

# PREPARAÇÃO DE NANOFIBRAS POLIMÉRICAS POR ELECTROSPINNING

Emanuelli L. Cabral<sup>1\*</sup>, Fernanda J. de Siqueira<sup>1</sup>, Vanusca D. Jahno<sup>1</sup>, Christian Viezzer<sup>2</sup>, Denise C. Machado<sup>2</sup>, Jeane Dullius<sup>1</sup>, Rosane Ligabue<sup>1</sup>, Sandra Einloft<sup>1</sup>, Annelise K. Alves<sup>3</sup>, Carlos P. Bergmann<sup>3</sup>

<sup>1\*</sup> Faculdade de Química, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul – PUCRS, Campus Central, Porto Alegre-RS – emanuelli.cabral@acad.pucrs.br

<sup>2</sup> Instituto de Pesquisas Biomédicas – IBP, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul – PUCRS, Porto Alegre-RS

<sup>3</sup> Escola de Engenharia, Laboratório de Materiais Cerâmicos, Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, Porto Alegre-RS

Uma importante classe de nanomateriais são as nanofibras poliméricas, que foram consideradas para uso como scaffolds para engenharia de tecidos como cartilagens, ossos, vasos sanguíneos arteriais, coração e nervos. Pesquisas sobre os métodos de fabricação continuam a ser um dos tópicos mais importantes, sendo o electrospinning a técnica mais popular e preferida a utilizar. A espessura e morfologia das fibras obtidas por meio de electrospinning a partir de soluções poliméricas dependem de algumas propriedades como tensão superficial, vazão da solução da seringa e distância entre a ponta da agulha e do coletor. Sendo que, este trabalho estuda a diferença entre os parâmetros na produção de nanofibras poliméricas de poliuretano. Contudo, podemos concluir que o processo de electrospinning mostrou-se eficiente para a produção de nanofibras, como também foi possível a verificação das diferenças dos filmes preparados por electrospinning quando alguns parâmetros do processo foram modificados.

**Palavras-chave:** *nanofibras, poliuretano, electrospinning*

## *Preparation of polymeric nanofibers by electrospinning*

Polymeric nanofibers are an important class of nanomaterials, which were considered to be used as scaffolds in tissue engineering such as cartilages, bones, blood vessels, heart and nerves. Researches on the methods of manufacture are still one of the most important topics, in which the electrospinning technique is the most popular and also the one that is preferred to be used. The thickness and morphology of the fibers obtained by electrospinning from polymer solutions depend on some properties such as surface tension, flow rate of the syringe solution and the distance between the needle tip and the collector. This work studies the difference between the parameters in the production of polyurethane polymeric nanofibers. However, it comes to our conclusion that the process of electrospinning was efficient to the production of nanofibers, and it was possible to verify the differences in the films prepared by electrospinning when some parameters of the process were modified.

**Keywords:** *nanofibers, polyurethane, electrospinning*

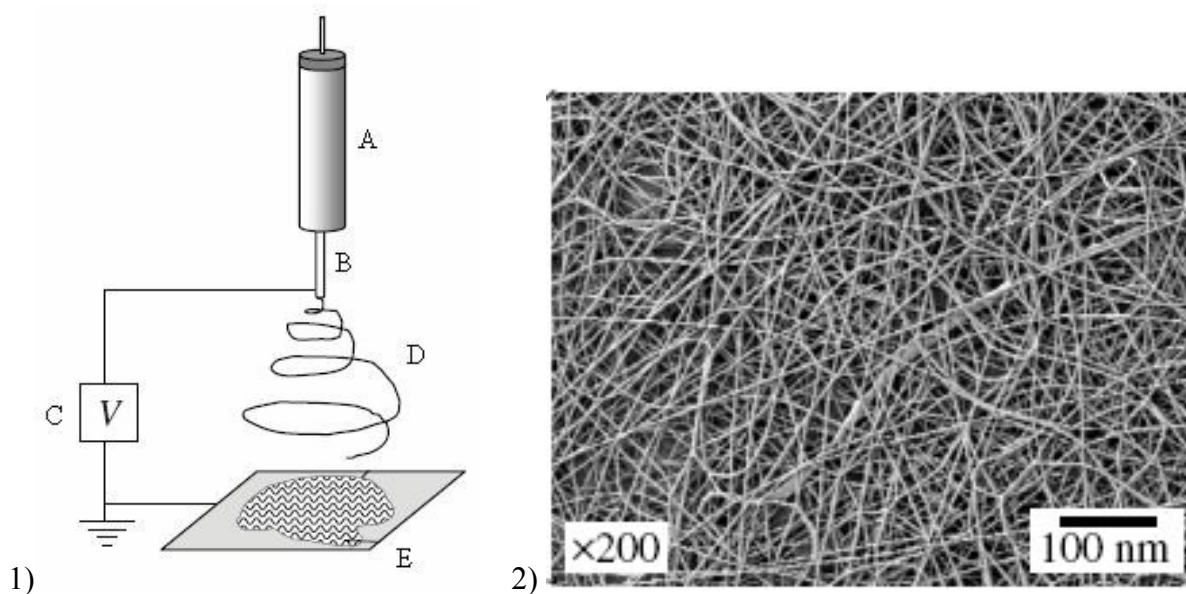
## **Introdução**

Uma importante classe de nanomateriais são as nanofibras poliméricas, que tem atraído cada vez mais atenção nos últimos dez anos. Dentro da conotação das nanotecnologias e materiais nanoestruturados, uma nanofibra geralmente refere-se a uma fibra com um diâmetro inferior a 100 nanômetros.<sup>1,2</sup> A partir dos anos 90, as nanofibras poliméricas vem sendo consideradas para uso como scaffolds para engenharia de tecidos como cartilagens, ossos, vasos sanguíneos arteriais, coração e nervos.<sup>1,3,4,5</sup>

Pesquisas sobre os métodos de fabricação continuam a ser um dos tópicos mais importantes para nanofibras poliméricas, sendo o *electrospinning* a técnica mais popular, por ser mais simples,

rentável e capaz de produzir nanofibras contínuas de diversos materiais a partir de polímeros. Além disso, a técnica de *electrospinning* parece ser o único método que pode ser desenvolvido em larga escala de produção de nanofibras contínuas para aplicações industriais.<sup>1,6</sup> É uma técnica adequada para a produção de fibras de diâmetro reduzido, sendo desenvolvida na primeira metade do século 20,<sup>3</sup> primeiramente observada por Rayleigh em 1897, estudada em detalhe por Zeleny em 1914, e patenteada pela Formhals em 1934.<sup>7</sup> Em particular, o trabalho de Taylor e outros, em injetores eletricamente impulsionados lançaram as bases para a técnica de *electrospinning* de fibras poliméricas.<sup>1,6</sup>

O *electrospinning* consiste na aplicação de uma alta voltagem entre um capilar metálico (agulha), conectada a uma seringa, que contém a solução polimérica e um coletor eletricamente aterrado. Quando o campo elétrico supera a tensão superficial da solução, esta forma um jato polimérico, que se torna mais fino em consequência da evaporação do solvente, ocorrendo a formação das fibras, como mostra a Figura 1. Sob a influência do campo elétrico, forma-se uma gota de solução na ponta do capilar em uma forma cônica, chamada o cone Taylor.<sup>3</sup>



**Figura 1** – 1) Diagrama esquemático do processo de eletrospinning. Solução polimérica em uma seringa (A) com uma agulha metálica (B) que é alimentada com alta tensão (C) produzindo um jato fino de solução polimérica (D). O solvente evapora no caminho, resultando em fibras finas que são sobrepostas sobre uma placa (E). 2) Imagem de nanofibras obtida via *electrospinning*.<sup>8</sup>

A espessura e morfologia das fibras obtidas por meio de *electrospinning* a partir de soluções poliméricas dependem das propriedades físico-químicas destas soluções, tais como viscosidade, tensão superficial, bem como a vazão da solução, potencial dielétrico e distância entre a ponta da agulha e do coletor.<sup>5,7,8</sup> A concentração das soluções em grande parte influencia a morfologia das fibras obtidas.<sup>3,5</sup> As variáveis dos materiais na solução podem também se relacionar com a natureza

dos componentes utilizados, incluindo a composição química do polímero(s) e solvente(s), o correspondente peso molar (MW) e distribuição do peso molar (MWD).

A vantagem em utilizar o *electrospinning* na Engenharia de Tecidos é devida a vários aspectos. Primeiro, uma alta área superficial e uma alta porosidade podem ser alcançadas para uma melhor incorporação e perfusão celular. Em segundo lugar, o processo permite o controle de estrutura, em nano-, micro- e macro-escalas de tecido. Em terceiro lugar, o processo de *electrospinning* é versátil, pois oferece a possibilidade de incorporar vários polímeros e ingredientes bioativos, podendo ser utilizada para melhorar as propriedades mecânicas dos materiais obtidos.<sup>4,5</sup>

É importante notar que a técnica de *electrospinning* é um processo físico. Portanto, a maioria das soluções poliméricas podem ser eletrofiadas em nanofibras, desde que o polímero tenha  $M_w$  suficientemente elevado e o solvente possa ser evaporado durante o trajeto do jato ao longo de um período entre a distância da seringa e do coletor.<sup>6</sup>

A possibilidade de produzir nanofibras com uma grande área superficial torna a técnica do *electrospinning* ideal para aplicações que exigem a semeadura de células. Além disso, a arquitetura das nanofibras é semelhante ao encontrado na maioria das matrizes extracelulares, assim, reforça a aplicabilidade destes *scaffolds*.<sup>3</sup>

Este trabalho se insere neste contexto, pois estuda a variação de parâmetros tais como a quantidade de solvente (concentração da solução polimérica), a tensão aplicada e a distância até o coletor, na produção de nanofibras poliméricas de poliuretano bioabsorvível.

## Experimental

A produção das nanofibras foi realizada em parceria com o Laboratório de Materiais Cerâmicos (LACER) da Escola de Engenharia da UFRGS. A solução polimérica foi preparada no Laboratório de Organometálicos e Resinas (LOR) da Faculdade de Química da PUCRS.

A solução de poliuretano ( $M_n=59216\text{Da}$ ) em etanol e água foi preparada com uma concentração de 7% p/p. A quantidade de etanol e água foi variada em 90% etanol e 10% água, e em 95% etanol e 5% água. A solução polimérica foi colocada em uma seringa de 5 mL com uma agulha de 22 Gauge. A seringa foi adaptada a uma bomba de infusão de seringa que controla a taxa de fluxo da solução polimérica. Tensões de 12 e 15 kV foram aplicadas sobre a agulha através de uma fonte de alta tensão, e um jato da solução foi projetado e depositado sobre uma folha de alumínio em um coletor rotatório (90 rpm).

**Tabela 1** – Parâmetros utilizados para fabricação de nanofibras de poliuretano por electrospinning a temperatura e pressão ambiente utilizando 90% etanol e 10% água.

<b>Teste</b>	<b>Concentração da solução (%)</b>	<b>Voltagem (kV)</b>	<b>Distância do coletor e a seringa (cm)</b>	<b>Vazão (mL/h)</b>	<b>Intensidade Elétrica (kV/cm)</b>
1	7	12	15	2	0,8
2	7	12	12	1	1,0
3	7	15	15	2	1,0

**Tabela 2** – Parâmetros utilizados para fabricação de nanofibras de poliuretano por electrospinning a temperatura e pressão ambiente utilizando 95% etanol e 5% água.

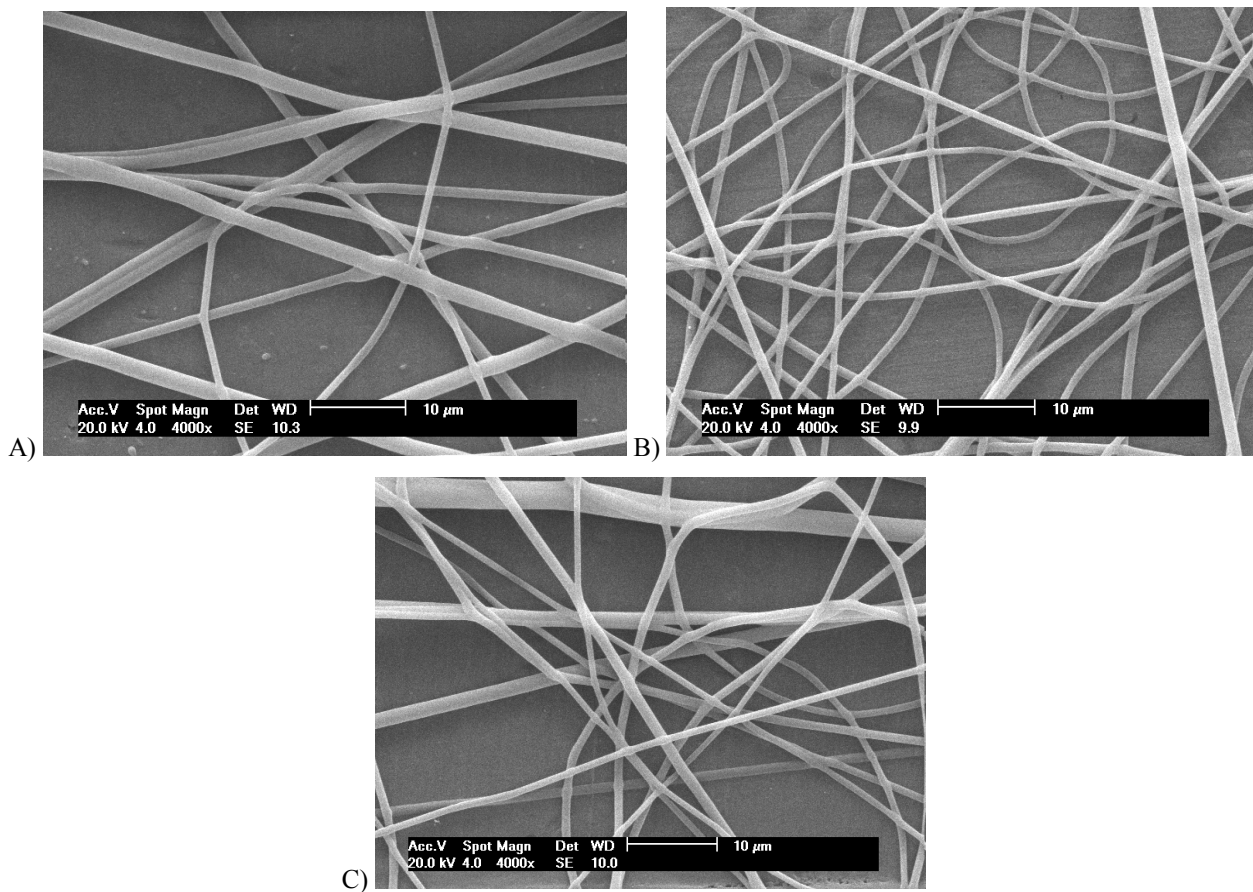
<b>Teste</b>	<b>Concentração da solução (%)</b>	<b>Voltagem (kV)</b>	<b>Distância do coletor e a seringa (cm)</b>	<b>Vazão (mL/h)</b>	<b>Intensidade Elétrica (kV/cm)</b>
1	7	12	15	2	0,8
2	7	12	12	1	1,0
3	7	15	15	2	1,0

Os filmes de nanofibras foram preparados a partir da solução de PU e foram armazenados em dessecador. As micrografias foram obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) a 20,0 kV, usando um equipamento Phillips modelo XL 30, pertencente ao Centro de Microscopia e Microanálises (CEMM) da PUCRS.

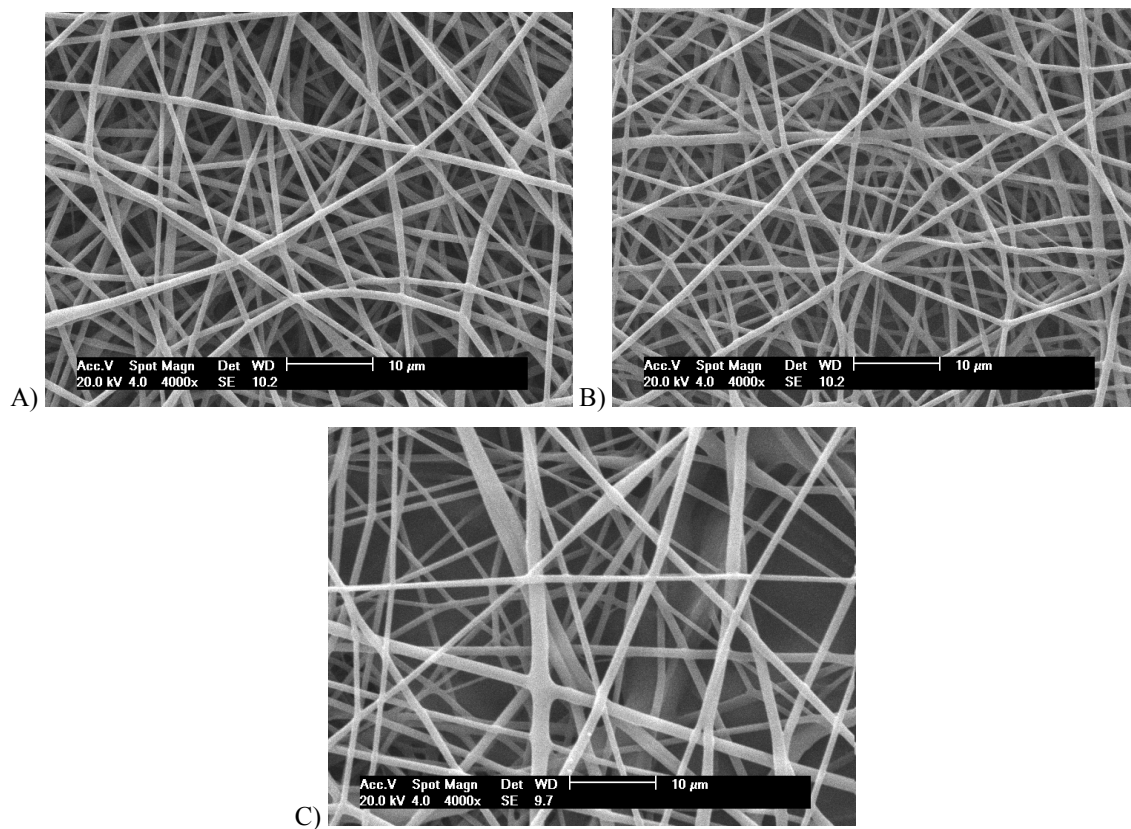
## **Resultados e Discussão**

Através do MEV foram obtidas as micrografias dos testes descritos nas Tabelas 1 e 2. Onde uma das variáveis observadas foi a proporção entre os solventes para fabricação das nanofibras. Foi possível verificar pelo MEV essa diferença de proporções em relação à quantidade de água e etanol.

As figuras 2 e 3 apresentam as micrografias das nanofibras produzidas a partir dos testes descritos na tabelas 1 e 2, respectivamente.



**Figura 2** – Micrografias do filme de nanofibras de PU da Tabela 1. A) Teste 1, B) Teste 2 e C) Teste 3.



**Figura 3** – Micrografias do filme de nanofibras de PU da Tabela 2. A) Teste 1, B) Teste 2 e C) Teste 3.

Em relação as nanofibras da Figura 2, comparando-se os parâmetros nos testes 2 (vazão = 1 mL/h) e 3 (vazão = 2 mL/h), que possuem mesma intensidade elétrica (1,0 kV/cm), verifica-se que quando aumenta a vazão, ocorre um leve aumento na espessura das fibras. E quando se possui uma intensidade elétrica maior, as fibras diminuem e não tem uma seqüência.<sup>5</sup> Como também é observado para as nanofibras da Figura 3, testes 2 (vazão = 1 mL/h) e 3 (vazão = 2 mL/h), que possuem mesma intensidade elétrica (1,0 kV/cm).

Também pode-se observar que uma menor intensidade elétrica (0,8 kV/cm) gera uma menor quantidade de fibras (figuras 2A e 3A) quando comparadas a aquelas produzidas com uma intensidade elétrica maior (1,0 kV/cm, figuras 2C e 3C). Também com uma menor distância entre o coletor e a seringa (12 cm), observado nas Figuras 2B e 3B em relação a distância (15 cm) das outras figuras, geram uma maior quantidade de fibras. Com menos água foi obtida muito mais fibras e mais ordenadas (Figura 3).<sup>3</sup>

## Conclusões

A partir dos resultados preliminares deste trabalho observou-se que o processo de *electrospinning* mostrou-se eficiente para a produção de nanofibras, como também foi possível a verificação das diferenças dos filmes preparados por *electrospinning* quando alguns parâmetros do processo são modificados.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao Laboratório de Organometálicos e Resinas – LOR da PUCRS, ao Instituto de Pesquisas Biomédicas – IBP da PUCRS, ao Laboratório de Materiais Cerâmicos - LACER da UFRGS e ao CNPq pelo apoio financeiro.

## Referências Bibliográficas

1. Y. Zhang et al. *Journal of Materials science: Materials in Medicine*. 2005, 16, 933.
2. L.M. Guerrini; M.C. Brancifort; R.E. Bretãs. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*. 2006, 16, 286.
3. L. Butaffoco et al. *Biomaterials*. 2006, 27, 724.
4. X. Zong et al. *Biomaterials*. 2005, 26, 5330.
5. V. Beachley; X. Wen. *Materials Science and Engineering*. 2009, 29, 663.
6. C. Burger; B.S. Hsiao; B. Chu. *Annu. Rev. Mater. Res.* 2006, 36, 333.
7. S. Baker et al. *Biomaterials*. 2006, 27, 3136.
8. C. Vaquette et al. *Mendeleev Communications*. 2008, 18, 38.