



CONGRESSO BRASILEIRO
DE ENGENHARIA QUÍMICA EM
INICIAÇÃO CIENTÍFICA

21-24 Julho de 2019
Uberlândia/MG



CARACTERIZAÇÃO DE SOLUÇÕES POLIMÉRICAS INCORPORADAS COM ÁCIDO SALICÍLICO PARA OBTENÇÃO DE NANOFIBRAS ELETROFIADAS

R. L. M. SOUZA¹, B. A. ROCHA¹ e J. V. W. SILVEIRA¹

¹ Universidade Federal dos Vales Jequitinhonha e Mucuri, Instituto de Ciência e Tecnologia
Diamantina-MG, Brasil.

E-mail para contato: rluiz.rluiz@hotmail.com

RESUMO - A ampla aplicabilidade de materiais nanopoliméricos fez surgir inúmeros estudos com o intuito de analisar e otimizar suas propriedades e funções. Realizou-se neste estudo a caracterização de soluções poliméricas com ácido salicílico (AS) e a capacidade das mesmas na formação de nanofibras eletrofiadas. A partir de uma solução padrão composta por 15% de acetato de celulose e 85% de uma mistura contendo 90% de acetona e 10% de dimetil sulfóxido, foram incorporadas quantidades distintas de AS, entre 10 e 50% em relação à quantidade de polímero. Para caracterização das soluções utilizaram-se os testes de viscosidade e condutividade elétrica. Em seguida as soluções foram eletrofiadas e as fibras produzidas, submetidas à técnica de microscopia eletrônica de varredura. Os resultados obtidos nos testes de viscosidade e condutividade elétrica, apresentaram comportamento como o esperado. Já no caso da eletrofiação, as soluções contendo 10% e 20% apresentaram as melhores formações de fibras. Uma hipótese para que isso possa ter acontecido é pelo fato da presença, em grandes quantidades, de um material não polimérico, no caso o AS, desfavorecer a formação das nanofibras. Estudos posteriores serão realizados com o intuito de comprovar tais hipóteses.

1. INTRODUÇÃO

A produção de materiais poliméricos em tamanhos nanométricos está sendo atenciosamente estudados e trabalhados em vista das inúmeras propriedades associadas às possíveis novas aplicações. Dentre os materiais mais estudados destacam-se as nanofibras ou nanofios considerados promissores em inúmeras áreas para aplicação (COSTA et al., 2011).

Dentre outros métodos de produção das nanofibras, o método de eletrofiação se destaca efetivamente, isso ocorre devido a simplicidade e versatilidade do processo quando voltado a obtenção e fibras de diâmetro micro e nanométricos. Esse processo possui um arranjo basicamente formado por uma fonte de alta tensão, solução polimérica e um sistema de aterramento (COSTA et al., 2011; DOGNANI, 2016). O processo de formação das nanofibras consiste na ejeção da solução polimérica carregada em uma seringa por meio de uma bomba infusora. O êmbolo ao ser pressionado proporciona a formação de uma gota na ponta da



agulha. A diferença de potencial existente entre a extremidade da agulha e do coletor metálico faz com que a gota formada se alongue obtendo um formato de cone, conhecido como cone de Taylor. Ao aumentar a tensão elétrica a superfície da gota é conduzida ao coletor e moldada em fios extremamente finos (CARMO; MEDEIROS; MEDEIROS, 2000; AMMAR; ZAGROUBA; ROMDHANE, 2010; DOGNANI, 2016).

As soluções poliméricas dependem do tipo de aplicabilidade que terá as fibras a serem produzidas. No caso do presente trabalho, serão utilizadas para aplicação dermatológica, com isso cada componente da solução tem importante função para maior eficácia das fibras. O acetato de celulose foi usado como biopolímero devido ao polímero neutro que ele forma, sua característica de ser matriz para liberação de fármacos e possuir um baixo custo (CERQUEIRA et al., 2009). Os solventes utilizados nos processos de eletrospinning tem papel importante nas características morfológicas das fibras, quando são muito voláteis acabam evaporando rapidamente o que origina um aumento considerável na viscosidade e consequentemente no diâmetro dos fios. Ainda podem influenciar na solubilidade do polímero, tensões superficiais e até mesmo na condutividade elétrica. Dessa forma, foram escolhidos a acetona e dimetilsulfóxido (DMSO) por apresentarem boa eficiência no processo de interesse. O DMSO ainda apresenta ação anti-inflamatória o que o deixa ainda mais interessante para a aplicação de interesse (RAMOS, 2011; SOUZA; ORÉFICE, 2016). O fármaco agregado a solução foi o ácido salicílico (AS), devido seu excelente resultado no combate a acne. O ácido salicílico é um dos mais populares fármacos para esta aplicação devido suas propriedades antimicrobiana e anti-inflamatória, que reduz a produção sebácea, população de bactérias e processos inflamatórios (LIMA; DELAY, 2017). Neste trabalho estudou-se a formação das fibras a partir de soluções com diferentes concentrações de AS, com o objetivo de avaliar a formação das fibras.

2. METODOLOGIA

Para a produção das fibras foram utilizados acetato de celulose ($M_w \sim 30.000$, Sigma-Aldrich, Brasil); ácido salicílico P. A. (Synth, Brasil); acetona (Quimis, Brasil) e dimetilsulfóxido (Quimis, Brasil). O aparato de eletrospinning conta com uma bomba seringa (Harvard Apparatus, EUA) e fonte de alta tensão (Faíscas, Brasil).

2.1. Produção das soluções poliméricas

O procedimento inicial consistiu na produção das soluções poliméricas a serem fiadas para a formação das nanofibras. A solução inicial, denominada solução padrão, é composta por 15% de acetato de celulose e 85% de uma mistura contendo 90% de acetona e 10% de DMSO, os quais foram adicionados em um recipiente e mantidos em agitação no agitador magnético por 24 horas. A partir de tal solução padrão, preparou-se outras cinco soluções adicionado ácido salicílico em porcentagens distintas em relação ao polímero já existente na solução padrão. Tais porcentagens foram distribuídas de forma que a solução 1 contém 10% de ácido salicílico e 90% de acetato de celulose, a solução 2 possui 20% de ácido salicílico e 80% de acetato de celulose, e assim por diante, até que a quinta solução produzida contém 50% de ácido salicílico e 50% de acetato de celulose. Cada uma dessas soluções está armazenada em vidrarias devidamente seladas e etiquetadas.



CONGRESSO BRASILEIRO
DE ENGENHARIA QUÍMICA EM
INICIAÇÃO CIENTÍFICA

21-24 Julho de 2019
Uberlândia/MG



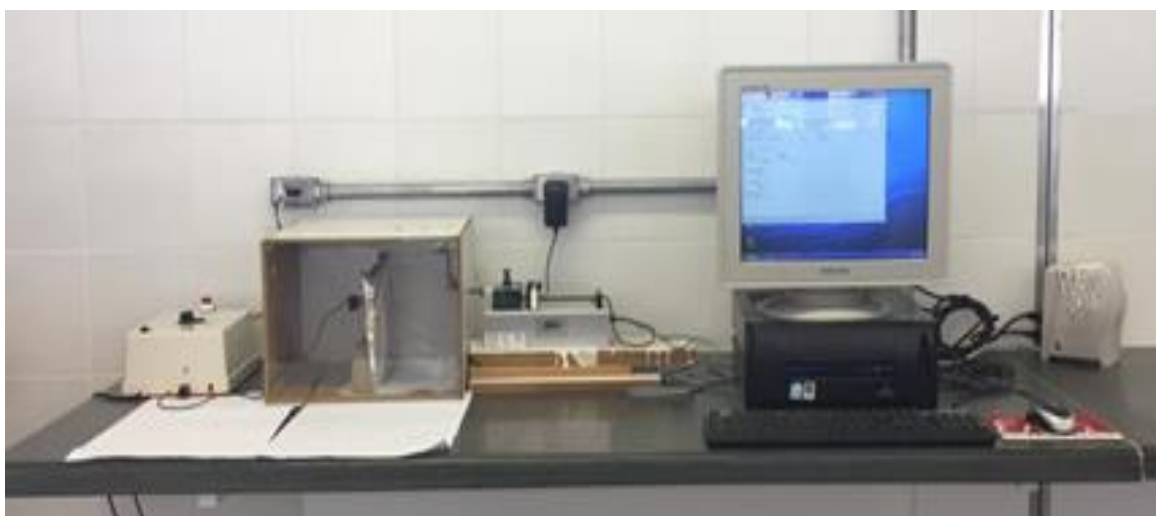
2.2. Teste de viscosidade

Os testes de viscosidade foram realizados com as soluções em temperatura ambiente, por volta de 25 °C. Utilizando o viscosímetro Brookfield DV-III Ultra, cada uma das seis amostras foi colocada em provetas de 10 mL e utilizando o *spindle* 64 do modelo LV. As faixas de rotação consideradas foram aquelas onde os valores de viscosidade estiveram mais estáveis a partir do *spindle* selecionado.

2.3. Produção das nanofibras

Para a produção das nanofibras utilizou-se a técnica eletrofição. Onde o arranjo experimental utilizado é composto por uma fonte de alta tensão com 15 kV, um aparato de metal com 15 cm de diâmetro, coberto de papel laminado para o depósito das fibras, uma agulha de 10 mL e uma bomba infusora ligada a um controle de liberação realizado pelo programa *WinPump*; aparato demonstrado na Figura 1.

Figura 1 – Arranjo experimental utilizado em eletrofição



Cada uma das soluções previamente produzidas foi fiada por aproximadamente 30 minutos, com o intuito de viabilizar a formação de nanofibras com as distintas quantidades de ácido salicílico, 0%, 10%, 20%, 30%, 40% e 50%.

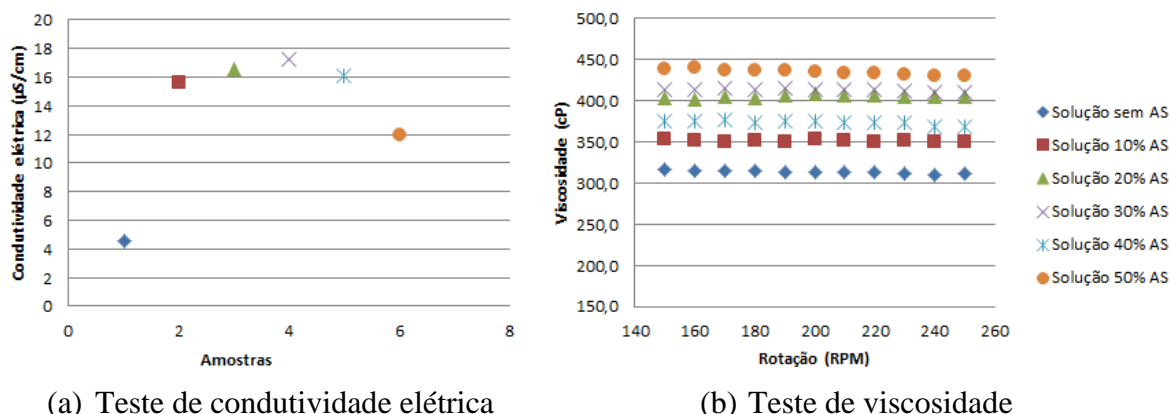
2.4. Microscopia eletrônica de varredura

Os testes de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizados nas amostras fiadas, com o intuito de comprovar a formação ou não formação das fibras nas mesmas. Para a realização deste teste, cortou-se aproximadamente um quadrado com 0,5 cm² de cada amostra fiada e posicionou-se corretamente no aparelho, HITACHI TM3000 *Tabletop Scanning Electron Microscope*. Ao final do procedimento, para cada uma das amostras analisadas, obteve-se imagens microscópicas com ampliações de 500 a 10.000 x.

3. RESULTADOS

A partir das soluções produzidas, os resultados obtidos nos testes de condutividade elétrica e de viscosidade foram expostos em forma de gráfico, conforme a Figura 2.

Figura 2 – Análises de condutividade elétrica e viscosidade realizadas nas soluções.



De acordo com Ramakrishna e Fujihara (2018) é esperado que ao aumentar a quantidade de sólidos na solução, sua massa crescerá e, com isso, a viscosidade também. Os resultados do teste de viscosidade seguem essa lógica, como demonstrado na Figura 2 (B), porém a solução de 40% mostrou um comportamento inesperado. Tal resultado pode estar relacionado a pequenas variações de temperatura que podem ter ocorrido no decorrer dos testes. Já o teste de condutividade, apresentou um comportamento incomum. Ainda de acordo com Ramakrishna e Fujihara (2018) é esperado que ao aumentar a quantidade de íons livres com a adição de ácido, a condutividade da solução se eleve, como ocorreu para as soluções com 10, 20 e 30% de AS. Porém, como é possível verificar na Figura 2 (a), no ponto 4 houve uma mudança de comportamento. As soluções de 40 e 50% apresentaram menor valor de condutividade. Uma das hipóteses levantadas que será investigada é que possivelmente a quantidade de cargas elétricas se tornou muito grande e com isso tornou instável a solução, além de possíveis interações que podem ter ocorrido entre o ácido e solvente ou polímero.

Após o procedimento de eletrofição das soluções, realizou-se o teste de MEV em cada amostra. As Figuras 3 a 8 apresentam o resultado do MEV (para uma ampliação de 5000 x) para a solução padrão, solução com 10%, 20%, 30%, 40% e 50% de AS, respectivamente. Conforme os resultados obtidos no MEV podemos observar que as soluções padrão, 10%, 20% apresentaram as melhores formações de nanofibras, ou seja, fibras bem consolidadas e com um baixo número *beads* (formação de bolhas poliméricas ao longo da fibra), sendo essas com diâmetros na faixa de 150 nm a 827 nm. A solução de 30% apresenta a formação de fibras pouco definidas e *beads* bem estruturados, por isso não se considera essa fibra bem eletrofiada, ainda assim houve a formação da mesma. Para as soluções de 40% e 50% não se verifica a formação de fibras, isso ocorre devido ao fato do processo de eletrofição, não ter ocorrido efetivamente. A presença de materiais não poliméricos em grande quantidade na solução, neste caso, o AS pode ter causado a desestruturação da solução, pois este material não eletrofiável desfavorece a formação da fibra.



CONGRESSO BRASILEIRO
DE ENGENHARIA QUÍMICA EM
INICIAÇÃO CIENTÍFICA

21-24 Julho de 2019
Uberlândia/MG



Figura 3 – MEV solução padrão sem AS

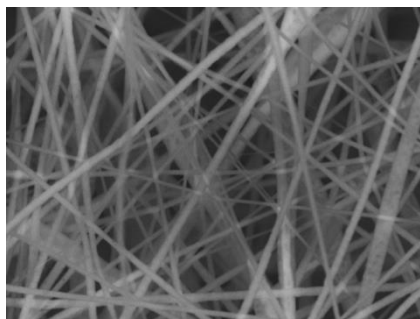


Figura 4 – MEV solução com 10% AS

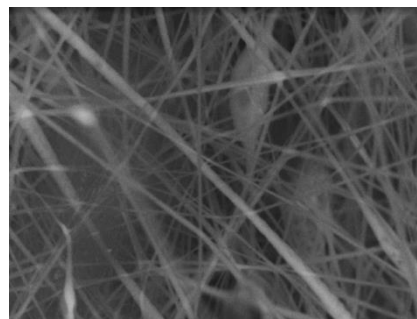


Figura 5 – MEV solução com 20% AS

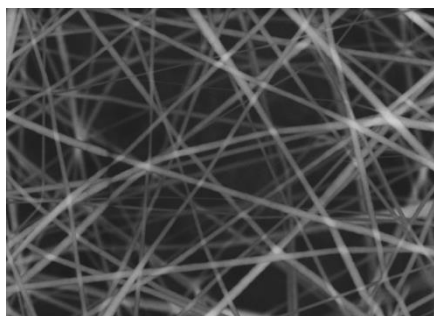


Figura 6 – MEV solução com 30% AS

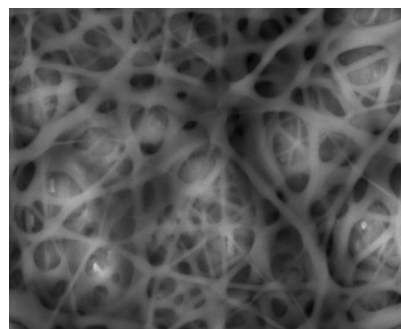


Figura 7 – MEV solução com 40% AS

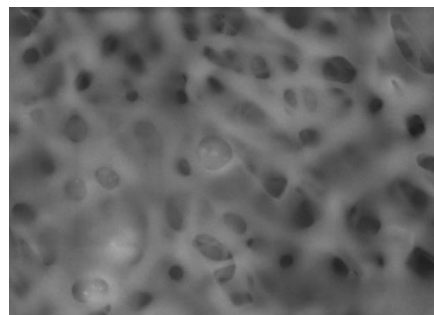
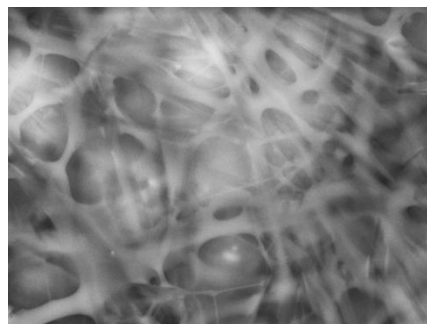


Figura 8 – MEV solução com 50% AS



4. CONCLUSÃO

Pelos testes realizados ficou claro como as características da solução influencia diretamente na formação das fibras. Uma vez que ao adicionar mais um composto com características ácidas e com peso molecular considerável, obteve-se dificuldades na formação das nanofibras. Fica claro que a adição de um novo sólido modificou a viscosidade e condutividade da solução. Ainda é possível perceber que pelo fato do AS não ser um material que forma fibras, quando ele está presente em maior quantidade a formação dos fios não ocorreu. As hipóteses levantadas em torno da condutividade e da possível reação do AS com o solvente e/ou polímero ainda serão investigadas e analisadas futuramente.



Os autores agradecem pelo suporte as agências CNPq e a UFVJM. E ainda, ao LMMA patrocinado pela FAPEMIG (CEX-112-10), SECTES/MG e RQ-MG (FAPEMIG: CEX-RED-00010-14).

5. REFERÊNCIAS

- AMMAR, A. H.; ZAGROUBA, F.; ROMDHANE, M. *Optimization of operating conditions of Tunisian myrtle (Myrtus communis L.) essential oil extraction by a hydrodistillation process using a 24 complete factorial design*. Flavour and Fragrance Journal, v. 25, n. 6, p. 503–507, 2010.
- CARMO, L. A.; MEDEIROS, A.; MEDEIROS, C. F. de. *Distorções Conceituais em Imagens de Livros Textos: O Caso do Experimento de Joule com o Calorímetro de Pás*. n. Vii, p. 13–14, 2000. Disponível em: <http://www.if.ufrgs.br/~lang/Textos/AlexMed/Exp_Joule.pdf>.
- CERQUEIRA, D. A.; FILHO, G. R.; CARVALHO, R. A.; VALENTE, A. J. M. *Caracterização de Acetato de Celulose Obtido a partir do Bagaço de Cana-de-Açúcar por ¹H-RMN*. p. 7, 2009. Disponível em: <http://www.scielo.br/pdf/po/2010ahead/aop_0569.pdf>. Acesso em: 11 dez. 2018.
- COSTA, R.G. F.; OLIVEIRA, J. E. PAULA, G. F.; PAULO, H.; PICCIANE, S.; CAUÊ, R.; MATTOSO, L. H. C. *Eletrofiação de Polímeros em Solução. Parte I: Fundamentação Teórica*. Polímeros: Ciência e Tecnologia, São Carlos, v.22, n. 8, p. 170-177, 2011.
- LIMA, K. M. R.; DELAY, C. E. *Utilização do ácido salicílico no tratamento da acne*. [s.l: s.n.]. Disponível em: <<https://tcconline.utp.br/media/tcc/2017/05/UTILIZACAO-DO-ACIDO-SALICILICO-NO-TRATAMENTO-DA-ACNE.pdf>>. Acesso em: 13 abr. 2019.
- RAMAKRISHNA, S.; FUJIHARA, K. *An Introduction to Electrospinning and Nanofibers*. London: British Library Cataloguing-in-Publication Data, 2005.
- RAMOS, S. L. *Membranas de Policaprolactona Obtidas por Eletrofiação para Utilização em Engenharia Tecidual*. 2011.
- SOUZA, S. O. L. de; ORÉFICE, R. L. *Desenvolvimento e Caracterização de Nanofibras Obtidas pela Técnica de Eletrofiação Coaxial Visando a Liberação de Bevacizumabe para o Tratamento de Degeneração Macular Relacionada a Idade*. 2016. 3 2016. Disponível em: <https://www.bertelsmann-stiftung.de/fileadmin/files/BSt/Publikationen/GrauePublikationen/MT_Globalization_Report_2018.pdf> <http://eprints.lse.ac.uk/43447/1/India_globalisation%20societyandinequalities%20sero%29.pdf> <<https://www.quora.com/What-is-the>>.