

Eletrofiação usando agulhas concêntricas

Gabriel Irineu Rocha Sagai (PIBIC/CNPq/FA/UEM), Giovanna Picoli Libel (PG), 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

Palavras-chave: eletrofiação, agulhas concêntricas, fibras

Resumo:

A técnica de eletrofiação recebe grande destaque no que tange à fabricação de nanofibras poliméricas e cada vez mais avanços são feitos na fabricação de fibras mais complexas e com mais qualidade. A escala nano das fibras produzidas atribuem características desejáveis ao material produzido, como a elevada área de superfície, tornando-o adequado para processos que requerem alta área de contato e interação com outros materiais e solventes, como em técnicas como filtração, suporte de outros materiais, manufatura de fármacos, melhoria ou substituição de tecidos celulares, etc. Utilizando agulhas concêntricas de diferentes diâmetros durante a eletrofiação, pode-se formar uma estrutura de polímeros concêntricos em uma estrutura *core-shell*, onde um polímero envolve o outro. Fibras *core-shell* foram preparadas e analisadas neste trabalho.

Introdução

A presença de polímeros como foco de estudos na engenharia de materiais já se tornou comum com o passar dos anos. Porém, a recente crescente nos estudos do comportamento de polímeros em escalas manométricas vem se mostrando promissora por suas diferentes propriedades e aplicações quando se encontram em tal escala ¹ (*ALHARBI et al, 2004*). Nessa vertente, as fibras *core-shell* (núcleo-casca) vem demonstrando grande potencial principalmente no ramo medicinal, sendo que são capazes de prover uma liberação controlada do material core presente no centro da estrutura com a devida escolha do material shell, possibilitando por exemplo uma liberação controlada de fármacos (*ABDULLAH et al,* 2019). A estrutura de fibras core-shell consiste em duas fases de fibra, a primeira delas denominada de "shell", que envolve a segunda fase denominada "core".

Materiais e métodos

Preparo das soluções de PVDF, PVA e PLA



30º Encontro Anual de Iniciação Científica)º Encontro Anual de Iniciação Científica Júnior



Seguindo a metodologia proposta por *Alharbi et al.* a solução de PVA é dissolvida em água destilada e etanol em proporção 9:1 e aquecida a 74°C durante 1 hora. Para a solução viscosa utilizou-se a concentração de 10 wt% e esta foi deixada em repouso até atingir temperatura ambiente. Em seguida 3 gotas de f Triton X-100 a fim de reduzir as ligações OH e a solução foi mantida em agitação por mais 15 minutos. Para a solução de PLA, utilizou-se uma concentração de 8 wt% e adicionou-se clorofórmio e dimetilformamida em uma proporção de 8:2 e mantido em agitação por 5 horas em temperatura ambiente. A solução de PVDF foi preparada na concentração de 12,5 wt% de polímero dissolvido em uma mistura de solventes acetona/DMF 80/20, com agitação por 15h.

Eletrofiação utilizando agulhas concêntricas

As soluções de PVDF, PVA e PLA preparadas foram eletrofiadas utilizando agulhas concêntricas, variando os parâmetros do processo, sendo eles a distância entre a agulha e o coletor, a voltagem e a vazão da solução. Os polímeros foram intercalados quanto à posição *core* ou *shell* e diversas combinações foram testadas. Os polímeros também foram eletrofiados utilizando agulha simples de diâmetro único.

Resultados e Discussão

Foram eletrofiadas 15 amostras, sendo as amostras de 1 a 6 correspondentes aos polímeros eletrofiados em uma agulha simples, e de 7 a 15 as amostras eletrofiadas em agulhas concêntricas, com diferentes distribuições core e shell e diferentes condições (fluxo e voltagem).

Após realizadas todas eletrofiações, obteve-se as seguintes combinações de fibras *core-shell* ilustradas na Tabela 1.

Amostra	7	8-11	12-14	15
Core	PCL	PVDF	PCL	PVA
Shell	PVA	PCL	PVDF	PVDF

Tabela 1 – Combinações de fibras cora-shell.

As amostras de 1 a 7 foram eletrofiadas utilizando apenas PVDF utilizando agulha simples.

As amostras obtidas do processo foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura a fim de avaliar a qualidade das fibras, assim como estudar a variação de diâmetro dado as variações nos parâmetros de eletrofiação.

As micrografias e os resultados da variação de diâmetro para as amostras 8 e 9 (*core* PVDF e *shell* PCL), eletrofiadas respectivamente a 25KV, 13cm de distância agulha-coletor, 0,2ml/h e 25KV, 15cm de distância agulha-coletor, 0,42ml/h estão ilustradas na Figura 1.

(2) CNPq



Figura 1 – Micrografias e histogramas de variação de diâmetro para as fibras *core-shell* de PVDF/PCL.

A Figura 2 apresenta a análise por FTIR-ATR (técnica de análise da superfície da amostra) das fibras PVDF e PCL, ambas em *core* e em *shell*, nas fibras, realizadas nas amostras 8 e 12.



Figura 2 – Análise por FTIR-ATR das amostras 8 e 12, utilizando as fibras de PVDF e PCL.

O polímero policaprolactona (PCL) apresenta algumas bandas caracteristicas. A banda em 2865 e 2949 cm⁻¹ é tipicamente atribuida ao estiramento assimétrico e simétrico dos grupos CH₂, respectivamente. O

ΛΓΛΟΓΛΓΙΛ

@CNPa

30º Encontro Anual de Iniciação Científica º Encontro Anual de Iniciação Científica Júnior



pico intenso observado em 1725 cm^{-1} é característico do estiramento da ligação do grupo carbonila (C=O); o pico em 1300 cm^{-1} é referente ao estiramento da ligação C-O e C-C da cadeia principal; o estiramento assimétrico C-O-C aparece em 1243 cm⁻¹ e a sua deformação aparece em 1168 cm⁻¹ (*ELZEIN et al, 2004*).

O poli(fluoreto de vinilideno) apresenta bandas características dos grupos CH_2 e CF_2 presentes em sua estrutura, tanto na forma cristalina beta como a gama. A banda em 1398 cm⁻¹ é atribuída à deformação fora do plano do grupamento CH_2 , as bandas em 1267 e 1230 cm⁻¹ é atribuída à deformação fora do plano do grupamento CF_2 nas estruturas cristalina beta e gama, respectivamente. A banda em 833 cm⁻¹ pode ser atribuída à vibração do do grupamento CH_2 do tipo rocking, e estiramento assimétrico do grupamento CF_2 , ambas da fase cristalina beta.

Os espectros da amostra eletrofiada que apresenta a estrutura de *shell* com PVDF apresenta as bandas mais próximas ao PVDF puro, e o mesmo ocorre com a amostra com casca PCL, ou seja, espectro mais assemelhado ao PCL puro.

Conclusões

Foi possível produzir fibras core-shell entre os polímeros PCL e PVDF variando-se a posição de cada polímero na estrutura e o diâmetro das fibras, através da variação das condições de eletrofiação. Através da técnica de FTIR-ATR foi possível confirmar a maior presença do polímero na forma de casca na superfície do material, tanto o PCL como o PVDF.

Agradecimentos

Ao programa PIBIC-UEM pela bolsa, e à COMCAP-UEM pelas análises.

Referências

ABDULLAH, Muhammad Faiq *et al.* Core–Shell Fibers: Design, Roles, and Controllable Release Strategies in Tissue Engineering and Drug Delivery. **Mdpi**, Basel, v. 12, n. 11, p. 1-45, 4 dez. 2019. Disponível em: https://www.mdpi.com/2073-4360/11/12/2008#cite. Acesso em: 14 fev. 2022.

ALHARBI, H.F.; Luqman, M.; Khalil, K.A.; Elnakady, Y.A.; Abd-Elkader, O.H.; Rady, A.M.; Alharthi, N.H.; Karim, M.R. Fabrication of core-shell structured nanofibers of poly (lactic acid) and poly (vinyl alcohol) bycoaxial electrospinning for tissue engineering. Eur. Polym. J., 98, 483–491, 2018.

ELZEIN, T; NASSER-EDDINE, M; DELAITE, C; BISTAC, S, DUMAS, P. *FTIR study of polycaprolactone chain organization at interfaces.* Journal of Colloid and Interface Science 273, 381–387, 2004.

