

## **Membranas eletrofiadas de PVA reticuladas com ácido succínico para liberação controlada de azul de metileno**

Gabriel Irineu Rocha Sagai (PIBIC/CNPq/FA/UEM), Eduardo Radovanovic (Orientador), e-mail: eradovanovic@uem.br

Universidade Estadual de Maringá / Centro de Ciências Exatas / Centro de Tecnologia / Departamento de Química / Departamento de Eng. Mecânica

**Química, Química Inorgânica.**

**Palavras-chave:** eletrofição, nanofibras, PVA.

### **Resumo:**

A técnica de eletrofição demonstra muito potencial na fabricação de nanofibras poliméricas, materiais que apresentam características de grande interesse na área de materiais como grande área superficial e alta porosidade. Este trabalho se propõe a testar diversas configurações de eletrofição, de modo a otimizar as propriedades das fibras utilizadas.

### **Introdução**

Avanços recentes na área de materiais vêm demonstrando grande interesse no estudo do processamento de polímeros em diferentes tamanhos e geometrias, com ênfase na escala nanométrica devido às peculiaridades presentes nesta escala. Nestes estudos destacam-se as nanofibras, material atribuído de alta resistência à tração, grande área superficial e porosidade. O processo de eletrofição se mostra conveniente para a produção destas nanoestruturas. O método consiste na aplicação de alta voltagem (ordem de kV) entre um anteparo coletor e uma seringa de agulha metálica. Uma bomba controla a vazão da solução, empurrando o êmbolo da seringa através de uma haste de acordo com as condições programadas. Por conta do campo elétrico, as gotículas formadas na ponta da agulha são alongadas e formam o chamado Cone de Taylor. Assim, um jato estável é ejetado da ponta da agulha e sofre um alongamento contínuo até que haja a deposição no anteparo coletor. O solvente é evaporado durante o processo e tem-se como resultado um emaranhado de fibras com diâmetro de escala nanométrica (THENMOZHI et al., 2017; LIU et al., 2018).

### **Materiais e métodos**

#### *Preparação das soluções poliméricas*

Preparou-se duas soluções: na primeira, em um béquer foi adicionado 10mL de solução de óxido de grafeno numa concentração de 0,1mg/mL e

0,025g de ácido cítrico, e então o sistema foi colocado em agitação. Ainda em agitação, lentamente foi adicionado 1,2g de PVA. O sistema foi mantido em agitação durante 12h até se tornar uma solução homogênea. Ao final foi adicionado 0,04g de azul de metileno (0,4% massa por massa de solvente) e deixado em agitação para dissolução completa dele. O procedimento se deu de maneira similar para a segunda solução diferindo na quantidade de azul de metileno adicionado, sendo ela 0,12g (concentração de 1,2%).

### Testes de eletrofiação

Utilizando o equipamento de eletrofiação foram feitos uma série de testes de eletrofiação, variando as condições de tensão, fluxo de solução e distância entre o coletor e a agulha, com as duas soluções de diferentes concentrações. As variáveis testadas estão apresentadas na tabela 1. A partir da combinação destes valores de tensão, fluxo e distância foram eletrofiadas 24 amostras diferentes em cada concentração.

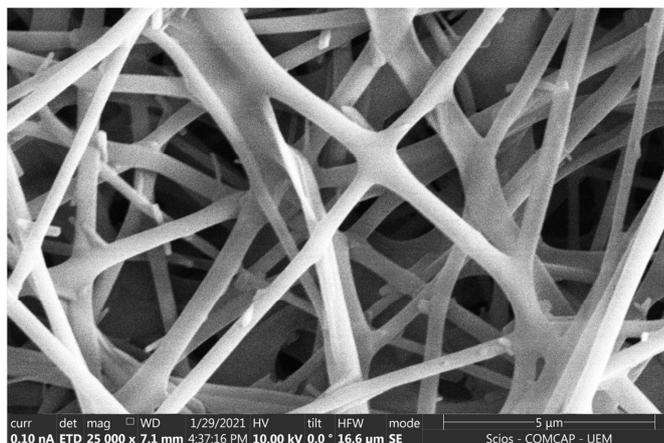
**Tabela 1** – Valores das condições de eletrofiação.

Tensão (kV)	15	20	25	-	-	-
Fluxo (mL/h)	0,11	0,22	0,32	0,40	0,50	0,60
Distância (cm)	12	20	-	-	-	-

As fibras resultantes do processo foram analisadas por meio de imagens obtidas em microscopia eletrônica de varredura, sendo caracterizadas em termos de diâmetro médio e mediano das fibras (100 medições por amostra), formação de beads e presença de óxido de grafeno.

### Resultados e Discussão

Abaixo, ilustrado na figura 1, observa-se a imagem obtida através de microscopia eletrônica de varredura de uma das amostras de fibras obtidas no processo.

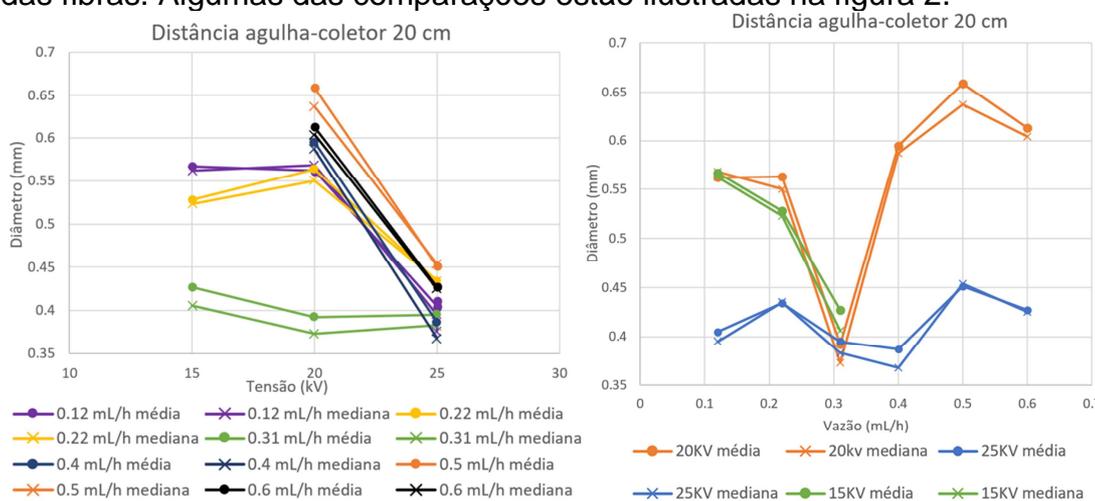


**Figura 1** – Microscopia eletrônica de varredura de uma das amostras de fibras.

A imagem revela fibras finas, uniformes e sem defeitos, características estas que se mantem constante ao analisar-se imagens em escalas maiores da mesma amostra. Isso é observado nas demais fibras, diferindo na existência de aglomerados e na dimensão dos diâmetros.

Verificou-se que a solução de azul de metileno 1,2% se tornou muito viscosa o que dificultou o processo de eletrofiação, havendo constante acúmulo de polímero seco na ponta da agulha, o que poderia causar o entupimento. Além disso, o material acumulado era ejetado na forma de gotas, causando perdas significativas na eletrofiação. A solução de 0,4% foi utilizada com maior facilidade, gerando maior acúmulo de fibras no coletor num menor tempo.

A partir das medições de diâmetro nas imagens de varredura eletrônica, realizou-se comparações entre os parâmetros envolvidos no processo de eletrofiação a fim de verificar a influência deles na espessura das fibras. Algumas das comparações estão ilustradas na figura 2.



**Figura 2** – Gráficos da variação do diâmetro em função da tensão e da vazão.

O gráfico da direita representa a variação do diâmetro em função do vazão, já o da esquerda a variação do diâmetro em função da tensão aplicada, ambos com uma distância de 20 cm entre a agulha e o anteparo.

A análise de ambos os gráficos revela o notável decréscimo no diâmetro com aumento da tensão, de acordo com o esperado segundo dados da literatura. Vale notar algumas exceções como a amostra eletrofiada a uma vazão de 0,22 mL/h que apresenta um pequeno aumento no diâmetro no intervalo de 15 kV a 20 kV, ocorrência esta que se repete em algumas configurações específicas de distância agulha-coletor e vazão, em que ocorre redução no diâmetro apesar do aumento na tensão.

Além disso, verifica-se um acentuado decréscimo do diâmetro ao se aproximar da vazão de 0,3 mL/h seguido de um aumento neste valor para vazões maiores, dificultando estabelecer uma correlação direta entre os valores do diâmetro e da vazão. Outros gráficos que ilustram esse mesmo fenômeno com uma perspectiva diferente são aqueles representados na figura 3.

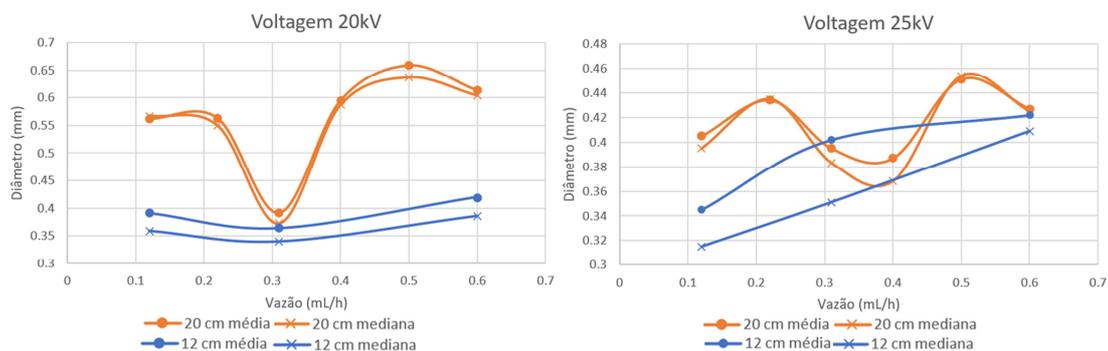


Figura 3 – Gráficos da variação do diâmetro em função da vazão.

Ambos os gráficos da figura 3 retratam curvas de diferentes distâncias agulha-coletor em que a tensão foi mantida constante durante o processo de eletrospinning (20kV no gráfico da esquerda e 25 kV no gráfico da direita).

Nota-se de maneira mais nítida a influência da vazão no diâmetro das fibras, uma vez mantida constante as voltagens. As curvas representando a distância de 20 cm mantêm o comportamento já ilustrado na figura 2, já para a distância de 12 cm, constata-se um aumento aparentemente suave do diâmetro das fibras conforme o aumento da vazão. No entanto, observa-se uma ausência de medições de vazão em pontos intermediários da curva, medições estas que podem demonstrar um comportamento diferente do observado.

## Conclusões

A técnica e o equipamento de eletrospinning foram capazes de produzir nanofibras de polímero em diversas variações de voltagem, vazão e distância. No entanto, estes parâmetros devem ser aperfeiçoados para obter fibras de melhor qualidade.

## Agradecimentos

Ao PIBIC/CNPq/FA/UEM pela bolsa e oportunidade de pesquisa.

## Referências

LIU, Q.; ZHU, J.; ZHANG, L.; QIU, Y. **Recent advances in energy materials by electrospinning**, *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 81, no. September 2016, pp. 1825–1858, Jan. 2018.

THENMOZHI, S.; DHARMARAJ, N.; KADIRVELU, K.; KIM, H. Y. **Electrospun nanofibers: New generation materials for advanced applications**, *Mater. Sci. Eng. B*, vol. 217, pp. 36–48, Mar. 2017