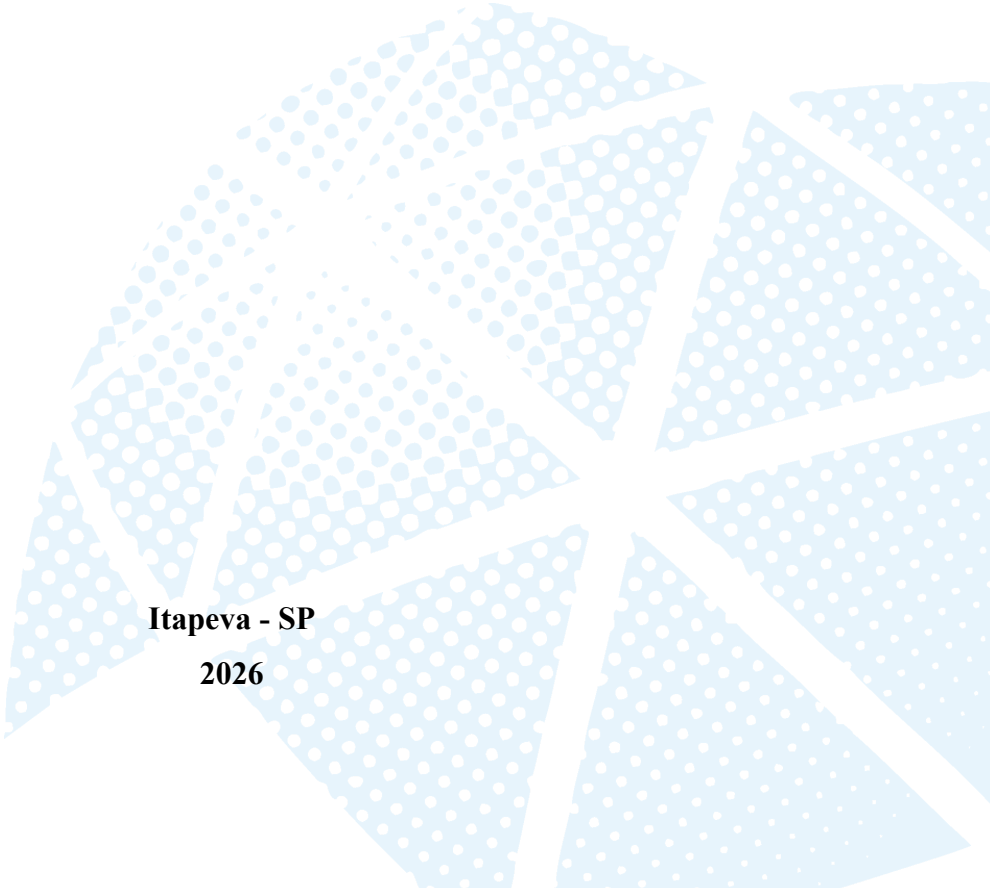
**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE BIOCOMPÓSITOS DE
CASEÍNA E CELULOSE**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Universidade Estadual Paulista (UNESP),
Instituto de Ciências e Engenharia, Campus de
Itapeva, para obtenção do título de Bacharel
em Engenharia de Produção.

Orientadora: Profa. Dra. Mérilin Cristina dos
Santos Fernandes

Itapeva - SP

2026



C119d Cachaneski Lopes, João Paulo
DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE
BIOCOMPÓSITOS DE CASEÍNA E CELULOSE /
João Paulo Cachaneski Lopes. -- Itapeva, 2026
46 p. : tabs., fotos

Trabalho de conclusão de curso (Bacharelado -
Engenharia de Produção) - Universidade Estadual
Paulista
(UNESP), Instituto de Ciências e Engenharia, Itapeva
Orientadora: Mérilin Cristina dos Santos Fernandes

1. Polímeros naturais. 2. Celulose. 3. Caseína. 4.
Compósito. 5. Biodegradável. I. Título.



JOÃO PAULO CACHANESKI LOPES

**DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE BIOCOMPÓSITOS
DE CASEÍNA E CELULOSE**

Trabalho de Conclusão de Curso para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Produção, da Universidade Estadual Paulista - UNESP - Câmpus de Itapeva.

BANCA EXAMINADORA

Mérlin C. S. Fernandes

Orientador: Prof.^a Dr.^a Mérlin Cristina dos Santos Fernandes
Universidade Estadual Paulista - UNESP - Câmpus de Itapeva.

Marcel Yuzo Kondo

2º Examinador: Prof. Dr. Marcel Yuzo Kondo
Universidade Estadual Paulista - UNESP - Câmpus de Itapeva.

Augusto Batagin Neto

3º Examinador: Prof. Dr. Augusto Batagin Neto
Universidade Estadual Paulista - UNESP - Câmpus de Itapeva.

Itapeva, 22/06/2026.

AGRADECIMENTOS

Agradeço à Prof.^a Dr.^a Mérilin Cristina dos Santos Fernandes, pela orientação, disponibilidade e apoio ao longo do desenvolvimento deste trabalho, contribuindo com conhecimentos e direcionamentos fundamentais para sua realização.

Aos Professores Dr. Augusto Batagin Neto e Dr. Marcel Yuzo Kondo, agradeço por aceitarem participar da banca examinadora e pela disponibilidade em contribuir com a avaliação deste estudo.

Ao Prof. Dr. Gustavo Ventrone, agradeço pela disponibilização da polpa de celulose utilizada nesta pesquisa, tornando possível a realização das atividades experimentais.

Ao Instituto de Ciências e Engenharia de Itapeva (ICE/UNESP), agradeço pela infraestrutura, pelos laboratórios e pelos recursos disponibilizados para a execução deste trabalho.

Aos técnicos laboratoriais, em especial ao Alex Siqueira Costa, pelo auxílio na realização dos ensaios mecânicos, e ao Thiago Oliveira dos Santos, pelo suporte e pelas análises realizadas em microscopia eletrônica de varredura (MEV), fundamentais para a caracterização dos materiais estudados.

Aos meus colegas Leonardo Augusto Oliveira Duarte, João Victor Guerra Scarcelli e Vitoria Paixao Lopes Machado que me ajudaram no início deste trabalho durante o andamento da disciplina Laboratório de Materiais Poliméricos.

Por fim, agradeço a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho e para minha formação acadêmica.

RESUMO

A crescente preocupação com os impactos ambientais associados ao uso de polímeros derivados do petróleo tem impulsionado o desenvolvimento de materiais biodegradáveis obtidos a partir de fontes renováveis. Nesse contexto, biocompósitos constituídos por proteínas e fibras lignocelulósicas têm despertado interesse devido à possibilidade de combinar biodegradabilidade, disponibilidade de matéria-prima e propriedades mecânicas adequadas para aplicações em embalagens e materiais de curta vida útil. Entre esses materiais, a associação entre caseína e celulose apresenta potencial promissor, uma vez que a caseína pode atuar como matriz coesiva enquanto a celulose contribui como fase estrutural de reforço. Entretanto, ainda são limitados os estudos que investigam de forma integrada o comportamento mecânico, morfológico e degradativo de compósitos formados por esses componentes, especialmente considerando diferentes proporções entre as fases. Diante disso, o presente trabalho teve como objetivo desenvolver e caracterizar biocompósitos à base de caseína e celulose, avaliando a influência da composição sobre as propriedades físicas, mecânicas e estruturais dos materiais obtidos. A caseína foi extraída de leite integral por precipitação ácida, enquanto a polpa de celulose foi obtida a partir de eucalipto pelo processo Kraft. Foram produzidos corpos de prova com diferentes frações mássicas de celulose e caseína, utilizando ácido bórico como agente de reticulação. Os materiais foram submetidos à determinação do teor de umidade, ensaios mecânicos de tração e impacto Charpy, análises morfológicas e composicionais por MEV/EDS, além de testes de degradabilidade em água e em solo. Os resultados mostraram que o aumento da fração de caseína promoveu maior resistência ao impacto, sugerindo aumento da coesão estrutural do compósito. As análises por MEV/EDS indicaram melhor integração entre as fases nas formulações com maior teor proteico, embora tenham sido observadas heterogeneidades estruturais, vazios internos e falhas de compactação decorrentes do processo de fabricação. Nos ensaios de degradação, as amostras apresentaram perda progressiva de integridade física, especialmente aquelas com maior teor de celulose, indicando elevada susceptibilidade à umidade e comportamento compatível com materiais de potencial biodegradável. Como limitações do estudo, destacam-se a dificuldade de obtenção de corpos de prova íntegros constituídos exclusivamente por caseína, a variabilidade estrutural decorrente da compactação manual e o caráter predominantemente qualitativo dos ensaios de degradabilidade. Ainda assim, os resultados obtidos contribuem para o avanço do conhecimento sobre biocompósitos renováveis, demonstrando que a combinação entre caseína e celulose possui potencial para aplicações sustentáveis e fornecendo subsídios para futuros estudos voltados à otimização do processamento, estabilidade e desempenho desses materiais.

Palavras-chave: proteína do leite; fibras lignocelulósicas; biodegradabilidade; compósitos verdes; materiais renováveis.

ABSTRACT

Growing concerns regarding the environmental impacts associated with petroleum-based polymers have driven the development of biodegradable materials derived from renewable resources. In this context, biocomposites composed of proteins and lignocellulosic fibers have attracted considerable interest due to their potential to combine biodegradability, raw material availability, and suitable mechanical properties for packaging and short-life-cycle applications. Among these materials, the combination of casein and cellulose is particularly promising, as casein can act as a cohesive matrix while cellulose provides structural reinforcement. However, studies investigating the mechanical, morphological, and degradation behavior of casein-cellulose composites in an integrated manner, particularly as a function of composition, remain limited. Therefore, the present study aimed to develop and characterize casein-cellulose biocomposites and evaluate the influence of composition on their physical, mechanical, and structural properties. Casein was extracted from whole milk by acid precipitation, while cellulose pulp was obtained from eucalyptus through the Kraft process. Specimens containing different mass fractions of cellulose and casein were produced using boric acid as a crosslinking agent. The materials were characterized in terms of moisture content, tensile and Charpy impact properties, morphology and elemental composition by scanning electron microscopy coupled with energy-dispersive X-ray spectroscopy (SEM/EDS), and degradation behavior in water and soil. The results showed that increasing the casein content enhanced the impact strength, suggesting improved structural cohesion within the composite. SEM/EDS analyses indicated better integration between the phases in formulations with higher protein content, although structural heterogeneities, internal voids, and compaction defects resulting from the manufacturing process were also observed. In degradation tests, the samples exhibited progressive loss of physical integrity, particularly those containing higher cellulose contents, indicating high susceptibility to moisture and behavior consistent with potentially biodegradable materials. The main limitations of the study include the difficulty in producing structurally stable specimens composed exclusively of casein, structural variability caused by manual compaction, and the predominantly qualitative nature of the degradation assessments. Nevertheless, the findings contribute to the advancement of knowledge on renewable biocomposites, demonstrating the potential of casein-cellulose systems for sustainable applications and providing a foundation for future studies focused on improving processing conditions, structural stability, and material performance.

Keywords: milk protein; lignocellulosic fibers; biodegradability; green composites; renewable materials.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	6
2 OBJETIVOS.....	8
2.1 Objetivo geral.....	8
2.2 Objetivos específicos.....	8
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	9
3.1 Obtenção da caseína.....	9
3.2 Matéria-prima celulósica.....	9
3.3 Determinação do teor de umidade.....	10
3.4 Formulação dos corpos de prova.....	10
3.5 Adição do agente de reticulação.....	12
3.6 Confeção dos moldes.....	12
3.7 Ensaio mecânicos.....	13
3.8 Caracterização por MEV e análise composicional.....	14
3.9 Ensaio de degradabilidade.....	14
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	15
4.1 Obtenção da caseína.....	15
4.2 Caracterização da caseína e da celulose.....	16
4.3 Confeção dos corpos de prova.....	17
4.4 Propriedades mecânicas dos compósitos e análise estatística.....	19
4.5 Caracterização por MEV e análise composicional.....	23
4.6 Testes de degradação.....	28
4.7 Limitações do estudo.....	30
5 CONCLUSÕES.....	32
6 PERSPECTIVAS PARA O FUTURO.....	33
REFERÊNCIAS.....	34
APÊNDICE A - MICROGRAFIAS E MAPEAMENTOS EDS.....	37

1 INTRODUÇÃO

O crescimento das preocupações ambientais e a necessidade de reduzir o uso de materiais derivados do petróleo têm impulsionado o desenvolvimento de alternativas sustentáveis para o setor de embalagens e materiais de uso técnico. Nesse contexto, os biocompósitos têm se destacado como uma estratégia promissora, pois combinam componentes de origem renovável para gerar materiais com melhor desempenho ambiental e potencial aplicação industrial (Kibria et al., 2023; Santos, C. M. et al., 2024b, 2024c; Santos, T. F. et al., 2025; Zhao et al., 2023). Entre essas alternativas, a associação entre proteínas e fibras lignocelulósicas apresenta interesse especial, pois pode unir biodegradabilidade, disponibilidade de matéria-prima e propriedades mecânicas adequadas ao desenvolvimento de novos materiais (Chauhan; Kaur; Chauhan, 2024; Nilsen-Nygaard et al., 2021).

Os materiais de base biológica podem ser obtidos a partir de fontes vegetais, animais ou microbianas, sendo empregados em diferentes aplicações, inclusive na produção de embalagens para alimentos (Filho et al., 2022). De modo geral, esses materiais se destacam por sua origem renovável e por apresentarem, em muitos casos, biodegradabilidade e compostabilidade, atributos desejáveis frente aos polímeros convencionais. Além disso, o avanço das discussões sobre sustentabilidade e economia circular tem estimulado o uso de matérias-primas alternativas, especialmente quando associadas a processos mais simples e de menor impacto ambiental.

Embora o uso de materiais naturais para acondicionamento de alimentos seja antigo, o desenvolvimento moderno de biocompósitos e biopolímeros ganhou maior relevância nas últimas décadas, acompanhando a evolução da ciência dos materiais e a busca por desempenho mais próximo ao dos polímeros sintéticos (Asgher et al., 2020). Entre os avanços tecnológicos, destacam-se as embalagens ativas, inteligentes e comestíveis (Salgado et al., 2021), que visam não apenas reduzir resíduos, mas também aumentar a funcionalidade do material. As embalagens ativas prolongam a durabilidade dos alimentos por meio da incorporação de agentes antimicrobianos e antioxidantes (Song et al., 2022), enquanto as embalagens inteligentes monitoram parâmetros como temperatura, pH ou frescor, fornecendo informações diretas sobre a qualidade dos produtos. Nesse cenário, compostos como o PLA, o bio-PE e materiais derivados de amido mostram o potencial das fontes renováveis na substituição parcial ou total de plásticos petroquímicos.

A evolução desses sistemas tem sido amplamente analisada em revisões científicas recentes, que destacam o crescimento da pesquisa sobre sustentabilidade, desempenho e

segurança de embalagens biológicas. Por exemplo, Sun et al. (2022) examinaram o papel dos biopolímeros naturais, enquanto Akin, Eydurán e Krauter (2023) abordaram tendências globais relacionadas aos materiais renováveis para embalagens alimentares. Além disso, Liu et al., (2021) investigaram a aplicação da celulose como componente estrutural de filmes e biocompósitos, reforçando seu potencial como substituto dos polímeros sintéticos convencionais. Em paralelo, os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável, em especial o ODS 12, reforçam a importância de soluções que reduzam resíduos e favoreçam padrões mais sustentáveis de produção e consumo (Santos et al., 2021, 2024a).

Entre os materiais de interesse para compósitos biodegradáveis, a celulose ocupa posição de destaque por ser o principal polissacarídeo estrutural das plantas. Trata-se de uma macromolécula formada por unidades de β -glicose ligadas por ligações glicosídicas, resultando em uma estrutura rígida, estável e amplamente disponível na natureza (Michelin et al., 2020; Pękala; Szymańska-Chargot; Zdunek, 2023). Sua abundância, baixo custo e caráter renovável tornam a celulose um reforço atrativo para sistemas compósitos, especialmente quando se busca aumentar resistência mecânica e reduzir a dependência de polímeros sintéticos.

A caseína, por sua vez, é a principal proteína do leite e constitui a fração predominante das micelas caseínicas. Essas micelas são formadas principalmente por α S1-caseína, α S2-caseína, β -caseína e κ -caseína, cujas proporções variam conforme a origem e o processamento do leite (Silva et al., 2019; Younes, 2017). Devido à sua natureza anfifílica, capacidade de formar filmes e propriedades adesivas, a caseína tem sido estudada como possível matriz para materiais biodegradáveis e biocompósitos (Hill; Wake, 1969; Sadiq; Gill; Chandrapala, 2021). Além disso, sua origem renovável e sua disponibilidade reforçam seu interesse tecnológico.

A combinação entre caseína e celulose é particularmente promissora, pois reúne uma matriz proteica com potencial de coesão e uma fase fibrosa de reforço com elevada resistência estrutural. Em termos de aplicação, essa associação pode gerar um material com melhor integridade mecânica, além de manter características favoráveis à biodegradação e ao uso como alternativa sustentável em embalagens ou produtos de curta vida útil (Rogers, 2026). No entanto, ainda são necessários estudos que avaliem de forma mais concreta o comportamento desse sistema, sua processabilidade e suas propriedades físicas e mecânicas.

Diante do exposto, o presente trabalho propôs-se a investigar a seguinte questão de pesquisa: como a variação da proporção entre caseína e celulose influencia as propriedades mecânicas, morfológicas e degradativas de biocompósitos obtidos a partir dessas

matérias-primas renováveis? A resposta a essa questão pode contribuir para a compreensão da relação entre composição, estrutura e desempenho desses materiais, fornecendo subsídios para o desenvolvimento de biocompósitos sustentáveis com potencial aplicação em embalagens e outros produtos de curta vida útil.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Desenvolver e caracterizar biocompósitos de caseína e celulose, avaliando o desempenho da combinação desses materiais como alternativa biodegradável com potencial aplicação em embalagens e outros usos compatíveis com materiais sustentáveis.

2.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos são descritos abaixo.

- Extrair a caseína a partir de leite pasteurizado por precipitação ácida;
- Obter e caracterizar a polpa de celulose utilizada na formulação dos compósitos;
- Determinar o teor de umidade da caseína e da celulose para ajuste das massas empregadas nas formulações;
- Produzir corpos de prova com diferentes proporções de caseína e celulose;
- Verificar o comportamento mecânico dos biocompósitos por meio de ensaios de tração e impacto Charpy;
- Analisar a morfologia e a distribuição composicional das amostras por MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) e EDS (Espectroscopia de Dispersão de Energia de Raios X);
- Avaliar a degradabilidade dos materiais em água e em solo.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Obtenção da caseína

Para a extração da caseína, foi utilizado leite pasteurizado integral com 3% de gordura. O leite foi aquecido a aproximadamente 50 °C e, em seguida, foram adicionados 10 mL de ácido acético a 20% v/v para cada 1 litro de leite, com agitação moderada, a fim de promover precipitação da caseína (Husnaeni et al., 2019). Após a separação da fase líquida, correspondente ao soro, os grumos de caseína foram separados e o soro foi removido e descartado.

A caseína obtida foi lavada com água purificada até que a água de lavagem se tornasse incolor, de modo a remover resíduos do ácido e impurezas solúveis remanescentes no material. Por fim, a caseína lavada teve seu pH ajustado para aproximadamente 7 com solução de NaOH, com o objetivo de neutralizar a acidez residual e tornar o material mais adequado para a etapa de formulação dos biocompósitos.

3.2 Matéria-prima celulósica

A polpa de celulose utilizada neste estudo foi produzida localmente no Laboratório de Papel e Celulose do Instituto de Ciências e Engenharia de Itapeva e cedida pelo Prof. Dr. Gustavo Ventorim, a partir de eucalipto, por meio do processo Kraft. A celulose branqueada obtida pelo processo Kraft é produzida a partir da digestão química de cavacos de madeira. Durante o cozimento, a lignina é dissolvida e separada das fibras celulósicas, originando uma polpa marrom. Em seguida, a polpa é submetida a etapas de lavagem, depuração e branqueamento, nas quais podem ser empregados reagentes como dióxido de cloro (ClO_2), peróxido de hidrogênio (H_2O_2), oxigênio (O_2) e hidróxido de sódio, com o objetivo de remover a lignina residual e aumentar a alvura do material. O produto final é uma polpa celulósica com elevado teor de celulose e baixo conteúdo de lignina, amplamente utilizada na produção de papel e em aplicações que requerem fibras de alta pureza (Ortega et al., 2024).

Particularmente a celulose utilizada neste estudo era composta de pequenos grãos, com tamanhos variando de 6 a 2 milímetros de diâmetro como pode ser observado na Figura 1.

Figura 1 - Amostra de celulose utilizada para a obtenção do teor de umidade.



Fonte: Autoria própria, 2026.

3.3 Determinação do teor de umidade

Tanto a polpa de celulose quanto a caseína tiveram seu teor de umidade estimados por amostragem. Para isso, uma pequena porção de cada material foi submetida à secagem em estufa, a variação de massa foi utilizada para estimar o teor de umidade (TU) segundo a equação 1, na qual m_u corresponde à massa úmida e m_s à massa seca.

$$TU = \frac{m_u - m_s}{m_u} \quad (1)$$

A secagem foi realizada até massa constante, sendo o material considerado seco quando a variação de massa entre duas medições consecutivas foi inferior a 5%, de acordo com o critério $(m(t - 1) - m(t))/m(t - 1) < 0,05$ (ABCP, 2025; Queiroz, 2001). O teor de umidade foi importante para determinar as massas dos componentes utilizados na formulação dos corpos de prova.

3.4 Formulação dos corpos de prova

Foram confeccionados quatro tipos de corpos de prova em quadruplicata, variando a fração mássica de celulose e caseína, conforme apresentado na Tabela 1:

Tabela 1 - Fração mássica de cada tipo de corpo de prova

	Tipo I	Tipo II	Tipo III	Tipo IV
Celulose	100%	75%	50%	25%
Caseína	0%	25%	50%	75%

Fonte: Autoria própria, 2026.

A escolha dessas proporções teve como finalidade avaliar o efeito da substituição gradual da celulose por caseína sobre as propriedades físicas, mecânicas e morfológicas dos biocompósitos, permitindo comparar um sistema predominantemente celulósico com formulações progressivamente mais ricas em fase proteica. Dessa forma, foi possível comparar o comportamento de um sistema constituído apenas por celulose com formulações progressivamente mais ricas em fase proteica.

Levando em consideração que a água livre, tanto da celulose quanto da caseína, é removida durante o processo de secagem, foram determinadas as massas secas necessárias para o balanceamento de cada tipo de corpo de prova. Para a determinação da massa seca de cada composto utilizaram-se as Equações 2 e 3,

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (2)$$

$$m_{cp.s} = V_{molde} \times [(f_{cas.s} \times \rho_{cas}) + (f_{cel.s} \times \rho_{cel})] \quad (3)$$

onde ρ é a densidade, seja de caseína (*cas*) ou de celulose (*cel*), V_{molde} é o volume do molde do corpo de prova seco (*cp.s*), e f representa a fração mássica de cada componente seco, caseína ou celulose, respectivamente.

Para a determinação da massa de cada componente úmido a ser utilizado no processo foi utilizado a equação 4,

$$m_u = \frac{m_s}{(1 - TU)} \quad (4)$$

onde TU é o teor de umidade obtido pela equação 1. Em alguns casos, a conversão de massa em volume foi realizada com base na equação 2, especialmente para ajuste da quantidade de caseína e do agente de reticulação.

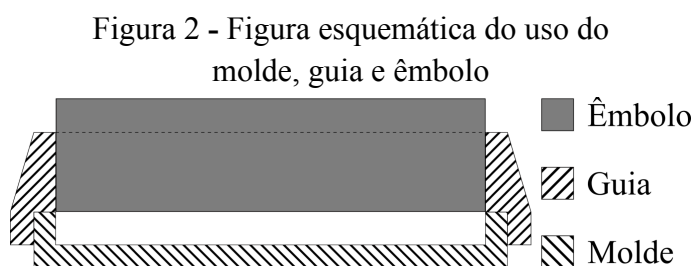
3.5 Adição do agente de reticulação

Para a composição dos corpos de prova, foi adicionado à caseína 5% do seu volume de ácido bórico, a mistura foi agitada até a homogeneização e posteriormente realizada a mistura com a quantidade determinada de celulose, devido ao alto teor de umidade da caseína, não foi necessário adição de mais água à mistura. O ácido bórico foi utilizado com a finalidade de promover a reticulação da caseína, aumentando a resistência do material (Cencha et al., 2023; Partschefeld et al., 2009; Yang; Reddy, 2012).

Após a homogeneização com a celulose, a mistura foi vertida em moldes confeccionados de acordo com a geometria exigida para cada ensaio, seguindo as dimensões estabelecidas nas normas ASTM. Em seguida, os corpos de prova foram secos em estufa a 50 °C, a fim de evitar possíveis alterações térmicas na caseína (Zhang et al., 2024).

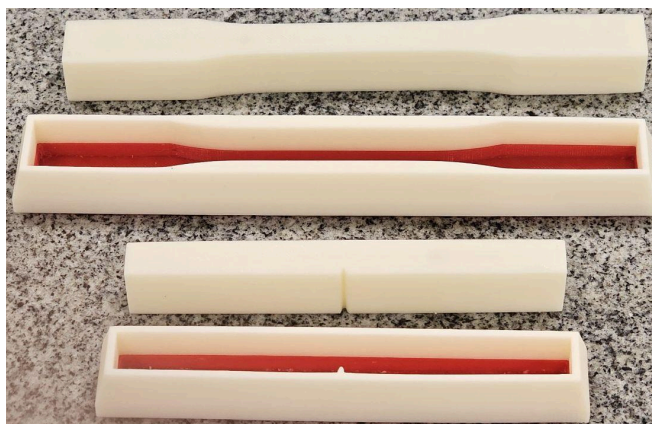
3.6 Confeção dos moldes

Para a confecção dos corpos de prova, foram modelados e impressos em 3D moldes, guias e êmbolos destinados à compactação do material. Os moldes foram modelados segundo as dimensões indicadas para ensaios de resistência mecânica à tração, conforme a norma ASTM D638-14 (Al-Mosawi; Abdulsada; Hashim, 2014), e ensaios de resistência ao impacto Charpy segundo a norma ASTM D6110-18 (D20 Committee, 2018), impressos em TPU-A90, material flexível que facilita a desmoldagem, enquanto o êmbolo e a guia foram impressos em ABS, por apresentarem rigidez suficiente para a etapa de compactação. A Figura 2 apresenta um esquema de utilização do conjunto, e a Figura 3 apresenta os conjuntos impressos.



Fonte: Autoria própria, 2026.

Figura 3 - Moldes, guias e êmbolos utilizados para a confecção dos corpos de prova



Fonte: Autoria própria, 2026.

Com base nas frações apresentadas na Tabela 1, foi possível determinar a massa da mistura celulose/caseína utilizada em cada corpo de prova. Após a adição da mistura nos moldes, o material foi compactado manualmente com auxílio do êmbolo, aplicando-se pressão suficiente para promover o adensamento da massa e a remoção parcial da água livre presente na formulação. Em seguida, os corpos de prova foram acondicionados na estufa a 55° C, ainda nos moldes, onde permaneceram por 24 horas sob ventilação forçada.

3.7 Ensaios mecânicos

Com os corpos de prova secos, foram realizados ensaios de resistência mecânica à tração, conforme a norma ASTM D638-14, e ensaios de resistência ao impacto Charpy segundo a norma ASTM D6110-18. Esses ensaios foram utilizados para avaliar o comportamento mecânico dos biocompósitos em diferentes proporções de celulose e caseína, permitindo comparar resistência, deformação e capacidade de absorção de energia.

Nos ensaios de tração, inicialmente foi utilizado um extensômetro, porém os corpos de prova não apresentaram resistência suficiente para suportar o peso do equipamento. Por esse motivo, optou-se por realizar os ensaios sem o extensômetro, utilizando apenas o deslocamento registrado pela máquina de ensaio universal EMIC. Essa adaptação foi necessária para evitar a influência do próprio equipamento sobre a deformação da amostra.

Os resultados experimentais foram inicialmente submetidos ao teste de normalidade de Shapiro-Wilk, adotando-se nível de significância de 5% ($\alpha = 0,05$), com o objetivo de verificar a adequação dos dados à distribuição normal. Atendido esse pressuposto, as médias

obtidas para cada propriedade mecânica foram comparadas por meio de análise de variância de um fator (One-Way ANOVA), considerando como fator a composição dos compósitos em diferentes proporções de celulose e caseína. Quando a ANOVA indicou diferença estatisticamente significativa entre as médias ($p < 0,05$), foi aplicado o teste de comparações múltiplas de Tukey para identificar quais formulações diferiram entre si.

3.8 Caracterização por MEV e análise composicional

As amostras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura acoplada à espectroscopia por dispersão de energia de raios X (MEV/EDS), com o objetivo de avaliar a morfologia superficial e a distribuição dos constituintes químicos presentes. As análises foram realizadas com magnificação de 80×, distância de trabalho de aproximadamente 7 mm e barra de escala de 500 μm .

Além da obtenção das micrografias, foi realizado o mapeamento elementar de áreas selecionadas para investigar a distribuição espacial dos elementos químicos na superfície das amostras. Adicionalmente, foi conduzida uma análise linear composicional (*line scan*) em uma região específica, empregando tensão de aceleração de 5 kV, a fim de avaliar a variação da composição química ao longo do traçado analisado.

3.9 Ensaio de degradabilidade

Por fim, foi realizado um teste de degradabilidade, no qual pedaços dos corpos de prova rompidos no teste de tração foram submetidos em duas condições: i) dispostos em placas de Petri imersos em água; e ii) enterrados em solo expostos ao ambiente. A integridade física das amostras foi observada ao longo de duas semanas.

No ensaio em água, as amostras foram mantidas em placas de Petri dentro do laboratório, sem exposição direta à luz solar ou às intempéries, de modo a avaliar principalmente a interação do material com a água. Já no ensaio em solo, os fragmentos foram enterrados em substrato úmido e permaneceram expostos às condições ambientais, permitindo observar alterações visuais e estruturais associadas à degradação ao longo do tempo.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Obtenção da caseína

A obtenção da caseína foi realizada aquecendo 1000 mL de leite integral a aproximadamente 60 °C. Em seguida, sob agitação magnética, foram adicionados lentamente 10 mL de ácido acético a 20% v/v, observando-se a formação de grumos de caseína, como mostrado na Figura 4.

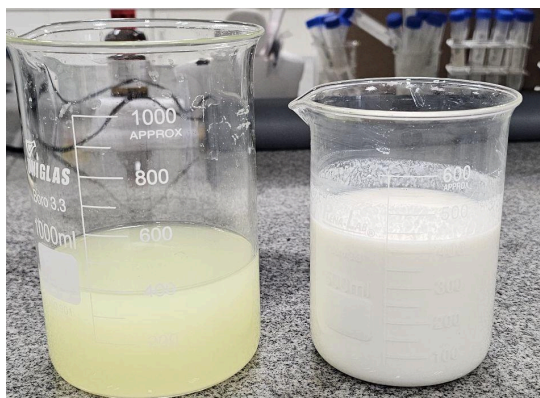
Figura 4 - Processo de obtenção da caseína



Fonte: Autoria própria, 2026.

Em seguida, a mistura foi filtrada em tecido TNT (tecido não tecido) para separação dos grumos de caseína e do soro. A caseína foi lavada com água purificada até que a água de lavagem se tornasse incolor, e o material obtido, juntamente com o soro removido inicialmente, foi apresentado na Figura 5.

Figura 5 - Soro e caseína lavada



Fonte: Autoria própria, 2026.

A Figura 5 indica baixo rendimento, embora parte do soro tenha sido perdido durante o processo de filtração e lavagem, foi possível separar cerca de 400 mL de soro. Já a caseína, devido à adição de água durante o processo de lavagem, resultou em aproximadamente 450 mL de uma mistura de água e caseína, o que dificultou a estimativa visual do rendimento real da fração sólida obtida. É importante salientar que não foi realizado nenhum procedimento de purificação da caseína além da lavagem, podendo haver α_{S1} , α_{S2} , β e κ -caseína além de outras proteínas presentes no leite dentre a porção sólida obtida.

4.2 Caracterização da caseína e da celulose

A polpa de celulose branqueada e a caseína extraída tiveram seu teor de umidade medido conforme a Equação 1. As massas secas necessárias para a obtenção dos corpos de prova nas proporções desejadas foram calculadas pela Equação 3, convertidas em massa úmida pela Equação 4 e, em seguida, transformadas em volume pela Equação 2.

Para realizar os cálculos, foram considerados: densidade da celulose (ρ_{cel}) = 1,5 g/mL (Santos, 2000) e densidade da caseína (ρ_{cas}) = 1,28 g/mL (Rogers, 2026). O teor de umidade (TU) medido da celulose foi 0,55 e da caseína foi 0,81. O volume dos moldes (V_{molde}) foi de 17 cm³ e 10 cm³ para ensaio de Tração e Charpy, respectivamente, determinados no software CAD durante a modelagem. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 - Dados de caracterização da celulose, caseína e porções de cada composto utilizados para confecção dos corpos de prova de cada tipo

Variável	Tipo I	Tipo II	Tipo III	Tipo IV
$f_{cel.s}$	1,00	0,75	0,50	0,25
$f_{cas.s}$	0	0,25	0,50	0,75
$m_{cel.s}$ (g)	27,0000	19,5075	12,5100	6,0075
$m_{cas.s}$ (g)	0	6,5025	12,5100	18,0225
$m_{cel.u}$ (g)	59,9523	43,3159	18,5186	8,8929
$m_{cas.u}$ (g)	0	33,8320	50,8504	73,2574
m_{borax} (g)	0	0,3658	0,7037	1,0138

Fonte: Autoria própria, 2026.

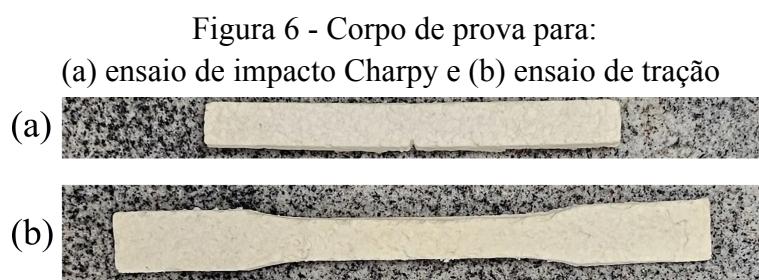
A Tabela 2 mostra as massas e frações utilizadas para a confecção de cada tipo de

corpo de prova. A massa de ácido bórico (m_{borax}) foi calculada utilizando a Equação 2, considerando $\rho_{borax} = 1,44 \text{ g/mL}$ e adição correspondente a 5% do volume de caseína empregado em cada tipo de amostra. As massas apresentadas na tabela compreendem o necessário para a confecção de um corpo de prova para o teste de tração e um corpo de prova para ensaio de impacto Charpy. Esse procedimento foi adotado porque havia apenas um molde de cada modelo, o que também permitia obter uma mistura homogênea para cada par de corpos de prova.

4.3 Confecção dos corpos de prova

Com base nas quantidades calculadas e apresentadas na Tabela 2, foi possível definir a massa de mistura de celulose/caseína utilizada em cada corpo de prova. Após a compactação, os corpos de prova permaneceram durante 24 horas em estufa com ventilação forçada à 55 °C.

Um exemplo de cada corpo de prova confeccionado para ensaio de tração e impacto Charpy é apresentado na Figura 6.

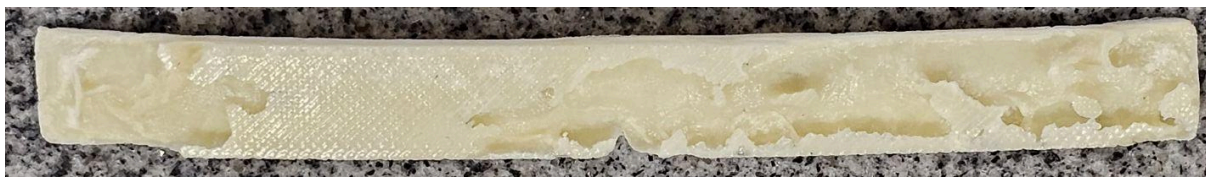


Fonte: Autoria própria, 2026.

A Figura 6 mostra que ambos os corpos de prova apresentam aspecto rugoso e algumas rebarbas. Ainda assim, o resultado da moldagem foi satisfatório, mantendo o formato e as dimensões necessárias para a realização dos ensaios mecânicos conforme as normas adotadas. Observou-se também que, à medida que aumentava a proporção de caseína, os corpos de prova apresentavam coloração mais amarelada, o que é esperado devido a coloração da caseína seca.

Inicialmente, foi planejada a confecção de corpos de prova constituídos apenas por caseína. Entretanto, essa etapa não foi bem-sucedida, pois todas as tentativas resultaram em amostras com falhas estruturais significativas, conforme a Figura 7.

Figura 7 - Corpo de prova obtidos com caseína pura



Fonte: Autoria própria, 2026.

A Figura 7 mostra um corpo de prova constituído exclusivamente por caseína para ensaio de impacto Charpy, no qual é possível observar falhas estruturais formadas durante o processo de secagem. Diferentemente das formulações contendo celulose, a caseína apresentou comportamento predominantemente gelatinoso e elevada retenção de água, dispensando inicialmente a necessidade de compactação mecânica para preenchimento do molde. Entretanto, durante a secagem, observou-se a formação de uma camada superficial mais rígida na região superior da amostra, provavelmente associada à evaporação mais rápida da água nessa interface exposta ao ambiente.

A formação dessa película superficial pode ter dificultado a difusão da umidade presente nas regiões internas do corpo de prova, favorecendo a formação de canais de evaporação, vazios internos e tensões associadas à retração volumétrica do material durante a perda de água. Além disso, a contração da caseína ao longo da secagem, possivelmente associada à formação de interações intermoleculares induzidas pelo ácido bórico, pode ter contribuído para o surgimento das discontinuidades estruturais observadas. A Figura 7 também mostra pequenos trechos contínuos preservando a textura superficial do molde na face inferior da amostra, enquanto a face oposta apresenta aspecto relativamente contínuo e homogêneo. Essas características reforçam a hipótese de que a secagem ocorreu de maneira heterogênea ao longo da espessura do material, promovendo diferenças locais de retração e favorecendo a formação das falhas estruturais.

Buscando minimizar esse efeito, foi realizada a aplicação de massa sobre o êmbolo durante a secagem, com o objetivo de manter pressão constante sobre a superfície da amostra e reduzir a formação de vazios internos. No entanto, essa estratégia não promoveu melhora significativa na integridade estrutural dos corpos de prova e ainda aumentou substancialmente o tempo necessário para secagem. Como alternativa para trabalhos futuros, sugere-se o desenvolvimento de métodos de secagem mais homogêneos, como aquecimento controlado da base do molde ou secagem gradual em múltiplas etapas, de modo a reduzir gradientes de umidade e retração ao longo da amostra. Entretanto, devido ao tempo disponível para execução do projeto, optou-se por prosseguir o estudo apenas com as formulações contendo

celulose.

4.4 Propriedades mecânicas dos compósitos e análise estatística

Os ensaios de tração foram realizados inicialmente com extensômetro, conforme mostrado na Figura 8. No entanto, os corpos de prova não apresentaram resistência suficiente para suportar o peso do equipamento, e por isso optou-se por realizar o ensaio de tração simples, sem extensômetro, considerando apenas o deslocamento registrado pela EMIC.

Figura 8 - Corpo de prova para ensaio de tração disposto na máquina de ensaio universal EMIC com extensômetro acoplado ao corpo de prova

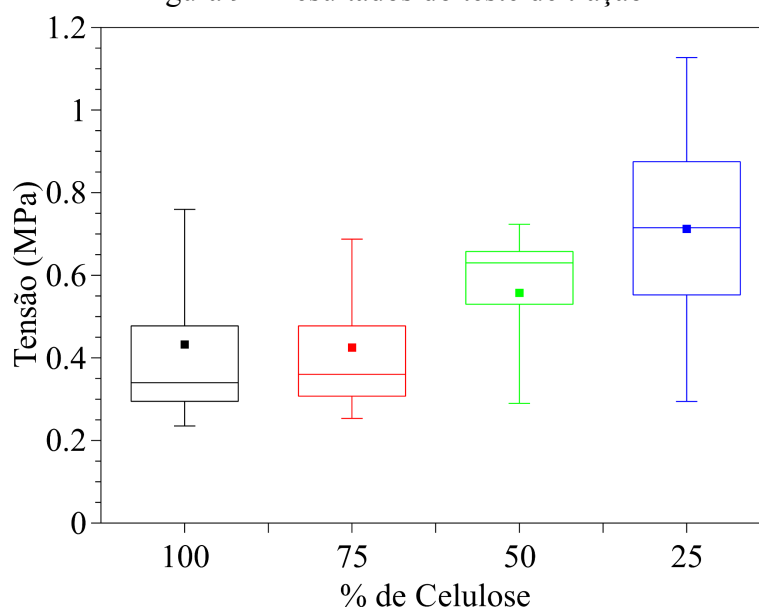


Fonte: Autoria própria, 2026.

A Figura 8 mostra o corpo de prova pronto para o ensaio de tração. Entretanto, o extensômetro provocava a deformação da amostra pela aplicação de força, o que poderia comprometer o resultado. Por esse motivo, os ensaios foram realizados sem o acessório.

A Figura 9 apresenta os resultados obtidos no ensaio de tração realizado em quadruplicata, para os corpos de prova Tipo I, II, III e IV.

Figura 9 - Resultados do teste de tração



Fonte: Autoria própria, 2026.

A Figura 9 mostra uma tendência de aumento da resistência média à tração com o incremento da fração de caseína, principalmente para as formulações contendo 50% e 75% da fase proteica (50% e 25% de celulose, respectivamente). Entretanto, a análise de variância (ANOVA) indicou que as diferenças entre as médias não foram estatisticamente significativas ($F \sim 0,889$; $p \sim 0,475$). O teste de comparações múltiplas de Tukey corroborou esse resultado, não identificando diferenças significativas entre quaisquer pares de formulações ($p > 0,05$).

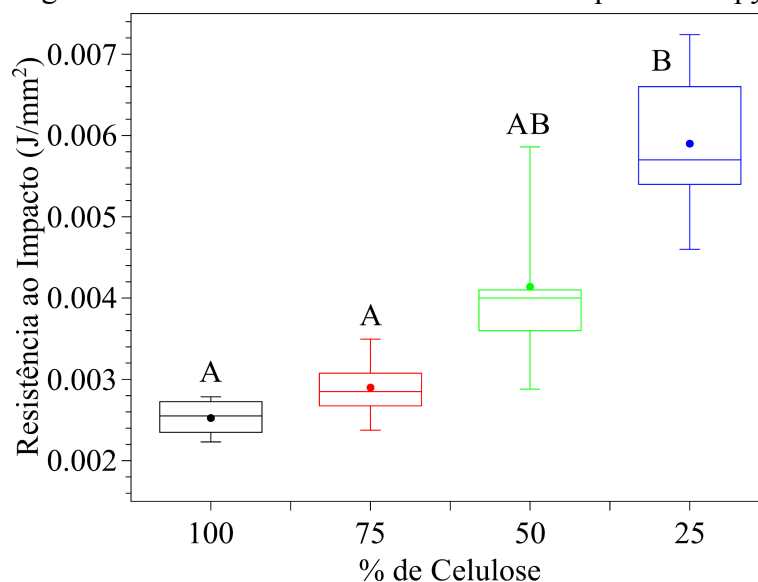
A elevada dispersão observada entre as quadruplicatas sugere que heterogeneidades estruturais e variações locais de compactação contribuíram significativamente para a variabilidade dos resultados. Essas observações são compatíveis com as análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV), que evidenciaram regiões com diferentes graus de compactação e distribuição da fase proteica. Assim, embora os valores médios indiquem tendência de aumento da resistência mecânica com a adição de caseína, essa tendência não pôde ser confirmada estatisticamente nas condições experimentais empregadas.

Sob o ponto de vista mecânico, a presença da caseína tende a aumentar a coesão entre as fibras de celulose, reduzindo seu deslizamento relativo durante a aplicação da carga e favorecendo uma distribuição mais homogênea das tensões ao longo do material, principalmente porque devido às temperaturas relativamente baixas utilizadas durante a secagem dos corpos de prova, efeitos termoquímicos de adesão entre as fibras são considerados pouco prováveis. Entretanto, considerando a elevada variabilidade experimental observada, tais mecanismos devem ser interpretados como uma hipótese compatível com os

resultados obtidos, e não como uma conclusão definitiva.

A Figura 10 apresenta os resultados obtidos com as quadruplicatas durante o ensaio de impacto Charpy e o agrupamento de Tukey para os grupos A e B considerando as diferenças estatisticamente significativas quando $p < 0,05$.

Figura 10 - Resultados obtidos no teste de impacto Charpy



Fonte: Autoria própria, 2026.

A Figura 10 mostra aumento da resistência média ao impacto com o aumento da fração de caseína nos compósitos. A análise de variância revelou diferenças estatisticamente significativas entre as formulações ($F \sim 11,02$; $p < 0,001$), indicando que a composição do material exerceu influência significativa sobre sua capacidade de absorção de energia durante o impacto.

O teste de comparações múltiplas de Tukey mostrou que a formulação contendo 75% de caseína apresentou resistência ao impacto significativamente superior às formulações constituídas por 100% e 75% de celulose ($p < 0,05$). Por outro lado, a formulação contendo 50% de caseína apresentou comportamento intermediário, não diferindo estatisticamente das demais formulações ao nível de 5% de significância, embora tenha apresentado tendência de aumento em relação às formulações com menor teor de caseína.

Em comparação aos corpos de prova constituídos apenas por celulose, as amostras contendo 75% de caseína apresentaram aumento aproximado de 2,2 vezes na resistência média ao impacto. Esse comportamento sugere que a presença da caseína favoreceu maior coesão entre as fibras de celulose, reduzindo o deslizamento relativo entre elas durante o impacto e permitindo redistribuição mais eficiente das tensões ao longo da estrutura do

material. Dessa forma, parte da energia aplicada pode ter sido dissipada por deformações locais e mecanismos internos de fratura, reduzindo a ocorrência de ruptura súbita nas formulações com maior teor da fase proteica. Essa interpretação é consistente com as observações obtidas por MEV, nas quais as amostras com maior teor de caseína apresentaram regiões estruturalmente mais coesas.

As Tabelas 3, 4 e 5 apresentam em detalhes as análises estatísticas realizadas com os resultados brutos dos testes mecânicos.

Tabela 3 - Teste de Normalidade de Shapiro-Wilk com $\alpha = 0,05$

Teste mecânico	Amostra	W	P-Value	Distribuição
Tração	Tipo I	0,8204	0,1442	Normal
	Tipo II	0,8702	0,2983	Normal
	Tipo III	0,8132	0,1281	Normal
	Tipo IV	0,9848	0,9296	Normal
Impacto Charpy	Tipo I	0,9393	0,6499	Normal
	Tipo II	0,9631	0,7982	Normal
	Tipo III	0,8958	0,3870	Normal
	Tipo IV	0,9876	0,9707	Normal

Fonte: Autoria própria, 2026.

Onde W corresponde à estatística do teste de normalidade de Shapiro-Wilk. Valores de p superiores a 0,05 indicam que não há evidências para rejeitar a hipótese de normalidade dos dados ao nível de significância de 5%.

Tabela 4 - Teste de variância (ANOVA de um fator) do ensaio de Tração

Amostra	N_{amostral}	Média	Desvio	Variância	Erro
Tipo I	4	0,4325	0,271462	0,073692	0,135731
Tipo II	4	0,4250	0,218861	0,047900	0,109430
Tipo III	4	0,5575	0,224407	0,050358	0,112203
Tipo IV	4	0,7125	0,394493	0,155625	0,197247
Fonte	Graus de Liberdade	Soma dos quadrados	Quadrado médio	F-Value	P-Value
Grupos	3	0,218318	0,072773	0,888626	0,474803
Erro	12	0,982725	0,081894	-	-
Total	15	1,201043	-	-	-

Fonte: Autoria própria, 2026.

Tabela 5 - Teste de variância (ANOVA de um fator) do ensaio de Impacto Charpy

Amostra	N_{amostral}	Média	Desvio	Variância	Erro
Tipo I	4	0,002525	0,000275	$7,5833 \cdot 10^{-8}$	$1,3769 \cdot 10^{-4}$
Tipo II	4	0,002900	0,000535	$2,8666 \cdot 10^{-7}$	$2,6771 \cdot 10^{-4}$
Tipo III	4	0,004140	0,001328	$1,7630 \cdot 10^{-6}$	$5,9380 \cdot 10^{-4}$
Tipo IV	4	0,005900	0,001149	$1,3200 \cdot 10^{-6}$	$5,1381 \cdot 10^{-4}$
Fonte	Graus de Liberdade	Soma dos quadrados	Quadrado médio	F-Value	P-Value
Grupos	3	$3,1690 \cdot 10^{-5}$	$1,056331 \cdot 10^{-5}$	11,020262	0,000557
Erro	14	$1,3419 \cdot 10^{-5}$	$9,585357 \cdot 10^{-7}$	-	-
Total	17	$4,5109 \cdot 10^{-5}$	-	-	-

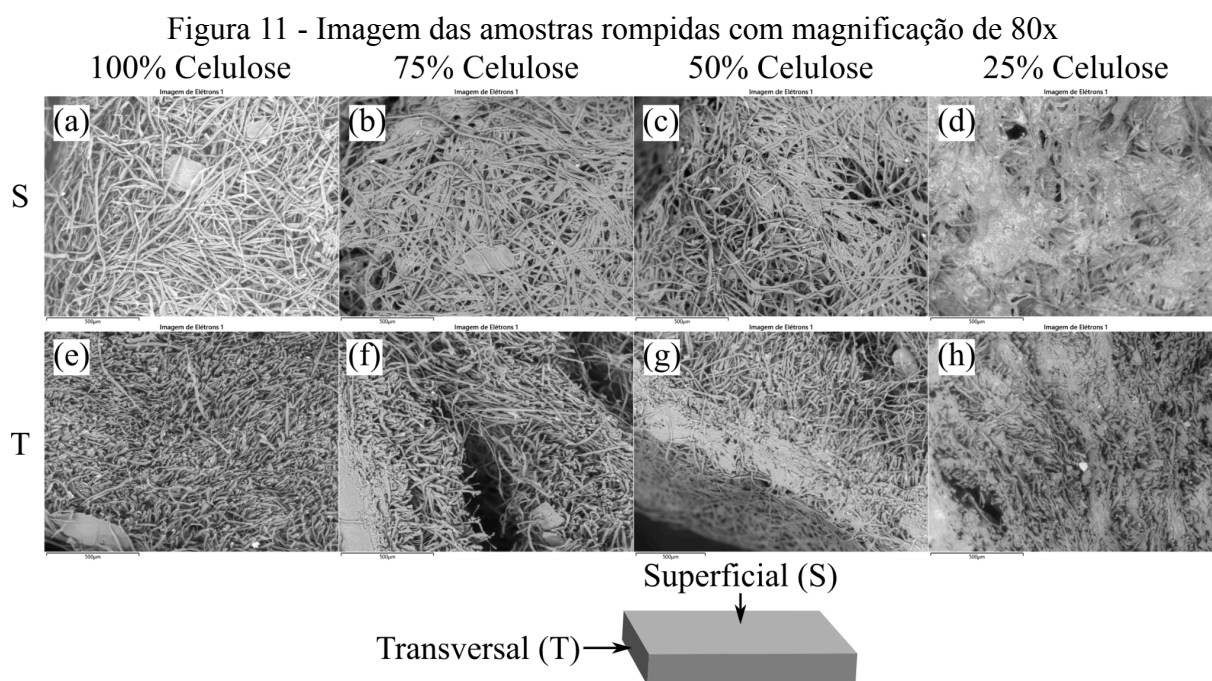
Fonte: Autoria própria, 2026.

4.5 Caracterização por MEV e análise composicional

A coesão lateral entre as fibras celulósicas é promovida principalmente por ligações de hidrogênio entre os grupos hidroxila presentes em suas superfícies, complementadas por forças de van der Waals e pelo entrelaçamento mecânico das fibras. Durante a compactação e

a secagem, a remoção da água aproxima as superfícies, aumentando a área de contato e favorecendo a formação dessas interações. No biocompósito, a caseína pode contribuir adicionalmente como fase adesiva, estabelecendo interações intermoleculares com a superfície da celulose.

As imagens obtidas com o MEV, apresentadas na Figura 11, permitiram avaliar a morfologia dos compósitos, as mesmas imagens podem ser observadas no *line-scan* com mais detalhes no Apêndice A.



Fonte: Autoria própria, 2026.

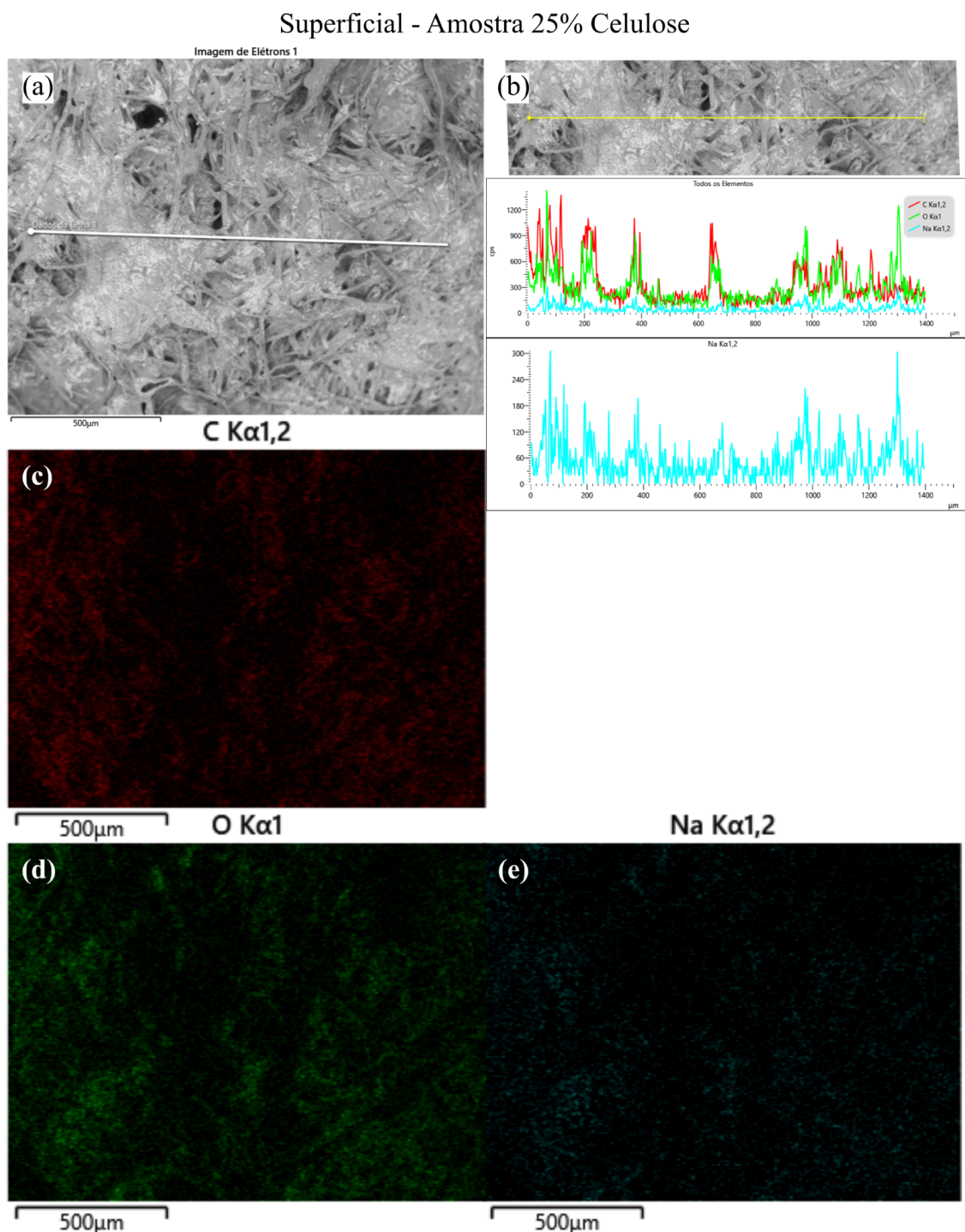
As Figuras 11a a 11d mostram a morfologia superficial das amostras, conforme esquema indicado. Na Figura 10a, observa-se a morfologia fibrosa da celulose e de duas partículas de impurezas. Já na Figura 11d, é possível identificar as fibras da celulose e também a caseína aparentemente atuando como fase ligante entre as fibras de celulose, promovendo maior coesão entre as fibras. Visualmente, não é possível distinguir com clareza diferenças marcantes entre as Figuras 11b e 11c, mas nota-se que as fibras se encontram mais coesas do que na amostra de celulose pura, embora em menor grau do que na Figura 11d. Esse resultado é compatível com o comportamento mecânico observado nos ensaios de tração e impacto, indicando que a presença da fase proteica contribuiu para a consolidação da matriz do compósito.

As imagens obtidas em corte transversal mostraram tendência semelhante. As micrografias foram registradas próximas à extremidade das amostras, com o objetivo de

verificar possíveis diferenças entre as regiões externa e interna do material. Nas Figuras 11f a 10h, observa-se, na porção inferior esquerda, maior concentração de caseína, além da presença de espaços vazios e falhas de compactação. A ocorrência dessas descontinuidades pode estar associada ao processo manual de compactação empregado durante a moldagem dos corpos de prova, no qual a pressão aplicada e a remoção da água livre ocorreram de forma não uniforme ao longo da amostra. Durante a secagem, a evaporação da água e a retração do material podem ter favorecido a formação de regiões menos densificadas e cavidades internas. Essas heterogeneidades estruturais ajudam a explicar a elevada dispersão observada nos resultados mecânicos, uma vez que áreas com menor compactação atuam como concentradores de tensão e favorecem o início da fratura sob carregamento mecânico. De modo semelhante ao observado na Figura 11d, a Figura 11h evidencia de forma mais pronunciada a presença da matriz de caseína, sugerindo maior coesão entre as fibras de celulose nas formulações com maior teor de caseína.

A Figura 12 apresenta a análise composicional obtida via MEV/EDS da região superficial de uma amostra com 25% de celulose.

Figura 12 - Mapeamento elemental da região superficial da amostra com 25% de celulose



Fonte: Autoria própria, 2026.

Na micrografia superficial da Figura 12a, observa-se a linha de varredura utilizada na análise EDS. A Figura 12b apresenta um aumento desta região, e logo abaixo estão os gráficos de composição ao longo da trajetória analisada. O gráfico superior mostra o sinal de raios X detectados por segundo (*cps, counts per second*), indicando a taxa relativa de todos os

elementos detectados na amostra. Logo abaixo, em azul, está destacada a detecção de Na (Sódio), evidenciada devido à sua menor abundância em relação ao C e ao O, correspondentes ao carbono e oxigênio, respectivamente.

No mapeamento elementar da Figura 12b, a linha de varredura atravessa regiões com variação de intensidade ao longo do comprimento analisado, sugerindo densidade não uniforme na superfície. Os perfis indicam sinais de carbono, oxigênio e sódio, com oscilações locais de intensidade que acompanham a morfologia observada na imagem superior.

O mapa de carbono, Figura 12c, mostra sinal distribuído por praticamente toda a área analisada, compatível com a presença da matriz orgânica do compósito, especialmente da celulose e da caseína. O mapa de oxigênio, Figura 12d, também apresenta distribuição ampla, com intensidade relativamente contínua, o que é esperado para materiais de natureza orgânica como a celulose, cuja estrutura básica é formada por carbono, hidrogênio e oxigênio ($C_6H_{10}O_5$)_n. Já o mapa de sódio, Figura 12e, exibe sinal mais discreto porém distribuído, sugerindo que esse elemento está presente em menor quantidade, mas ainda de forma relativamente homogênea na amostra.

O sódio detectado pode estar associado tanto aos constituintes naturalmente presentes no leite (Buzzo et al., 2015), com porções de cerca de 0,65 mg/mL (Elegê, 2026), quanto ao NaOH utilizado na etapa de neutralização da caseína após a precipitação ácida. Desta forma, independentemente de sua origem específica, a sua presença relativamente distribuída e também a presença de elementos como o Cálcio (Ca), que podem chegar a 1,2 mg/mL segundo informações nutricionais da própria envasadora (Italac, 2026), sugere que a fase derivada da caseína se encontra dispersa ao longo do compósito. Resultado semelhante pode ser observado em outras análises apresentadas no Apêndice A, nas quais elementos minoritários também aparecem distribuídos em diferentes regiões das amostras.

Além dos elementos principais, algumas análises apresentaram sinais discretos de outros constituintes. No mapeamento transversal da amostra com 25% de celulose (Figura A7), observam-se traços de fósforo (P) relativamente distribuídos pela amostra, além de pontos localizados de silício (Si). Já a amostra com 50% de celulose apresentou traços superficiais de potássio (K) (Figura A5), não identificados de forma significativa na análise transversal correspondente. Esses elementos podem estar relacionados a impurezas residuais do processamento da celulose, minerais naturalmente presentes no leite ou ainda contaminações pontuais provenientes da manipulação das amostras para os testes de resistência mecânica ou mesmo durante a preparação. Considerando a baixa intensidade desses sinais e sua ocorrência limitada, não foram observados indícios de influência

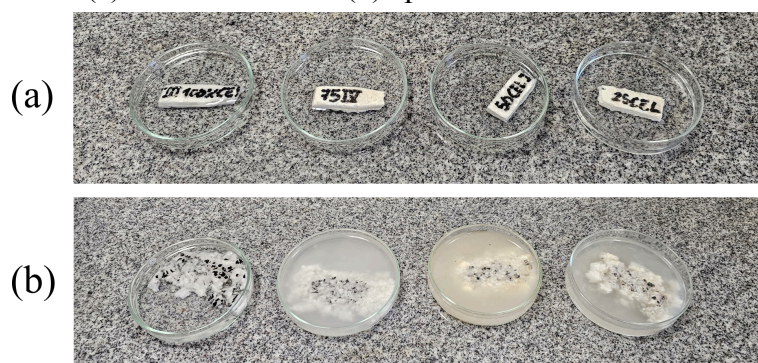
significativa desses constituintes sobre o comportamento geral dos compósitos.

De forma geral, os resultados obtidos por MEV/EDS sugerem distribuição relativamente uniforme da fase derivada da caseína nas formulações analisadas, resultado coerente com o aumento da coesão estrutural e a melhoria do comportamento mecânico observados nos ensaios de tração e impacto.

4.6 Testes de degradação

Para os testes de degradabilidade, as amostras foram deixadas em dois ambientes distintos: i) imersas em água e protegidas das ações do ambiente, em placas de Petri dentro do laboratório; e ii) enterradas em solo ao ar livre. A Figura 13 apresenta a aparência das amostras de cada tipo de compósito em dois momentos distintos: recém imersas em água e após 3 semanas em ambiente fechado.

Figura 13 - Amostras durante teste de degradabilidade em água:
(a) recém imersos e (b) após 3 semanas imersas



Fonte: Autoria própria, 2026.

A Figura 13b deixa evidente que, com o passar do tempo, a caseína se dissolve na água, evidenciado pelo embranquecimento da solução, o que não ocorreu no corpo de prova na extremidade esquerda, com 100% de celulose. Observa-se também que a amostra com 50% de caseína apresentou coloração mais amarelada e forte odor. As três amostras contendo caseína apresentaram a formação de uma película sobre a solução, provavelmente devido a proliferação de microrganismos que se alimentavam da caseína, o que não foi observado na amostra composta apenas por celulose. De modo geral, todas as amostras perderam sua integridade física, provavelmente devido a absorção da água pela celulose, com consequente inchaço e perda da forma inicial, levando à fragmentação dos corpos de prova.

Além da imersão em água, também foi realizado um experimento de degradabilidade

em solo. Fragmentos dos corpos de prova rompidos durante o ensaio de tração foram enterrados em solo úmido e rico em matéria orgânica, a uma profundidade de aproximadamente 5 cm, permanecendo expostos ao ambiente por 14 dias. Durante o período, houve chuvas frequentes, o que contribuiu para o aumento da umidade do solo e favoreceu a atividade microbiana.

Após o período de exposição, os corpos de prova foram cuidadosamente removidos do solo, limpos superficialmente com pincel seco, secos novamente e pesados para avaliação da perda de massa. A Tabela 6 apresenta os dados de massa inicial e final, além do cálculo da perda percentual:

Tabela 6 - Massa inicial e final das amostras após 14 dias de exposição ao solo

Amostra	Massa Inicial (g)	Massa Final (g)	Perda de Massa (%)
Tipo I	1,7742	1,5613	12%
Tipo II	4,0829	3,7154	9%
Tipo III	4,1174	3,8704	6%
Tipo IV	3,7935	3,6417	4%

Fonte: Autoria própria, 2026.

A Figura 14 mostra o aspecto visual das amostras após o processo de degradação em solo e exposição às intempéries. Vale salientar que, durante o estudo, as amostras sofreram a ação de um pequeno período de chuva, o que pode ter ajudado no processo de perda de características físicas:

Figura 14 - Amostras durante teste de degradabilidade em solo: (a) recém enterrados e (b) após 2 semanas



Fonte: Autoria própria, 2026.

Ao analisar a aparência, fica claro que as amostras com maior teor de celulose exibiram sinais de deterioração mais marcantes. A amostra feita inteiramente de celulose se mostrou mais frágil, com as extremidades se desfazendo e menor resistência a esforços mecânicos. As amostras com 75% e 50% de celulose apresentaram pequenas rachaduras e perda de pequenos pedaços da extremidade. Em contraste, a amostra com maior teor de caseína (25% celulose) apresentou poucas mudanças visuais e na textura.

Esses resultados indicam que as formulações com maior teor de celulose apresentaram maior perda de integridade estrutural quando expostas ao solo úmido e às intempéries. A natureza fibrosa e hidrofílica da celulose favorece a absorção de água, podendo contribuir para o inchamento do material, formação de descontinuidades e fragmentação progressiva das amostras. Em contraste, os compósitos com maior fração de caseína apresentaram menor alteração visual e menor perda de massa ao longo do período avaliado, sugerindo maior coesão estrutural nas condições analisadas. Embora os ensaios realizados não permitam confirmar biodegradação em sentido estrito, os resultados obtidos demonstram que os materiais apresentam suscetibilidade à umidade e degradação física em ambiente natural, comportamento compatível com materiais de origem biodegradável (Salgado et al., 2021; Nilsen-Nygaard et al., 2021).

4.7 Limitações do estudo

Embora os resultados obtidos tenham permitido avaliar o comportamento geral dos biocompósitos de caseína e celulose, algumas limitações experimentais devem ser consideradas na interpretação dos dados.

O processo de fabricação dos corpos de prova foi realizado manualmente, especialmente na etapa de compactação, o que pode ter contribuído para variações locais de densidade, formação de vazios internos e heterogeneidades estruturais observadas nas análises por MEV. Essas variações provavelmente influenciaram a dispersão observada nos resultados mecânicos.

Além disso, não foi possível obter corpos de prova íntegros constituídos exclusivamente por caseína, limitando a avaliação do comportamento mecânico da fase proteica isolada e restringindo as comparações entre matriz pura e compósitos.

Nos ensaios de tração, a impossibilidade de utilização do extensômetro devido à baixa resistência inicial das amostras reduziu a precisão da determinação das deformações, fazendo

com que os resultados fossem baseados apenas no deslocamento registrado pela máquina universal de ensaios mecânicos.

As análises de degradabilidade realizadas tiveram caráter predominantemente qualitativo e comparativo, não sendo conduzidas segundo normas específicas de biodegradação ou compostagem controlada. Dessa forma, os resultados permitem indicar susceptibilidade à degradação física em presença de umidade e ambiente natural, mas não permitem confirmar a biodegradação completa do material.

Adicionalmente, o número de formulações avaliadas e o período relativamente curto dos testes de degradação limitaram análises mais aprofundadas sobre a cinética de degradação e a durabilidade dos compósitos em longo prazo.

Apesar dessas limitações, o estudo permitiu identificar tendências importantes relacionadas à influência da caseína sobre a coesão estrutural, resistência mecânica e estabilidade física dos compósitos, fornecendo uma base experimental relevante para trabalhos futuros.

5 CONCLUSÕES

O presente trabalho permitiu desenvolver e caracterizar biocompósitos à base de caseína e celulose, avaliando a influência da composição sobre as propriedades mecânicas, morfológicas e degradativas dos materiais obtidos. Os resultados demonstraram que a combinação entre a fase proteica e a fase fibrosa possibilitou a obtenção de estruturas coesas e mecanicamente mais resistentes do que os corpos de prova constituídos exclusivamente por celulose.

A formulação composta apenas por caseína não apresentou estabilidade estrutural adequada após a secagem, evidenciando limitações da utilização isolada da proteína nas condições empregadas neste estudo. Em contrapartida, a presença da celulose contribuiu para a manutenção da integridade dimensional dos corpos de prova, indicando atuação relevante como fase estrutural do compósito.

Os ensaios mecânicos mostraram que os valores médios de resistência à tração apresentaram tendência de aumento com a elevação da fração de caseína. Entretanto, a análise estatística (ANOVA de um fator e teste de Tukey) indicou que essas diferenças não foram estatisticamente significativas, evidenciando elevada variabilidade experimental entre as amostras. Por outro lado, a resistência ao impacto Charpy foi significativamente influenciada pela composição dos compósitos, sendo observados maiores valores para as formulações com maior teor de caseína, especialmente para a formulação contendo 75% de caseína, que apresentou resistência significativamente superior às formulações com 100% e 75% de celulose.

As análises por MEV/EDS confirmaram a presença de regiões mais coesas nas formulações com maior teor de caseína, além de revelarem heterogeneidades estruturais, vazios internos e falhas de compactação que ajudam a explicar parte da variabilidade mecânica observada. A distribuição relativamente homogênea dos elementos associados à fase proteica sugere adequada dispersão da caseína na matriz do compósito.

Nos ensaios de degradação em água e solo, os materiais apresentaram perda progressiva de integridade física, especialmente nas formulações com maior teor de celulose, indicando elevada sensibilidade à umidade e comportamento compatível com materiais de potencial biodegradável.

Em conjunto, os resultados demonstram que a incorporação de caseína à matriz de celulose favorece a coesão estrutural dos biocompósitos e melhora significativamente sua resistência ao impacto, embora os efeitos sobre a resistência à tração não tenham sido

estatisticamente confirmados nas condições experimentais avaliadas. Os resultados também evidenciam que o método de fabricação exerceu influência significativa sobre a variabilidade das propriedades mecânicas.

6 PERSPECTIVAS PARA O FUTURO

Como perspectivas para trabalhos futuros, recomenda-se o aprimoramento das etapas de mistura, compactação e secagem, visando reduzir a variabilidade experimental e aumentar a homogeneidade estrutural dos compósitos. Também é recomendada a realização de ensaios de ângulo de contato (teste da gota), a fim de avaliar a hidrofobicidade superficial dos materiais e verificar se a fração lipídica presente na caseína contribui para reduzir a molhabilidade dos compósitos, influenciando seu comportamento durante a degradação em solo. Da mesma forma, estudos complementares sobre a solubilidade da caseína na matriz poderão auxiliar na compreensão dos mecanismos responsáveis pela perda de integridade estrutural observada durante os ensaios de degradação em água.

Outra possibilidade consiste em investigar diferentes temperaturas de secagem dos compósitos. Neste trabalho, buscou-se evitar alterações térmicas significativas na estrutura da caseína; entretanto, temperaturas mais elevadas podem promover modificações químicas, como desnaturação proteica, formação de novas interações intermoleculares ou maior reticulação da matriz, afetando tanto as propriedades mecânicas quanto a resistência à degradação. A avaliação desses efeitos poderá contribuir para a otimização das condições de processamento.

Por fim, recomenda-se investigar a substituição parcial ou total da celulose utilizada por nanocelulose, cujo elevado aspecto superficial e maior área específica podem favorecer a interação com a matriz proteica, promovendo melhorias na resistência mecânica, na homogeneidade estrutural e na estabilidade dos biocompósitos. Além disso, a investigação de agentes de reticulação, diferentes rotas de processamento e técnicas complementares de caracterização poderá ampliar o desempenho e o potencial de aplicação desses materiais renováveis em produtos de curta vida útil.

REFERÊNCIAS

ABCP, Coprocessamento. **Determinação de umidade pelo método de secagem em estufa**. Brasilabcp.org.br, , jun. 2025. Disponível em: <https://abcp.org.br/wp-content/uploads/2025/09/Determinacao_umidade_metodo_secagem_em_estufa_V2_Junho20252.pdf>. Acesso em: 6 jun. 2026

AKIN, Meleksen; EYDURAN, Sadiye Peral; KRAUTER, Victoria. Food packaging related research trends in the academic discipline of food science and technology: A bibliometric analysis. **Cleaner and Circular Bioeconomy**, v. 5, p. 100046, ago. 2023.

AL-MOSAWI, Ali I.; ABDULSADA, Shaymaa Abbas; HASHIM, Abbass A. Sustainable Procedure for Using Waste of Date Seeds as a Reinforcement Material for Polymeric Composites. **OALib**, v. 05, n. 03, p. 1–9, 2014.

ASGHER, Muhammad *et al.* Bio-based active food packaging materials: Sustainable alternative to conventional petrochemical-based packaging materials. **Food Research International**, v. 137, p. 109625, nov. 2020.

BUZZO, Márcia Liane *et al.* Teores de sódio em leites industrializados consumidos no Brasil. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, v. 74, n. 1, p. 12–20, 5 out. 2015.

CENCHA, Luisa G. *et al.* Functionalization of casein and its use for preparing self-crosslinking protein-based materials. **Polymer Chemistry**, v. 14, n. 16, p. 1881–1887, 2023.

CHAUHAN, Kanchan; KAUR, Rishpreet; CHAUHAN, Indu. Sustainable bioplastic: a comprehensive review on sources, methods, advantages, and applications of bioplastics. **Polymer-Plastics Technology and Materials**, v. 63, n. 8, p. 913–938, 23 maio 2024.

D20 COMMITTEE. **Test Method for Determining the Charpy Impact Resistance of Notched Specimens of Plastics**. ASTM International, 2018. Disponível em: <<http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?D6110-18>>. Acesso em: 6 jun. 2026

ELEGÊ. **Elegê. Tableless**, 2026. Disponível em: <<https://www.elege.com.br/produtos/leite-uht-integral-1l/>>. Acesso em: 6 jun. 2026

FILHO, Walter Leal *et al.* Consumer attitudes and concerns with bioplastics use: An international study. **PLOS ONE**, v. 17, n. 4, p. e0266918, 27 abr. 2022.

HILL, R. J.; WAKE, R. G. Amphiphile Nature of κ -Casein as the Basis for its Micelle Stabilizing Property. **Nature**, v. 221, n. 5181, p. 635–639, fev. 1969.

HUSNAENI *et al.* Study on the use of various concentrations of acetic acid and different precipitation duration on casein characteristics. **IOP Conference Series: Earth and Environmental Science**, v. 343, n. 1, p. 012035, 1 out. 2019.

ITALAC. **Informações Nutricionais do Leite Integral**. , 2026. Disponível em: <<https://www.italac.com.br/produtos/leite-uht-integral/>>. Acesso em: 6 jun. 2026

KIBRIA, Md. Golam *et al.* Plastic Waste: Challenges and Opportunities to Mitigate Pollution and Effective Management. **International Journal of Environmental Research**, v. 17, n. 1,

p. 20, fev. 2023.

LIU, Yaowen *et al.* A review of cellulose and its derivatives in biopolymer-based for food packaging application. **Trends in Food Science & Technology**, v. 112, p. 532–546, jun. 2021.

MICHELIN, Michele *et al.* Nanocellulose Production: Exploring the Enzymatic Route and Residues of Pulp and Paper Industry. **Molecules**, v. 25, n. 15, p. 3411, 28 jul. 2020.

NILSEN-NYGAARD, Julie *et al.* Current status of biobased and biodegradable food packaging materials: Impact on food quality and effect of innovative processing technologies. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 20, n. 2, p. 1333–1380, mar. 2021.

ORTEGA, Rhonald *et al.* Life cycle assessment of Brazilian bleached eucalyptus kraft pulp: Integrating bleaching processes and biogenic carbon impacts. **Cleaner Environmental Systems**, v. 15, p. 100234, dez. 2024.

PARTSCHEFELD, C. *et al.* Studies on Enzymatic Crosslinking of Casein Micelles. **Czech Journal of Food Sciences**, v. 27, n. Special Issue 1, p. S99–S101, 30 jun. 2009.

PEKALA, Patrycja; SZYMAŃSKA-CHARGOT, Monika; ZDUNEK, Artur. Interactions between non-cellulosic plant cell wall polysaccharides and cellulose emerging from adsorption studies. **Cellulose**, v. 30, n. 15, p. 9221–9239, out. 2023.

QUEIROZ, Augusto Cesar De. **Análise De Alimentos: Métodos Químicos E Biológicos**. [S.l.]: Editora UFV, 2001.

ROGERS, Kara. **Casein | Definition, Properties, Manufacture, & Uses | Britannica**. Disponível em: <<https://www.britannica.com/science/casein>>. Acesso em: 6 jun. 2026.

SADIQ, Uzma; GILL, Harsharn; CHANDRAPALA, Jayani. Casein Micelles as an Emerging Delivery System for Bioactive Food Components. **Foods**, v. 10, n. 8, p. 1965, 23 ago. 2021.

SALGADO, Pablo R. *et al.* Recent Developments in Smart Food Packaging Focused on Biobased and Biodegradable Polymers. **Frontiers in Sustainable Food Systems**, v. 5, p. 630393, 29 abr. 2021.

SANTOS, Carla Rodrigues dos. **Métodos não-convencionais para determinação de celulose como parâmetro de seleção de árvores matrizes visando a produção de polpa kraft-aq**. 2000. 134 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Mestre em Ciências, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2000. Disponível em: <<https://teses.usp.br/teses/disponiveis/11/11149/tde-20191218-124547/publico/SantosCarlaRodriguesDos.pdf>>. Acesso em: 06 jun. 2026.

SANTOS, Carolyn *et al.* Statistical Study of the Influence of Fiber Content, Fiber Length and Critical Length in the Mechanical Behavior of Polymeric Composites Reinforced with Carica Papaya Fibers (CPFs). **Applied Science and Engineering Progress**, 7 jul. 2021.

SANTOS, Carolyn M. *et al.* Era of bast fibers-based polymer composites for replacement of man-made fibers. **Heliyon**, v. 10, n. 8, p. e29761, abr. 2024a.

SANTOS, Carolyn M. *et al.* Physical & mechanical and chemical properties on papaya tree

bast fibers from different portions. **Biomass Conversion and Biorefinery**, v. 14, n. 20, p. 25071–25082, out. 2024b.

SANTOS, Carolyn M. *et al.* A bibliometric review on applications of lignocellulosic fibers in polymeric and hybrid composites: Trends and perspectives. **Heliyon**, v. 10, n. 19, p. e38264, out. 2024c.

SANTOS, Thiago F. *et al.* Progress in bio-fibers, bio-films, bio-polymers, and bio-composites for biobased food packaging via bibliometric approach. **Food Chemistry Advances**, v. 6, p. 100936, mar. 2025.

SILVA, Naaman Nogueira *et al.* Micelas de caseína: dos monômeros à estrutura supramolecular. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 22, p. e2018185, 2019.

SONG, Tingyu *et al.* Recent Advances in Bio-Based Smart Active Packaging Materials. **Foods**, v. 11, n. 15, p. 2228, 26 jul. 2022.

SUN, Yitao *et al.* Global Trends in Natural Biopolymers in the 21st Century: A Scientometric Review. **Frontiers in Chemistry**, v. 10, p. 915648, 7 jul. 2022.

YANG, Yiqi; REDDY, Narendra. Properties and potential medical applications of regenerated casein fibers crosslinked with citric acid. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 51, n. 1–2, p. 37–44, jul. 2012.

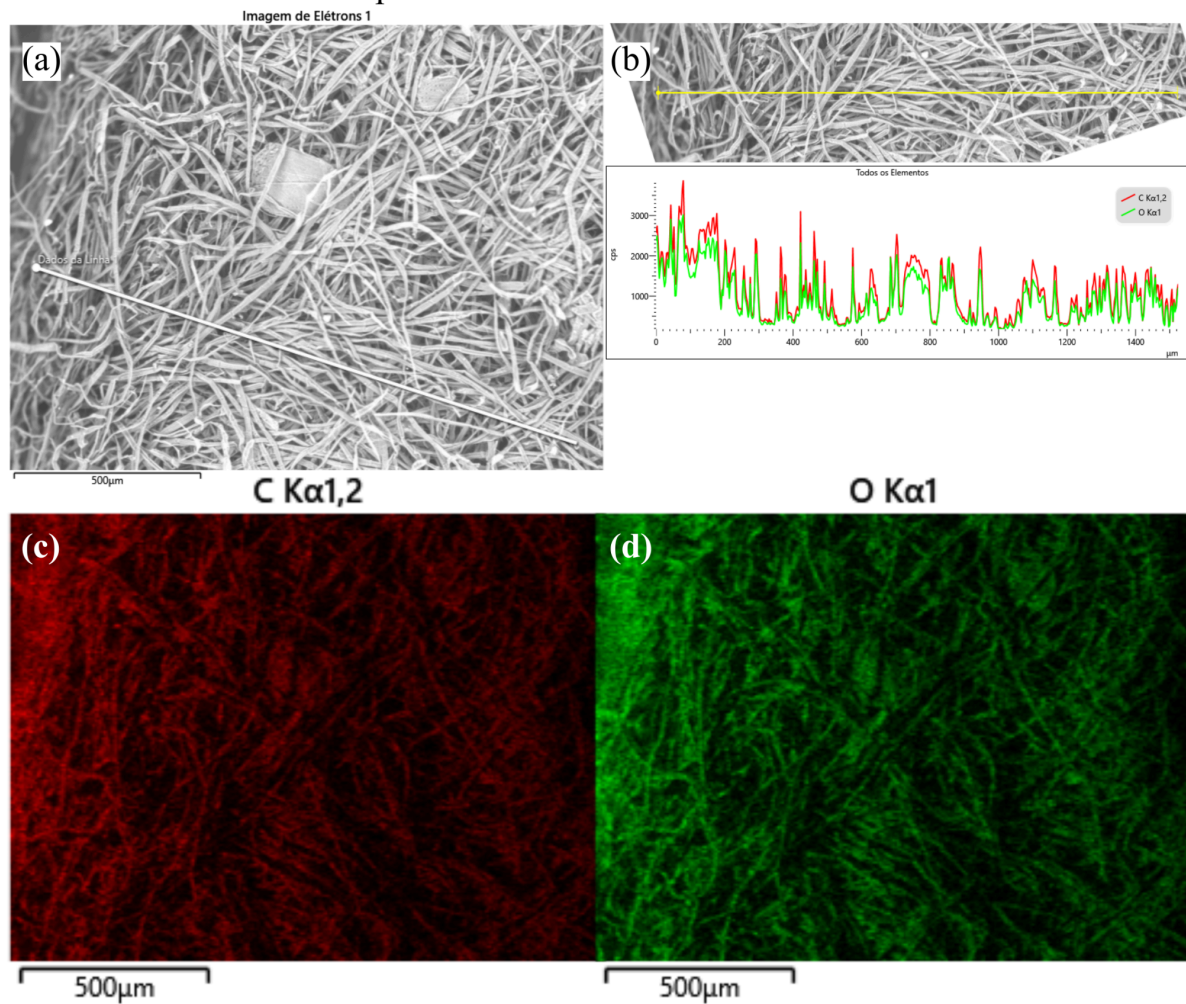
YOUNES, Elsaid. Structural Properties of Casein Micelles in Milk, the effect of salt, temperature, and pH. **International Journal of Biotechnology and Bioengineering**, v. 3, n. 6, p. 202–215, 2017.

ZHANG, Zheting *et al.* Effect of Whey Protein Changes on Milk Flavor and Sensory Characteristics During Heating. **Foods**, v. 14, n. 1, p. 33, 26 dez. 2024.

ZHAO, Xianhui *et al.* Sustainable bioplastics derived from renewable natural resources for food packaging. **Matter**, v. 6, n. 1, p. 97–127, jan. 2023.

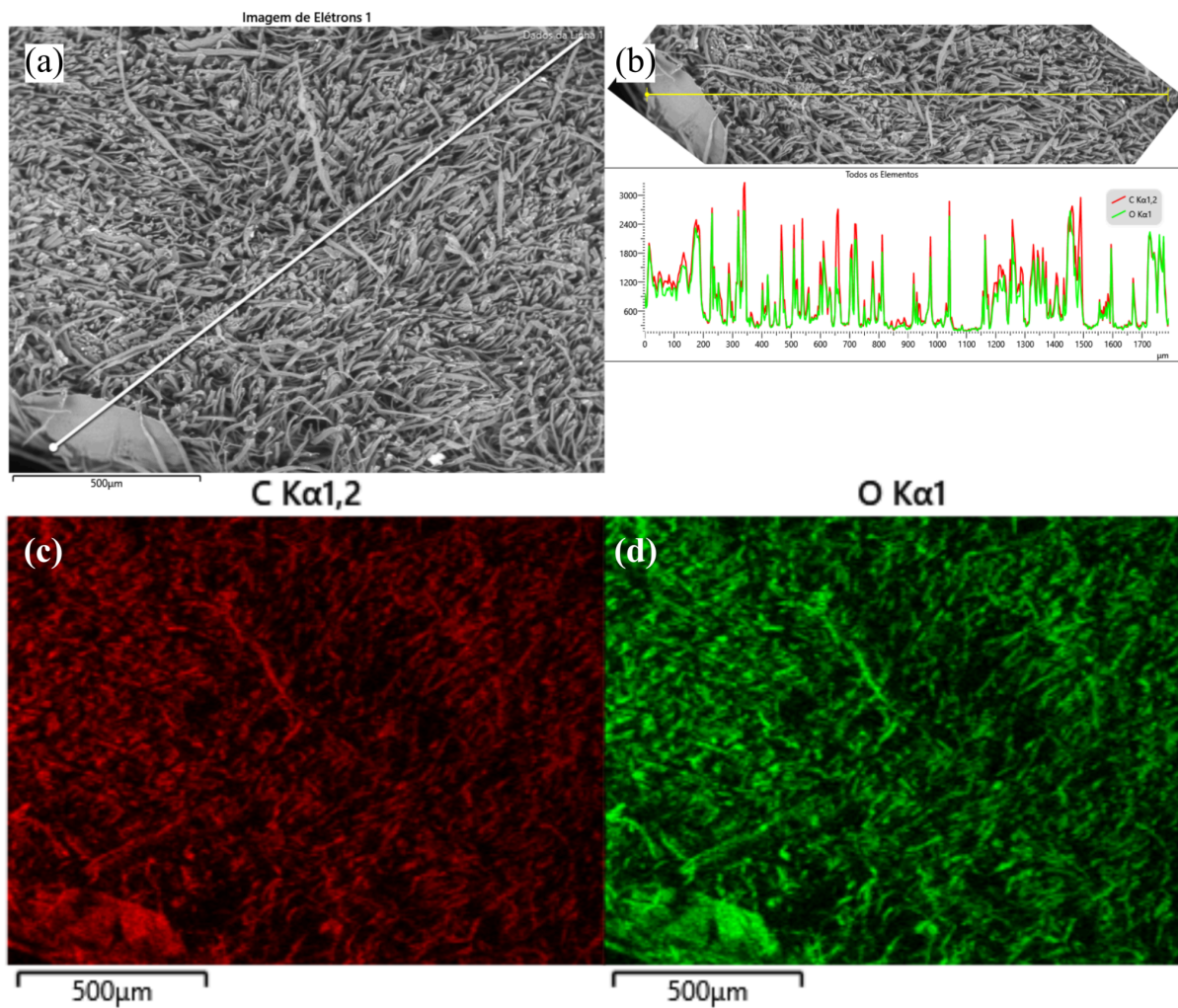
APÊNDICE A - MICROGRAFIAS E MAPEAMENTOS EDS

Figura A1 - Mapeamento elemental da região superficial da amostra com 100% de celulose.
Superficial - Amostra 100% Celulose



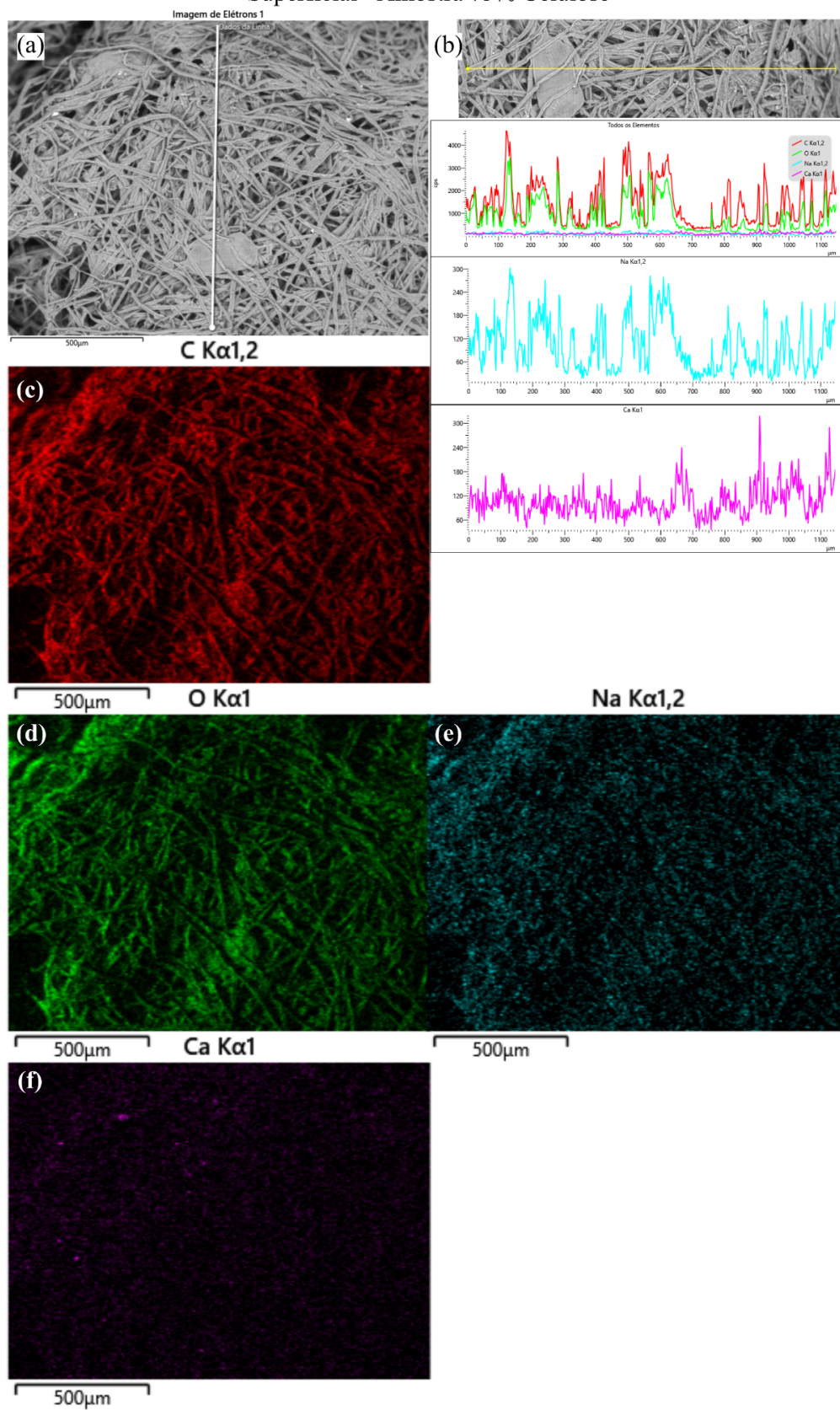
Fonte: Autoria própria, 2026.

Figura A2 - Mapeamento elemental da região transversal da amostra com 100% de celulose.
Corte Transversal - Amostra 100% Celulose



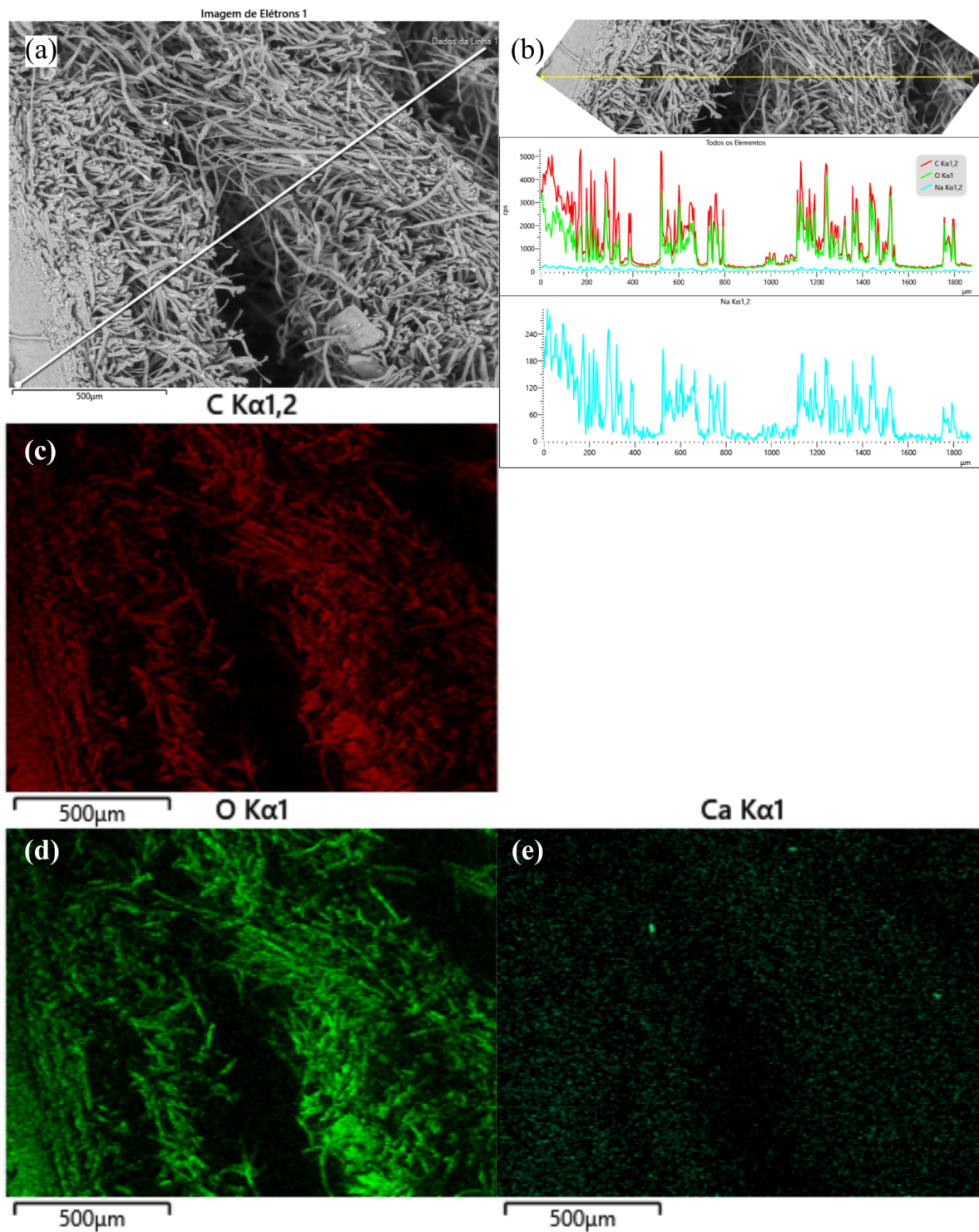
Fonte: Autoria própria, 2026.

Figura A3 - Mapeamento elemental da região superficial da amostra com 75% de celulose.
Superficial - Amostra 75% Celulose



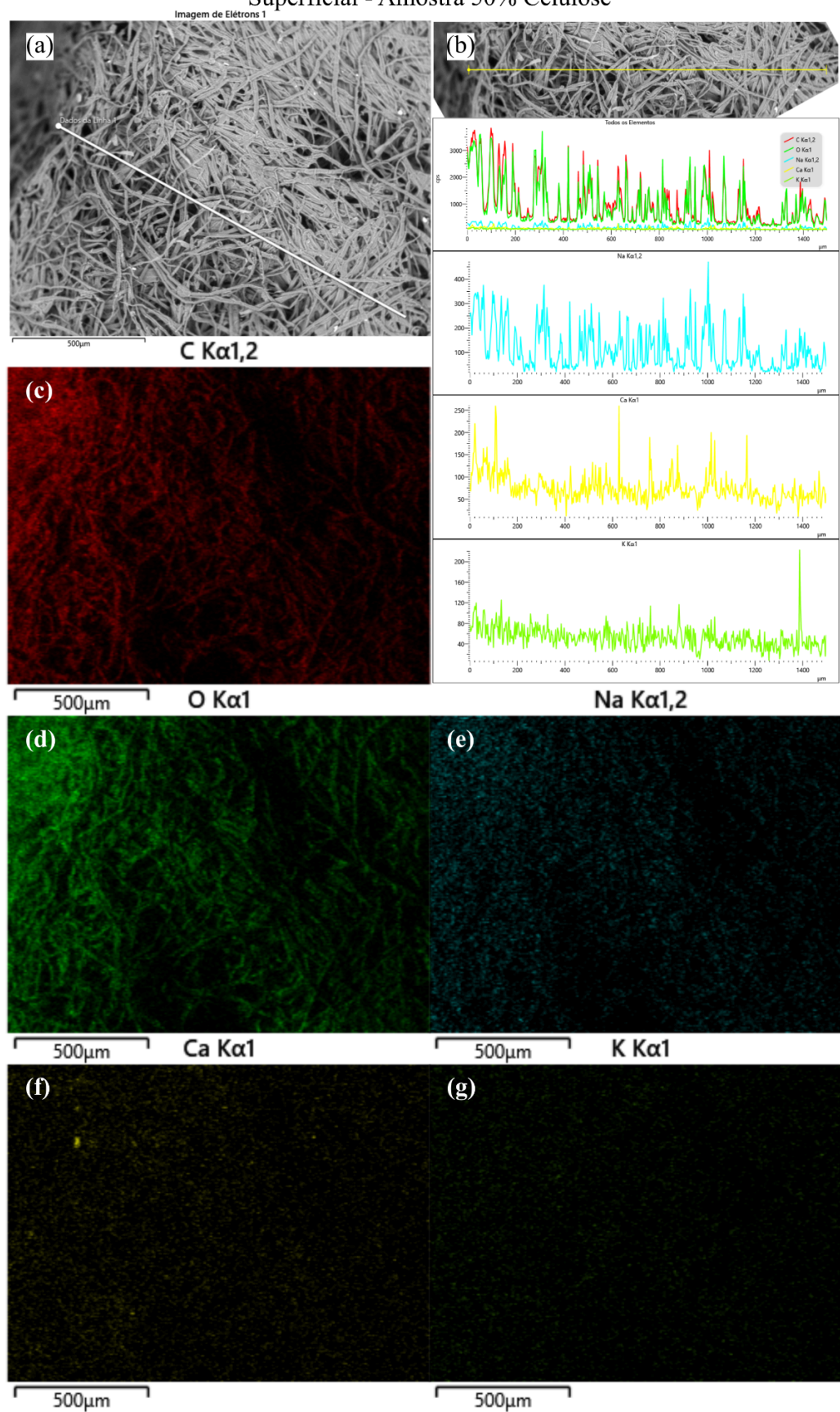
Fonte: Autoria própria, 2026.

Figura A4 - Mapeamento elemental da região transversal da amostra com 75% de celulose.
Corte Transversal - Amostra 75% Celulose



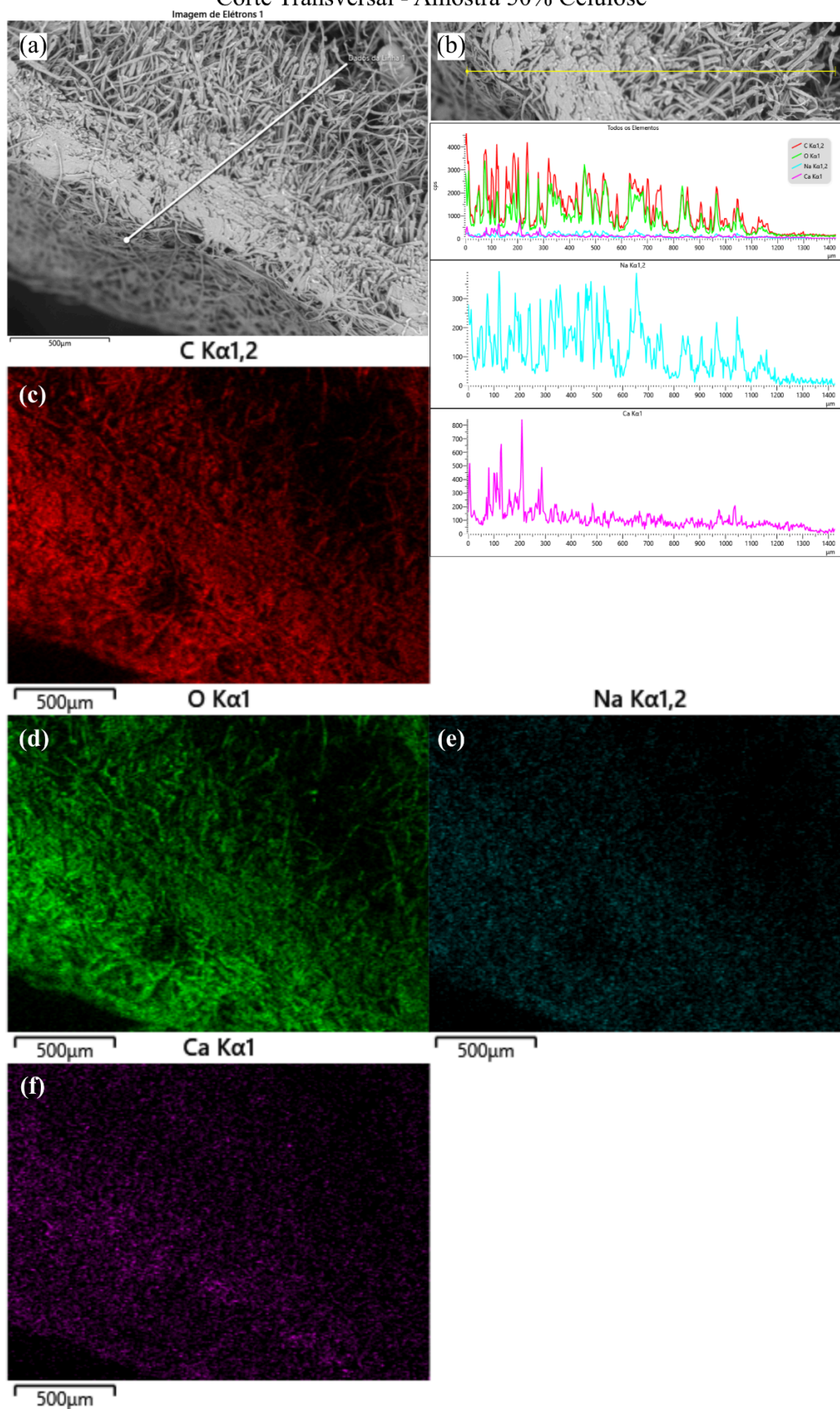
Fonte: Autoria própria, 2026.

Figura A5 - Mapeamento elemental da região superficial da amostra com 50% de celulose.
Superficial - Amostra 50% Celulose



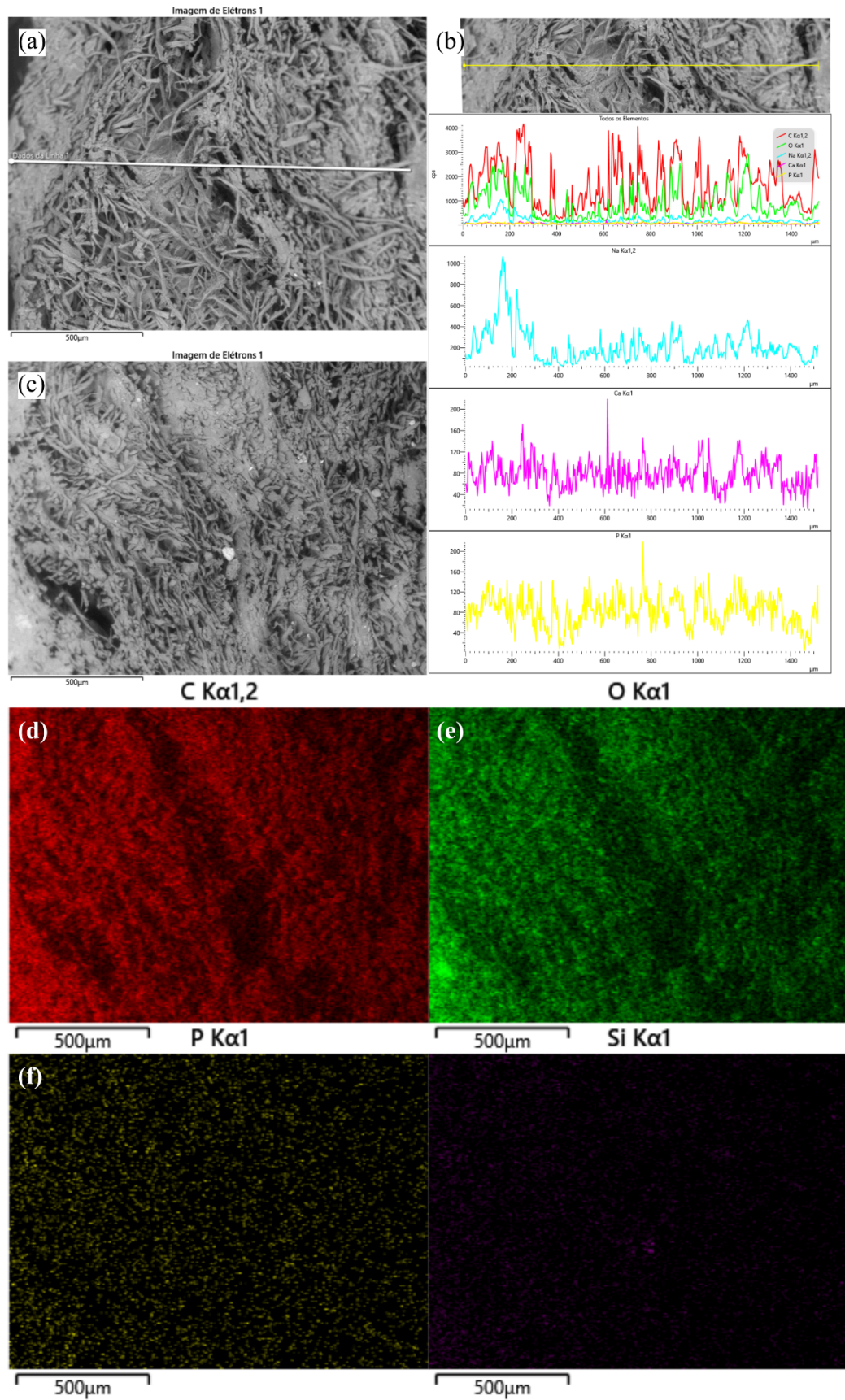
Fonte: Autoria própria, 2026.

Figura A6 - Mapeamento elementar da região transversal da amostra com 50% de celulose.
Corte Transversal - Amostra 50% Celulose



Fonte: Autoria própria, 2026.

Figura A7 - Mapeamento elemental da região transversal da amostra com 25% de celulose.
Corte Transversal - Amostra 25% Celulose



Fonte: Autoria própria, 2026.