# FACULDADE DE TECNOLOGIA DE SÃO PAULO

# DEPARTAMENTO DE ENSINO GERAL CURSO DE TECNOLOGIA EM MATERIAIS

Beatriz Santos Assunção

Estudo da produção de nano e micro fibras por eletrofiação a partir de soluções de Polivinilpirrolidona (PVP) e Aloe Vera

São Paulo - SP 2021

# FACULDADE DE TECNOLOGIA DE SÃO PAULO

# DEPARTAMENTO DE ENSINO GERAL CURSO DE TECNOLOGIA EM MATERIAIS

# Beatriz Santos Assunção

# Estudo da produção de nano e micro fibras por eletrofiação a partir de soluções de Polivinilpirrolidona (PVP) e Aloe Vera

Trabalho de conclusão de curso apresentado como requisito para obtenção do título de Tecnóloga em Materiais com ênfase em materiais cerâmicos pela Faculdade de Tecnologia de São Paulo sob a orientação da Profa Dra. Ana Neilde Rodrigues da Silva.

São Paulo - SP 2021

## Beatriz Santos Assunção

# Estudo da produção de nano e micro fibras por eletrofiação a partir de soluções de Polivinilpirrolidona (PVP) e *Aloe Vera*

Trabalho de conclusão de curso apresentado como requisito para obtenção do título de Tecnóloga em Materiais com ênfase em materiais cerâmicos pela Faculdade de Tecnologia de São Paulo.

Aprovado em:

Danica Examinadora.
Prof <sup>a</sup> Dra. Ana Neilde Rodrigues da Silva
Prof <sup>o</sup> Dr. Davinson Mariano da Silva
Prof <sup>a</sup> Dra. Maria Lúcia Pereira da Silva

Banca Examinadora:

## Agradecimentos

Agradeço aos meus pais, Adriana Santos das Virgens e Israel Rodrigues Assunção, por sempre me apoiarem em cada decisão feita e por serem minhas inspirações de vida.

À orientadora e amiga Dra. Ana Neilde Rodrigues da Silva, pela orientação, confiança, por tanto aprendizado e me inspirar a ir além do que achei que fosse capaz.

Às minhas colegas do curso de Tecnologia em Materiais, Bruna Takano, Carina Pinaço, Karina Cristina, Isabela Yang e Vitória Macêdo por passarem por esta experiência junto comigo.

Ao meu melhor amigo, Gabriel, por me ajudar em tantos momentos de necessidade.

Aos funcionários da FATEC-SP e seus laboratórios, por permitir que o projeto fosse realizado da melhor forma possível.

Ao laboratório de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas e Petróleo da Escola Politécnica da USP pelas análises de microscopia eletrônica de varredura e pela ajuda do aluno José Augusto por facilitar a análise.

Ao Laboratório de Microeletrônica, LME do departamento de Engenharia de Sistemas Eletrônicos da Escola Politécnica da USP pelas análises de Espectroscopia RAMAN.

#### Resumo

Nano e micro fibras vêm sendo estudadas na área de nanotecnologia e biomateriais por conta de sua versatilidade de aplicações, como em farmácia, onde estuda-se liberação de fármacos controlados e na área de ecologia, onde filtros para gases poluentes são fabricados. Este trabalho teve como objetivo principal a produção e caracterização de nano e micro fibras do polímero Polivinilpirrolidona (PVP) com aloe vera. A aloe vera é muito utilizada em cosméticos e possui propriedades cicatrizantes. As fibras serão obtidas a partir do processo de eletrofiação de soluções preparadas com diferentes concentrações de solventes, sendo eles: áqua, etanol e isopropanol, visando determinar qual é a melhor composição de solvente para a produção das fibras. Preparou-se sete soluções alternando as concentrações dos solventes, mas com as quantidades fixas de soluto em 1,8g de PVP e 0,1g de aloe vera. A eletrofiação foi feita usando uma fonte de alta tensão a 12 kV, tendo como reator uma seringa com uma agulha hipodérmica fixada a 15º de inclinação e distante 15 cm da placa coletora. As fibras foram recolhidas sobre lâminas de silício monocristalino para futuras análises. Foram realizadas análises de viscosidade, espectroscopia Raman e microscopia eletrônica de varredura para analisar as interações entre os componentes da solução e caracterizar as fibras formadas. Com as análises Raman foi possível identificar que houve interações fortes entre os solventes e solutos. Nas soluções que contém água, a aloe vera interage menos com o PVP e a solução se torna menos viscosa. Por conta da viscosidade influenciar no processo de eletrofiação e nas fibras obtidas, é importante que seja mediana a alta, pois indica que houve interação entre soluto-solvente e solutosoluto. Sendo assim, a melhor composição de solvente é a que contém apenas álcool, etanol ou isopropanol que favorecem uma interação maior entre polímero, solvente e aloe vera.

Palavras-chave: Nanofibras; Microfibras; Eletrofiação; Aloe vera, polivinilpirrolidona.

#### **Abstract**

Nano and micro fibers are being studied in the area of nanotechnology and biomaterials due to their versatility of applications, such as in pharmacy, where controlled drug release is studied, and in the area of ecology, where filters for polluting gases are manufactured. The main objective of this work was the production and characterization of nano and micro fibers of Polyvinylpyrrolidone (PVP) with aloe vera, which is widely used in cosmetics and has healing properties. The fibers was obtained from the electrospinning process using polymeric solutions with different kind of solvents, such as: water, ethanol and isopropanol, with the purpose to define the best solvent composition for the production of fibers. Seven solutions were prepared alternating the solvents, but with the same amounts of solutes of 1.8g of PVP and 0.1g of Aloe Vera. Electrospinning was performed using a high voltage source at 12 kV, the reactor was a syringe with a hypodermic needle with a fixed inclination of 15° and 15 cm separated from the collecting plate. The fibers were deposited on monocrystalline silicon wafers for future analysis. Viscosity analysis, Raman spectroscopy and scanning electron microscopy were performed to analyze the interactions between the solution components and characterize how fibers were formed. With the Raman analysis, it was possible to identify that there were strong interactions between solvents, solutes and aloe vera and it strongly influences the interaction between them. The aloe vera interacts less with the PVP and the solution becomes less viscous. Because the solution viscosity influences the electrospinning process and the fibers characteristics, it is important that it be medium to high, which was indicated by the interaction between solute-solvent and solute-solute. Therefore, the best solvent composition is the one that contains only alcohol, as there needs to be a greater interaction between the components, which was seen in alcoholic solutions.

Keywords: Nanofibers; Microfibers; Electrospinning; Aloe Vera.

# Lista de Ilustrações

Figura 1: Desenho esquemático de um sistema de eletrofiação. [3]	13
Figura 2: Estrutura química do polivinilpirrolidona. [5]	14
Figura 3: A planta babosa. [6]	15
Figura 4: Estrutura molecular da aloína. [7]	15
Figura 5: Arranjo experimental para a eletrofiação.	19
Figura 6: Viscosímetro BROOKFIELD DV-II+Pro. [10]	20
Figura 7: Espectrômetro RAMAN. [13]	22
Figura 8: Representação esquemática do MEV. [14]	22
Figura 9: Espectro RAMAN dos filmes.	26
Figura 10: Espectro Raman das fibras.	27
Figura 11: Fórmula estrutural da aloína. [7]	29
Figura 12: Estrutura do PVP. [5]	29
Figura 13: Banner apresentado no 22º SICT da FATEC-SP	46
Figura 14: Banner apresentado no 28º SIICUSP	47

# Lista de tabelas

Tabela 1: Relação de solutos e solventes em porcentagem.	. 17
Tabela 2: Relação de solutos e solventes em gramas para solutos e em mL para	
solventes.	. 18
Tabela 3: Viscosidade das soluções preparadas com diferentes solventes e mistura	de
solventes.	. 24
Tabela 4: Dados dos solventes utilizados.	. 30
Tabela 5: Imagens Raman das fibras.	. 33
Tabela 6: Imagens de microscopia eletrônica de varredura das soluções	. 36
Tabela 7: Diâmetro e viscosidade das fibras e soluções.	. 38
Tabela 8: Comparação entre os valores de viscosidade medidos para as soluções tê	èm
água como solvente	. 39
Tabela 9: Comparação entre os valores de viscosidade medidos para as soluções tê	èm
etanol como solvente	. 39
Tabela 10: Comparação entre os valores de viscosidade medidos para as soluções	têm
IPA como solvente	. 40

# Sumário

1		Obj	jetivos10						
2		Intr	odu	odução Teórica11					
	2.	1	Nar	nofibras Poliméricas	12				
	2.2	2	Ор	processo de eletrofiação ( <i>electrospinning</i> )	12				
	2.3	3	Ор	oolímero: Polivinilpirrolidona	14				
	2.4	4	A A	loe Vera	15				
	2.	5	Nar	nofibras adicionadas de Aloe Vera	16				
3		Pro	ced	imentos Experimentais	17				
	3.	1	Pre	paro das soluções	17				
	3.2	2	Мо	ntagem do arranjo experimental	18				
	3.3	3	Téc	cnicas de análise	19				
		3.3	.1	Análise de Viscosidade	20				
		3.3	.2	Espectroscopia RAMAN	21				
		3.3	.3	Microscópio eletrônico de varredura (MEV)	22				
4		Res	sulta	ados	24				
	4.	1	Med	didas de viscosidade	24				
	4.2	2	Med	didas de Espectroscopia RAMAN	25				
	4.3	3	Med	didas do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)	33				
5		Coı	nclu	são	41				
6		Ref	ferêr	ncias Bibliográficas	42				
7		Anândica 46							

#### 1 Objetivos

Esse trabalho tem como objetivo principal preparar, caracterizar e determinar a melhor composição de soluções de polivinilpirrolidona (PVP), preparadas com diferentes misturas de solvente e adicionadas com aloe vera, para obter nanofibras pelo método de eletrofiação.

Os objetivos específicos deste trabalho são:

- Determinar a viscosidade da solução em função da concentração de polímero e da mistura de solvente.
- Determinar a mistura de solvente mais adequada.
- Relacionar as propriedades das soluções obtidas com o solvente.
- Caracterizar e relacionar a morfologia das fibras com a composição da solução.

#### 2 Introdução Teórica

As micro e nanofibras poliméricas vêm sendo objeto de estudo nas últimas décadas devido principalmente a sua versatilidade. Nanofibras poliméricas podem ser obtidas usando diferentes técnicas desde que a solução precursora tenha viscosidade adequada. Dentre as técnicas disponíveis, a eletrofiação vem sendo muito usada pois é uma técnica relativamente simples e econômica de produzir fibras em escala nanométrica. Além disso, dependendo do polímero usado na preparação da solução precursora podem ser consideradas como biomateriais, oferecendo assim, aplicações em diferentes áreas como por exemplo: em engenharia tecidual e também na liberação controlada de fármacos, podendo ser consideradas o futuro dos medicamentos. Neste capítulo será dada uma explicação sobre as nanofibras de forma didática para a compreensão da importância deste estudo.

#### 2.1 Nanofibras Poliméricas

As nanofibras são consideradas uma importante classe dos nanomateriais. Quando produzidas a partir de polímeros biocompatíveis, podem ser consideradas um biomaterial, sendo utilizado em pesquisas na área de engenharia de tecidos para a criação de cartilagens, vasos sanguíneos arteriais, corações e nervos. E também em outras áreas, como a química: é possível produzir filtros para gases ou líquidos [1] e também para a imobilização de enzimas.

São consideradas nanofibras as que possuem diâmetro menor que 100 nm. Acima deste valor, são microfibras. Existem vários métodos de obtenção de fibras em escala nanométrica, dois deles são:

- Deposição química a vapor, ou CVD (chemical vapour deposition) é um processo químico que utiliza uma câmara de gás reativo de alta pureza para sintetizar materiais sólidos de alto desempenho, tais como componentes eletrônicos e nanofibras.
- A eletrofiação (electrospinning) é o processo mais utilizado devido a simplicidade da montagem do arranjo e baixo custo quando comparado às outras técnicas. Na eletrofiação uma solução do polímero dissolvido em um solvente compatível é acondicionada em um recipiente com um capilar onde uma tensão elétrica na ordem de kV é aplicada, gerando uma diferença de potencial com a superfície aterrada onde as fibras serão coletadas.

## 2.2 O processo de eletrofiação (electrospinning)

A técnica de *electrospinning*, ou eletrofiação, não é recente, datando de 1897 onde foi pela primeira vez observada pelo físico John William Strutt, mas estudada posteriormente por vários de cientistas interessados nas forças eletrostáticas [2]. É um processo simples e econômico, sendo facilmente reprodutível em pesquisas desenvolvidas nas áreas acadêmicas.

O processo de eletrofiação se baseia no uso de três pilares: fonte de alta tensão, seringa com capilar e um coletor aterrado, normalmente uma placa metálica.

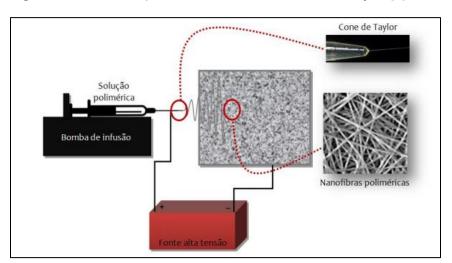


Figura 1: Desenho esquemático de um sistema de eletrofiação. [3]

A fonte de alta tensão é conectada à agulha pelo polo positivo e o coletor metálico pelo polo negativo. Assim, formando cargas de polaridades diferentes em cada extremo. Na seringa, tem-se uma solução polimérica reagindo ao campo elétrico e as gotas formadas são deformadas para o chamado "cone de Taylor", que nada mais é do que o limite teórico de um cone perfeito do ângulo previsto ou à porção aproximadamente cônica de um jato após o início do processo de eletrofiação. [4]

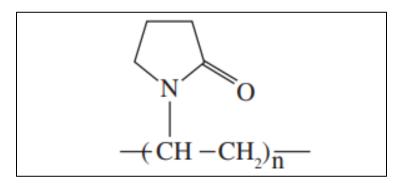
Quando o campo elétrico atinge um valor crítico, este variando de acordo com a composição das soluções poliméricas, ele é capaz de quebrar a tensão superficial do fluido e fazer com que ele seja atraído em direção ao coletor. Durante esse processo o solvente se evapora e o que é obtido são as nanofibras.

Para o processo ser eficiente e apresentar resultados previstos teoricamente, deve-se controlar os seguintes parâmetros: a concentração da solução, o peso molecular dos polímeros, a viscosidade do fluido, a tensão superficial e a condutividade. Cada um desses parâmetros interfere diretamente nos resultados, como por exemplo a viscosidade, que quanto maior mais homogêneas serão as fibras formadas.

## 2.3 O polímero: Polivinilpirrolidona

O polivinilpirrolidona (PVP), ou poli[1-(2-oxo-1-pirrolidina)] etileno, é um polímero de fórmula molecular (C<sub>0</sub>H<sub>0</sub>NO)n, não iônico, linear e com alta polaridade. É solúvel em água e álcool. É utilizado como agente formador de filmes e fixador para cabelos, para aplicação em géis e também age como estabilizante de emulsões em cremes e loções. É formado pelo monômero vinilpirrolidona. Sua estrutura é mostrada na figura 2:

Figura 2: Estrutura química do polivinilpirrolidona. [5]



Dependendo do processo de polimerização sua massa molar pode variar de 2.500 a 2.500.000 g/mol. À temperatura ambiente é obtido como um pó branco amarelado, higroscópico e com temperatura de fusão entre 110 e 180 °C. Quando diluído em água é capaz de formar filmes finos, criando assim um revestimento em si ou na formação de revestimentos. Também é utilizado na fabricação de colas.

Possui alguns graus de viscosidade: o PVP K-30, K-90 e K-120. Nesta pesquisa, utiliza-se o K-90.

#### 2.4 A Aloe Vera

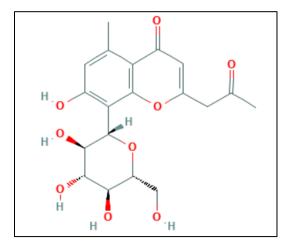
A planta Aloe Vera é conhecida popularmente por babosa, tendo folhas triangulares, grossas, e orladas de espinhos como mostrada na figura 3:





Possui como substância ativa a aloína, extraída do suco das folhas e não do gel, geralmente usado para tratar problemas dermatológicos. A estrutura molecular da aloína é mostrada na figura 4:

Figura 4: Estrutura molecular da aloína. [7]



O primeiro uso desta planta data de 2.100 a.C. e se encontra presente em diversas culturas. A origem do nome provém da palavra arábica *alloeh*, cujo significado é amargo e brilhante.

A Aloe vera (L) Burm. f. pertence à família *Aloaceae* que inclui cerca de 15 gêneros e 800 espécies. É uma planta herbácea que cresce em qualquer tipo de solo, mas é melhor adaptada aos leves e arenosos e não exige muita água. Suas folhas são verdes, grossas, suculentas e medem de 30 a 60 centímetros de comprimento. Suas flores são vistosas, apresentam tonalidade branco-amarelada, em formato tubular. [8]

Devido a seu poder hidratante, a indústria de cosméticos e higiene pessoal faz amplo uso do gel de Aloe Vera em diversos tipos de formulações, como cremes, xampus e sabonetes. Em alguns países é incorporado a cremes de barbear com o objetivo de auxiliar na cicatrização dos cortes [8]. Também já foi utilizada em adição a alimentos e bebidas, entretanto a comercialização de sucos ou outros alimentos contendo aloe vera foi proibida recentemente pela ANVISA [9] devido à falta de evidências científicas que comprovem sua segurança e em virtude de relatos de reações adversas, como cólicas e náuseas.

#### 2.5 Nanofibras adicionadas de Aloe Vera

Como parte do objetivo, aloe vera foi adicionado na composição inicial das soluções as quais serão eletrofiadas. O motivo para tal é a biocompatibilidade do Aloe Vera, desejando assim estudar futuramente como as nano e micro fibras são formadas a partir da interação do PVP com o Aloe Vera e se reagem com o organismo humano.

## 3 Procedimentos Experimentais

O procedimento experimental é constituído de três etapas: o preparo das soluções com o estudo de polímeros e solventes e suas variadas concentrações, a montagem do arranjo experimental e as técnicas de análises utilizadas para os dados obtidos.

#### 3.1 Preparo das soluções

Inicialmente preparou-se 7 soluções, todas contendo 1,8g de PVP e 0,1g de aloe vera. Os solventes utilizados são etanol, isopropanol e água destilada. As concentrações foram definidas a partir da massa total da solução: 10g. A relação de solutos e solventes estão descritas na tabela 1:

Amostra	Solvente	Aloe Vera (%)	PVP (%)	Água (%)	Etanol (%)	IPA (%)
A1	Água	1	18	81	0	0
A2	Etanol	1	18	0	81	0
A3	IPA	1	18	0	0	81
A4	IPA/Água	1	18	32	0	49
A5	IPA/Etanol	1	18	0	32	49
A6	Etanol/Água	1	18	32	49	0
A7	Etanol/IPA	1	18	0	49	32

**Tabela 1**: Relação de solutos e solventes em porcentagem.

Os valores de porcentagem foram determinados a partir de testes para verificação qual combinação de solvente resulta em soluções mais homogêneas. Inicialmente utilizou-se 20% de PVP, mas uma dificuldade de dissolução foi o motivo para que este valor se reduzisse a 18%.

Para analisar quantitativamente, uma tabela com os solventes em mL e os solutos em gramas foi criada a partir dos dados de densidade dos solventes utilizando os dados: ρEtanol: 0,789 g/cm³, ρIPA:0,786 g/cm³ e ρÁgua: 1,000 g/cm³. Estes valores estão representados na tabela 2:

Solvente	Aloe Vera (g)	PVP (g)	Água (ml)	Etanol (ml)	IPA (ml)
Água	0,1	1,8	8,1	0	0
Etanol	0,1	1,8	0	10,3	0
IPA	0,1	1,8	0	0	10,3
IPA/Água	0,1	1,8	3,2	0	6,2
IPA/Etanol	0,1	1,8	0	4,1	6,2
Etanol/Água	0,1	1,8	3,2	6,2	0
Etanol/IPA	0,1	1,8	0	6,2	4,1

Tabela 2: Relação de solutos e solventes em gramas para solutos e em mL para solventes.

A denominação das soluções como IPA/Etanol e Etanol/IPA pode gerar certa confusão, mas foi decidido testar estas duas soluções para verificar se a quantidade de IPA ou de etanol numa solução alcoólica influência nas fibras. Portanto, a solução IPA/Etanol possui 49% de IPA, e a solução de Etanol/IPA possui 49% de etanol. Os valores exatos estão descritos na Tabela 1.

## 3.2 Montagem do arranjo experimental

O arranjo experimental para a eletrofiação foi montado usando uma fonte de alta tensão DC, Gamma High Voltage ES30 (0-30 kV, 5 W). O terminal positivo da fonte foi aplicado em uma agulha hipodérmica 22 G1 (0,80 x 25 mm) presa a uma seringa plástica de 3 ml que funcionou como reator. As fibras foram coletadas sobre uma placa metálica recoberta com papel alumínio conectada ao polo negativo da fonte de alta tensão a 12

kV, sobre a qual um substrato de silício é mantido a uma distância de aproximadamente 15 cm da ponta da agulha.

Na ausência de uma bomba de seringa destinada a manter o fluxo de solução constante durante a eletrofiação, a seringa foi mantida com uma inclinação de aproximadamente 15° em relação ao plano da placa coletora, já o êmbolo foi removido e foi usada uma agulha hipodérmica com diâmetro interno de 0,8 mm. Desta forma, a vazão acontece sob ação da gravidade.

O método utilizado é apresentado na figura 5:

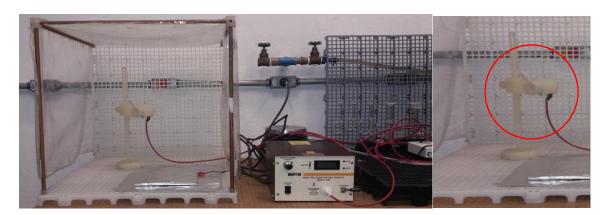


Figura 5: Arranjo experimental para a eletrofiação.

#### 3.3 Técnicas de análise

As técnicas de análise estão divididas em duas partes: análise da solução polimérica de forma a verificar a interação da aloe vera com o polímero e o solvente, e a análise das fibras eletrofiadas. As soluções passaram por uma análise de viscosidade para observar qual solução teve mais interação (maior viscosidade). Enquanto as fibras foram avaliadas por microscopia eletrônica de varredura para verificar a morfologia e o diâmetro, assim podendo-se relacionar com a composição da solução precursora. A espectroscopia Raman foi usada para verificar a interação entre aloe vera, polímero e solvente através das ligações químicas.

#### 3.3.1 Análise de Viscosidade

Viscosidade é a propriedade física que caracteriza a resistência de um fluido ao escoamento. Em outras palavras, é a propriedade associada à resistência que um fluido oferece à deformação por cisalhamento, tipo de tensão gerado por forças aplicadas em sentidos opostos, porém, em direções semelhantes no material analisado. Já em relação às soluções fabricadas, a viscosidade está relacionada com as ligações químicas que se formam entre o polímero, aloe vera e solventes. Variações na viscosidade podem ser atribuídas à interação entre os compostos da solução polimérica. O equipamento que foi usado para realizar esta medida é o viscosímetro, que mede a viscosidade do fluido em uma condição de fluxo.

Em geral, ou o fluido permanece estacionário e um objeto se move dentro dele, ou o objeto é estacionário e o fluido passa por ele. O arrasto causado pelo movimento relativo entre o fluido e a superfície é a medida da viscosidade. Para a realização dessa pesquisa, utilizou-se um viscosímetro de rotação, modelo BROOKFIELD DVII+PRO. Estes equipamentos são constituídos por um elemento rotante de forma cilíndrica ou em disco, inserido em um recipiente cilíndrico contendo o fluido do qual se deseja medir a viscosidade. É exercido um torque no elemento rotante para colocá-lo em movimento. Mede-se então o torque necessário para se chegar a uma determinada velocidade de rotação, e este torque é dependente da viscosidade do fluido. A faixa de medição típica varia de 5 a 400.000 cP.

Figura 6: Viscosímetro BROOKFIELD DV-II+Pro. [10]



A análise da viscosidade oferece uma relação importante para a comparação com resultados anteriores, que afirmam que quanto maior for a viscosidade [11], melhor será a qualidade das fibras formadas, já que quanto maior a viscosidade, maior é a interação entre as espécies. O valor obtido de viscosidade pode ser relacionado a interação entre o polímero e o solvente e no caso desse trabalho, entre o polímero, o solvente e a aloe vera adicionada, permitido inferir se após o processo de eletrofiação se e como a aloe vera estará incorporada à fibra.

## 3.3.2 Espectroscopia RAMAN

Um corpo, quando há radiação incidida sobre, pode ter uma transição entre seus estados de energia, dependendo da região em que a energia da radiação incidente está.

A espectroscopia Raman [12] é uma técnica de espalhamento baseada no Efeito Raman, descoberto e publicado em 1928 pelo físico indiano Chandrasekhara Venkata Raman. O efeito caracteriza-se por uma alteração na frequência de uma pequena fração da radiação incidente quando esta é espalhada por moléculas ou estruturas cristalinas.

De forma simples, o espalhamento ocorre através da interação das moléculas de uma amostra com uma luz monocromática eletromagnética. Nessa interação, os fótons incidentes excitam a molécula que está inicialmente em um nível vibracional do estado eletrônico fundamental para um estado virtual (intermediário), do qual ela se recupera imediatamente (cerca de 10<sup>-10</sup> a 10<sup>-14</sup> s). Como cada substância possui sua própria

maneira de vibrar diante de certas quantidades de radiação, é possível fazer a caracterização de espécies químicas, analisando suas ligações e intereações químicas e até mesmo sua geometria molecular.



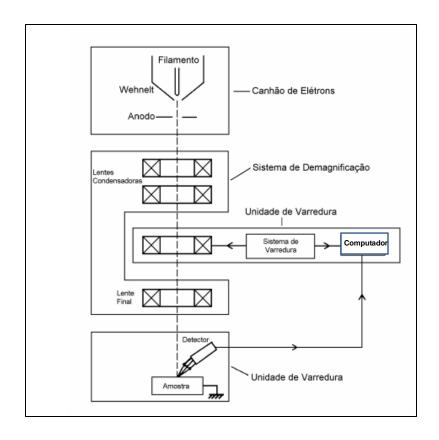
Figura 7: Espectrômetro RAMAN. [13]

#### 3.3.3 Microscópio eletrônico de varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura iniciou-se com o trabalho de M. Knoll em 1935, que descreveu o princípio de funcionamento do MEV.

O MEV consiste em uma coluna óptico-eletrônica, que é um canhão de elétrons e um sistema de magnificação, uma unidade de varredura, de uma câmara de amostras, de um sistema de detectores e de um sistema de visualização da imagem gerada [14]. Esse sistema pode ser observado na figura 8:

Figura 8: Representação esquemática do MEV. [14]



Em 1925, o físico De Broglie [15] constatou a dualidade onda-partícula e, portanto, mostrou que o comprimento de onda de um elétron é a função de sua energia. Sendo assim, essa energia pode ser comunicada a uma nova partícula com carga através de um campo elétrico acelerador. Desta forma, com uma voltagem grande o suficiente, como por exemplo 50 kV, elétrons com comprimento de onda curtos, como 0,005Å e um poder de resolução potencialmente alto como uma fonte de iluminação são capazes de ser produzidos.

O MEV é um aparelho que fornece informações sobre morfologia e identificação de elementos químicos e de materiais em geral. É utilizado em uma variedade de áreas, como por exemplo: biologia, odontologia, farmácia, engenharia, química, metalurgia, física, medicina e geologia.

#### 4 Resultados

#### 4.1 Medidas de viscosidade

Os resultados apresentados na tabela 3 foram obtidos usando o viscosímetro BROOKFIELD RV DV-II + PRO a 26,3°C e com 30 rpm.

Amostra	Solução (%)	Viscosidade (cP)
A1	Água	213
A2	Etanol	913
A3	IPA	1130
A4	49IPA/32Água	505
A5	49IPA/32Etanol	930
A6	49Etanol/32Água	800
A7	49Etanol/32IPA	1582

**Tabela 3**: Viscosidade das soluções preparadas com diferentes solventes e mistura de solventes.

Considerando os valores de viscosidade na Tabela 3 e considerando os resultados obtidos anteriormente pelo grupo [11], quanto maior for a viscosidade, maior será a homogeneidade das fibras formadas. Portanto, baseando-se nesses resultados pode-se supor que a uniformidade das fibras eletrofiadas deve ser em ordem decrescente: Etanol/IPA, IPA, IPA/Etanol, Etanol, Etanol/Água, IPA/Água e Água. Essas afirmações serão confirmadas com as análises de microscopia ótica e eletrônica de varredura.

Tabela medidas viscosidade soluções mostra as de para estudadas. Observa-se que a viscosidade das soluções preparadas com água e misturada com IPA e etanol é relativamente menor em comparação às soluções preparadas com os solventes puros (IPA e etanol). No caso das soluções com IPA, as preparadas com a mistura de água mais álcool, apresentam menor valor de viscosidade em comparação com a solução preparada somente com o IPA. O mesmo acontece com as soluções preparadas com etanol. A solução etanol/água é menos viscosa do que a preparada somente com etanol. Esses resultados evidenciam a interação entre solvente, polímero e aloe vera. A aloe vera é solúvel em água, mas pouco solúvel em álcool. A presença da água na mistura de solventes facilita a dissolução do aloe vera resultando em uma competição entre as moléculas da aloe vera e do polímero pelo solvente reduzindo a viscosidade. Os valores de viscosidade para as misturas de álcoois, que são os maiores valores, acabaram por não serem relativos a uma solução homogênea, pois observando-se macroscopicamente, pode-se observar que há partículas de aloe vera suspensas na solução.

#### 4.2 Medidas de Espectroscopia RAMAN

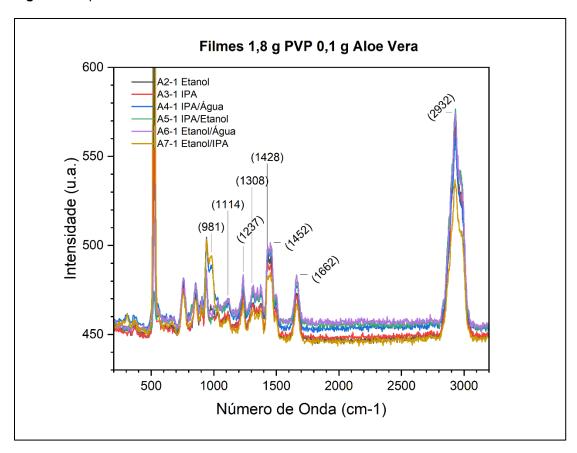
A análise RAMAN foi feita com o objetivo de caracterizar as fibras formadas, visando encontrar as ligações entre solvente-solvente, soluto-soluto e soluto-solvente.

Para caracterizar as soluções e ter parâmetro de comparação sobre a influência do processo de eletrofiação na interação entre polímero, solvente e aloe vera, foi feita a análise Raman de filmes das soluções. A análise foi feita cerca de 1 ano e 4 meses após a obtenção das soluções, devido às dificuldades impostas pela pandemia do coronavírus.

Os filmes foram produzidos espalhando uma pequena gota da solução sobre pedaços de silício monocristalinos e deixados secar ao ar. A solução preparada com água, após esse longo tempo, tornou-se extremamente viscosa e esverdeada, sugerindo proliferação de microorganismos.

O resultado desta análise é ilustrado pela figura 9:

Figura 9: Espectro RAMAN dos filmes.



A análise do espectro de filmes da mistura PVP aloe vera não apresenta variação significativa na posição das bandas, ou mesmo na sua intensidade relativa, ou seja, deve ocorrer pouco estresse na formação do filme. A dificuldade de se observar OH é esperada na análise Raman (já que é mais adequada para espécies apolares). Contudo, a dificuldade de detectar valores próximos a 2880 cm<sup>-1</sup> pode indicar que o anel pirrólico está sem possibilidades de movimentação (impedimento estérico). A exceção parece ser as amostras A5 e A7 (misturas de etanol e IPA), onde há pequena expressão da banda 2880 cm<sup>-1</sup> e a divisão na banda em 2990 cm<sup>-1</sup>.

Uma possível explicação é que, devido à competição entre etanol e IPA pelas regiões polares do polímero e dos componentes polares (polissacarídeos) da aloe vera, o etanol, devido ao menor tamanho e maior polaridade, envolve as espécies mais fortemente, mas, igualmente, possibilita a "acomodação" do anel. A presença da banda em aproximadamente 1660 cm- é consistente com C=O se envolto por radicais OH [16].

Situação semelhante observa-se com a banda de aproximadamente 1450 cm<sup>-1</sup> e a banda de aproximadamente 1230 cm<sup>-1</sup> pode dever-se a estrutura C-O-C dos polissacarídeos da aloe vera. Por outro lado, CH, devido a estrutura vinílica de PVP, ~1370 cm<sup>-1</sup>, não é significativa. Assim, um mecanismo provável para esses resultados é a troca das moléculas de água existentes na aloe vera por moléculas de álcool.

A análise do espectro de fibras (Figura 10), por sua vez, apresenta fluorescência na linha de base, indicando amostra com baixíssima simetria. Assim, as fibras podem possuir um arranjo altamente estressado. Esse estresse nas ligações entre as moléculas do polímero pode ser atribuído à ação do campo elétrico durante a eletrofiação. Sabe-se que para as fibras serem ejetadas as forças de repulsão entre as moléculas deve ser maior do que as forças de atração, resultando na ejeção da fibra em direção a base aterrada [21].

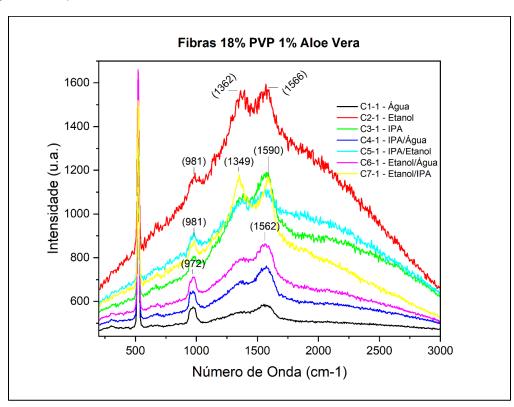


Figura 10: Espectro Raman das fibras.

As duas bandas expressivas, em ~ 1360 e ~ 1560 cm<sup>-1</sup> são pouco resolvidas nas amostras em que o solvente era água ou misturas aquosas e melhor observadas em solventes orgânicos. Enquanto a primeira banda pode dever-se a CH a segunda pode indicar OH ou C=O, da estrutura vinílica do PVP e do radical pirrólico ou da estrutura de polissacarídeo, respectivamente.

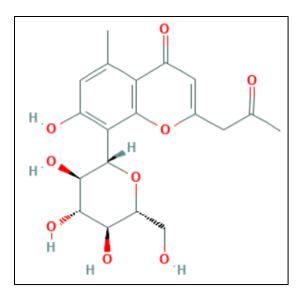
Como não é esperado interação entre a estrutura vinílica e os radicais polares do PVP é mais provável que a banda em ~1560 cm<sup>-1</sup> decorra da aloe vera. Assim, os solventes orgânicos, devido a seu tamanho e região menos polar expressiva, no caso de IPA, permitem que o polímero de PVP, na fibra, tenha áreas com pouca interação com os componentes da aloe vera. Por outro lado, devido à alta polaridade e pequeno tamanho da molécula de água, a interação dos componentes da aloe vera (polissacarídeos) com as regiões polares do PVP pode ser facilitada, e o polímero mantém-se "mais rígido". Esse modelo é consistente com as medidas de viscosidade.

Um possível modelo para os resultados obtidos precisa considerar a composição química da aloe vera, a fórmula estrutural do PVP e as interações entre os solventes - aloe vera - polímero PVP.

A composição química [17] da aloe vera consiste principalmente de água (>98%) e polissacarídeos, incluindo pectina, celulose, hemicelulose, e aloína, este último sendo considerado como o principal grupo funcional da A. vera. A figura 11 mostra a fórmula estrutural da aloína.

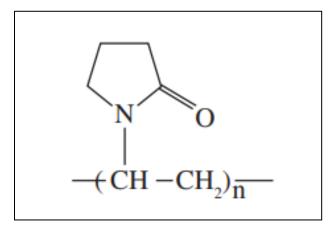
A fórmula estrutural do PVP apresenta cadeia carbônica (vinílica) e radical altamente polar e cíclico, ou seja, com impedimento estérico. A figura 12 mostra a fórmula estrutural do PVP:

Figura 11: Fórmula estrutural da aloína. [7]



Tanto os componentes da aloe vera (polissacarídeos) [18] quanto a carbonila do polímero PVP [16] podem formar pontes de hidrogênio com os solventes testados, em especial a água. A polaridade dos solventes utilizados varia bastante (H<sub>2</sub>O>etanol>isopropanol), apesar de serem todos polares.

Figura 12: Estrutura do PVP. [5]



Na tabela 4, estão resumidas algumas das propriedades físico-químicas dos solventes utilizados.

Solvente	Massa molar (g/mol)	Densidade (g/cm³)	Viscosidade (cP)	Momento Dipolar (D)
Água	18	0,997	1,00	1,85
Etanol	46,06	0,789	1,20	1,69
Isopropanol	60,1	0,803	2,26	1,68

Tabela 4: Dados dos solventes utilizados.

O espectro de IR da aloe vera [18] apresenta bandas características: banda de absorção alargada centrada em 3424 cm<sup>-1</sup> referente ao estiramento do grupo -OH e monômeros de carboidratos, em 2922 cm<sup>-1</sup> aparece a banda de absorção que pode ser atribuída ao estiramento simétrico e assimétrico da ligação -CH e dos grupos -CH<sub>2</sub>. A banda de absorção em 1743 cm<sup>-1</sup> é indicativa da presença dos grupos carbonila, os picos de absorção em 1634 e 1418 cm<sup>-1</sup> são associados com estiramento simétrico e assimétrico do -COO. Em 1256 cm<sup>-1</sup> corresponde ao C-O-C estiramento dos grupos -COCH<sub>3</sub>. A banda em 1075 cm<sup>-1</sup> pode ser devido ao estiramento da cadeia constituinte da pectina. O pico em 870 cm<sup>-1</sup> é devido ao C-H de monômeros de carboidratos.

O espectro para PVP é similar em vários pontos [16]: A banda de absorção em 1644 cm<sup>-1</sup> refere-se à vibração de estiramento do C=O no grupo pirrolidona. Os modos de estiramento do CH podem ser atribuídos a sobreposição de sinais: estiramento assimétrico de CH<sub>2</sub> (cadeia 2983 e anel 2954 cm<sup>-1</sup>) estiramento simétrico do CH<sub>2</sub> (cadeia 2919 e anel 2885 cm<sup>-1</sup>) e o CH ternário (2852 cm<sup>-1</sup>). As bandas em 1423 e 1371 cm<sup>-1</sup> também correspondem aos modos de deformação CH do CH<sub>2</sub> [18].

Para as fibras de PVP tem-se [19] nas fibras eletrofiadas de PVP observa-se vários picos em 1653, 1540, 1457,1419, 1268 e 668 cm- que podem ser atribuídos a

vibração da ligação carbonila (C=O), do carboxílico (O-H), estrutura da lactona, amida 111 (estiramento do  $C\alpha N$ ), (estiramento do O-H) e CH2 respectivamente. [16]

Também foram geradas imagens a partir do espectrômetro raman das fibras, ilustradas na tabela 5:

Amostra	Solvente	
C1	ÁGUA	20 μm
C2	ETANOL	20 µm

C3	IPA	20 µm
C4	IPA/ÁGUA	20 µm
C5	IPA/ETANOL	20 µm

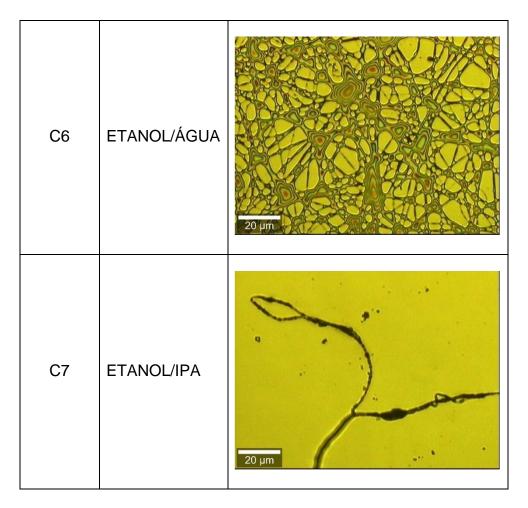


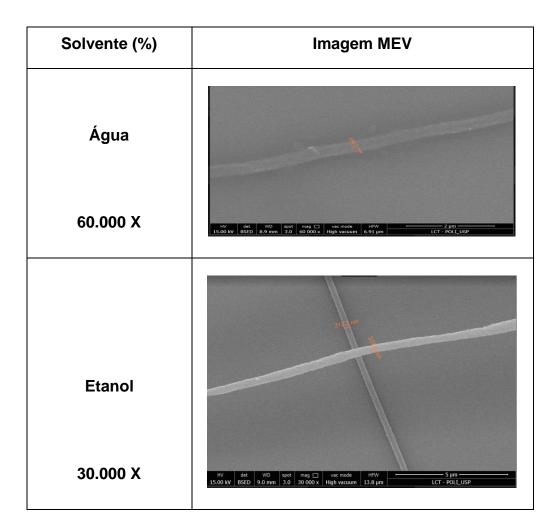
Tabela 5: Imagens Raman das fibras.

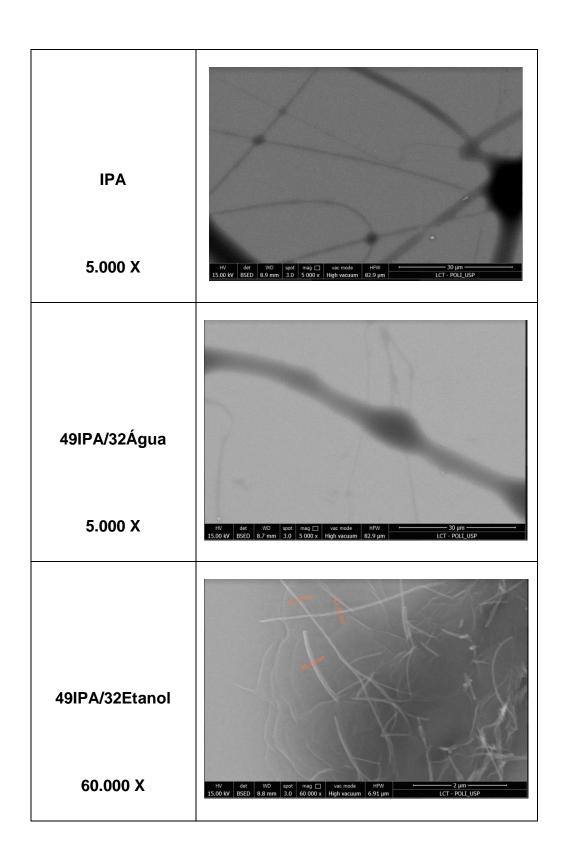
Como as amostras ficaram armazenadas cerca de 1 ano e 4 meses aguardando análise, as imagens Raman mostram as amostras com aparência "molhada", isto devido ao fato de que o PVP é higroscópico, portanto, absorve água do ambiente.

## 4.3 Medidas do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)

Para fazer a análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi necessário depositar uma fina camada de platina por "sputtering", sobre as lâminas de silício com as fibras. Esta etapa é necessária pois o princípio de funcionamento do MEV consiste em incidir elétrons no material para que seja possível observar sua morfologia e composição. A camada metálica auxilia na remoção dos elétrons evitando danificar a amostra. Como as fibras são um material polimérico isolante, portanto não conduzem

elétrons, era possível que as fibras queimassem caso não fosse depositado um filme fino condutor sobre elas. Foram geradas imagens em diversas magnificações. As imagens mais nítidas e que mostram as fibras claramente são mostradas na tabela 6:





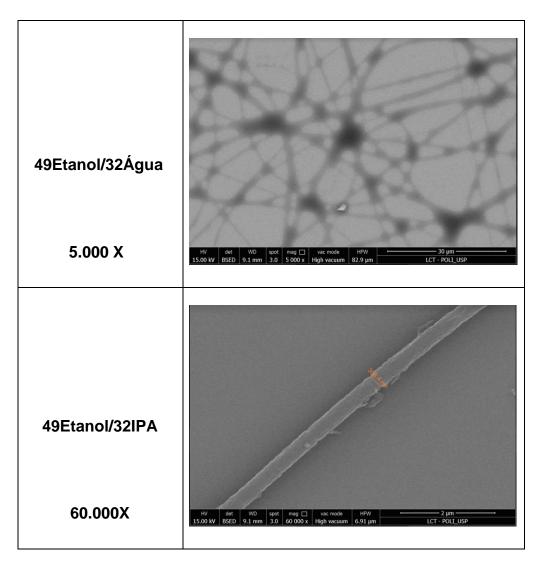


Tabela 6: Imagens de microscopia eletrônica de varredura das soluções.

As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) são mostradas na tabela 6. Apesar da qualidade das imagens, é possível observar que as fibras eletrofiadas a partir das soluções com água, etanol, IPA e mistura de etanol/IPA são lisas e não contém beads. Observa-se também que as imagens das fibras eletrofiadas a partir das soluções preparadas com mistura de etanol/água e IPA/água mostram a presença de beads. No processo de eletrofiação os beads aparecem quando a viscosidade da solução precursora não é suficiente e quando o campo elétrico é aplicado as moléculas do polímero não respondem e pequenas porções da solução são ejetadas. Lembrando que as soluções precursoras foram preparadas com a adição de aloe vera em pó à

solução polimérica de PVP e a aloe vera é solúvel em água e em álcool (etanol e IPA). No entanto, observou-se a formação de precipitado quando as amostras são preparadas com álcool.

Neste trabalho usou-se aloe vera em pó para uso cosmético, observou-se que em todas as soluções preparadas com IPA e com etanol ou com misturas deles, tiveram a formação de precipitado sólido, mesmo após 24h de agitação, o que não foi observado nas soluções preparadas com água.

As amostras só com água ou só com etanol aparecem bem lisas e sem defeitos indicando a interação entre polímero, solvente e aloe vera. No caso das fibras obtidas das amostras com misturas de água com álcool, a presença dos beads indica que provavelmente o aloe vera se ligou mais à água do que ao álcool e devido ao campo elétrico aplicado formou beads. Para se conseguir nanofibras com boa morfologia dentre outros fatores é necessário ter uma velocidade mínima de alimentação da solução polimérica na agulha, além de que para cada polímero existe uma concentração ótima para se obter fibras sem contas (beads). No presente trabalho a velocidade de alimentação da solução na agulha foi sempre a mesma, de forma que se pode atribuir a presença dos beads a composição da solução e a presença do aloe vera que não se dissolveu bem na solução.

A relação de diâmetro e viscosidade das amostras é mostrada na tabela 7:

Solvente	Diâmetro (nm)	Viscosidade (cP)
Água	336,3	230
Etanol	324,5	913
IPA	166,7	1130
IPA/água		505
IPA/Etanol	61,2	930

Etanol/Água		800
Etanol/IPA	308,4	1582

Tabela 7: Diâmetro e viscosidade das fibras e soluções.

A concentração do polímero na solução precursora controla se esta pode ser eletrofiada e tem um efeito importante na morfologia das fibras. Geralmente, um aumento na concentração da solução aumenta o diâmetro e a uniformidade das fibras. Análises experimentais e teóricas mostram que o diâmetro das nanofibras seguem uma relação exponencial com a concentração do polímero na solução precursora [20]. Entretanto, a eletrofiação precisa que haja transferência de cargas elétricas do eletrodo para a gota de polímero. Portanto, uma condutividade mínima da solução é necessária para a eletrofiação. As características do polímero, o tipo do solvente, concentração e temperatura podem afetar a condutividade elétrica da solução, além das propriedades reológicas especialmente a viscosidade da solução. Soluções com alta viscosidade não podem ser ejetadas da agulha enquanto que soluções com baixa viscosidade não formam fibras.

Estudos experimentais mostram que há um efeito da viscosidade da solução no diâmetro das fibras e geralmente quanto maior a viscosidade maior será o diâmetro das fibras e mais uniforme a formação das fibras. A tensão superficial também influencia na eletrofiação e é função também da composição da solução, no entanto, soluções com baixa tensão superficial formam fibras com menos beads.

Portanto, as características da solução polimérica (viscosidade, condutividade e tensão superficial) tem significativa influência no processo de eletrofiação e na morfologia das nanofibras resultantes. Estudos experimentais demonstram que a viscosidade da solução segue uma lei exponencial com a concentração do polímero. A relação entre a viscosidade da solução e a concentração do polímero é altamente dependente do sistema polímero solvente

As tabelas 9, 10 e 11 mostram os valores de viscosidade das soluções preparadas neste trabalho.

Solvente	Viscosidade (cP)
Água	230
IPA/água	505
Etanol/água	800

**Tabela 8**: Comparação entre os valores de viscosidade medidos para as soluções têm água como solvente.

Solvente	Viscosidade (cP)
Etanol	913
Etanol/Água	800
Etanol/IPA	1582
IPA/Etanol	930

**Tabela 9**: Comparação entre os valores de viscosidade medidos para as soluções têm etanol como solvente.

Solvente	Viscosidade (cP)
IPA	1130
IPA/Etanol	930

Etanol/IPA	1582
IPA/Água	505

**Tabela 10**: Comparação entre os valores de viscosidade medidos para as soluções têm IPA como solvente.

As tabelas 10 e 11 confirmam a interação mais forte do PVP com o solvente, impedindo que o aloe vera se ligue ao solvente ou à mistura de solventes. A interação com o IPA é maior do que com o etanol mesmo quando misturado com os outros solventes.

Esses resultados confirmam que a viscosidade é bastante dependente do sistema polímero solvente. Deve-se considerar também nesse resultado a interação do aloe vera com o solvente.

Baseado com estudos experimentais e teóricos [21] o diâmetro das fibras eletrofiadas aumentam com o aumento da concentração da solução. No entanto neste trabalho os diâmetros das fibras eletrofiadas a partir das soluções com viscosidades maiores são menores como mostrado na Tabela 8. Há dois pontos a se observar, em relação às soluções poliméricas preparadas com um único solvente, a solução preparada com IPA tem o menor diâmetro (Obs: este valor foi estimado na imagem MEV mostrada na Tabela 7 somente para essa discussão) e as fibras das soluções preparadas com diferentes concentrações de IPA/Etanol tem diâmetros de 61 nm e 308 nm, confirmando a interação mais forte do PVP com etanol. A fibra eletrofiada a partir da solução com 49% de etanol tem um diâmetro próximo ao diâmetro das fibras eletrofiadas das soluções preparadas somente com etanol.

Pode-se concluir, baseados nessa discussão, que o solvente usado pode sim influir tanto no processo de eletrofiação, pois interfere na condutividade e na viscosidade da solução, como na morfologia das fibras e na incorporação do aloe vera nas fibras. As fibras eletrofiadas a partir de soluções com etanol e de misturas de etanol com os outros solventes resultaram mais uniformes.

#### 5 Conclusão

As nanofibras de PVP e aloe vera foram obtidas com o objetivo de caracterizar as interações de PVP-solvente, solvente-aloe vera e PVP-aloe vera. Os resultados da espectroscopia Raman mostram que houve uma interação maior do PVP com solventes álcoois, limitando a interação com a aloe vera, o que explica a precipitação de uma parte da aloe vera nas soluções. Entretanto, ela ainda foi adicionada às fibras no processo de eletrofiação, pois existem bandas referentes à interação do PVP com a aloe vera nas soluções. Já nas amostras que contém água, por ser uma molécula menor, a água acaba facilitando a interação da parte polar do PVP com a da aloe vera, reduzindo a interação com o solvente, o que explica a menor viscosidade. Por conta da viscosidade ser um parâmetro importante para o processo de eletrofiação, já que quanto mais viscoso melhor o processo de eletrofiação por conta da uniformidade das fibras obtidas, as soluções que se mostraram mais viscosas são as de Etanol/IPA e IPA. Isso indica que a utilização de solvente álcool é a melhor forma de se obter fibras de PVP adicionadas com aloe vera.

Para trabalhos futuros, é recomendado estudar diferentes concentrações de etanol e isopropanol e comparar se aloe vera em pó, que foi utilizada neste trabalho, é mais adequado ou não em relação à obtenção das nanofibras do que aloe vera in natura.

#### 6 Referências Bibliográficas

- [1] Liang, W.; Xu, Y.; Li, X. et al. Transparent polyurethane nanofiber air filter for high-efficiency PM2.5 Capture. Nanoscale Res Lett 14. 2019. DOI 10.1186/s11671-019-3199-0.
- [2] TUCKER, N. et al. The history of the science and technology of electrospinning from 1600 to 1995. Journal of engineered fibers and fabrics, v. 7, n. 2. 2012. DOI 10.1177/155892501200702S10.
- [3] SALLES, N. G.; ZANIN, H.; LOBO, O. A. A IMPORTÂNCIA DA ELETROFIAÇÃO PARA A PRODUÇÃO DE NANOMATERIAIS. 7p. XX Encontro Latino Americano de Iniciação Científica. Universidade do Vale do Paraíba. 2013.
- [4] MORA, F. J. **The Fluid Dynamics of Taylor Cones**. Department of Mechanical Engineering, Yale University, New Haven. The Annual Review of Fluid Mechanics. 2007.
- [5] DORNELAS, B. C.; RESENDE, K. D.; TAVARES, B. I. M.; GOMES, S. A.; CABRAL M. L. Preparação e avaliação reacional de nanocompósitos de PVP K-30 montmorilonita (natural e orgânicamente modificada) por difração de raios X. Instituto de Macromoléculas Professora Eloisa Mano, UFRJ. Polímeros, v.18, n. 2. São Carlos. Abr./jun. 2008.
- [6] REMNEY, S. **Babosa: benefícios para pele, cabelo e mais**. Disponível em: <a href="https://www.ecycle.com.br/5536-babosa">https://www.ecycle.com.br/5536-babosa</a>>. Acesso em: 16 jun. 2020.

- [7] National Library of Medicine. **Aloesin**. Disponível em: <a href="https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Aloesin">https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Aloesin</a>>. Acesso em: 21 jun. 2021.
- [8] FREITAS, V. S.; RODRIGUES, R. A. F.; GASPI, F. O. G. **Propriedades** farmacológicas da Aloe vera (L.) Burm. f. Rev. bras. plantas med., Botucatu, v. 16, n. 2, jun. 2014. p. 299-307. DOI 10.1590/S1516-05722014000200020.
- [9] ANVISA Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Esclarecimentos sobre comercialização de Aloe vera (babosa) e suas avaliações de segurança realizadas na área de alimentos da Anvisa. Informe Técnico n.47, de 16 de novembro de 2011.
- [10] Fullbrook Systems Ltd. **DV-II+Pro Viscometer**. Disponível em: <a href="https://cms.esi.info/Media/documents/Fullb\_DV2\_ML.pdf">https://cms.esi.info/Media/documents/Fullb\_DV2\_ML.pdf</a>>. Acesso em: 21 jun. 2021.
- [11] FURLAN, R.; DE LEON, S. J. T.; DA SILVA, A. N. R. Formation of nanofibers containing aloe vera using a non-conventional electrospinning setup. 31st Symposium on Microelectronics Technology and Devices (SBMicro). IEEE, 2016. p. 1-4.
- [12] SANTOS, A. R. et al. APLICAÇÃO DA ESPECTROSCOPIA RAMAN NA CARACTERIZAÇÃO DE MINERAIS PERTENCENTES A UMA GEOCOLEÇÃO. Quím. Nova, São Paulo, v. 42, n. 5, maio 2019. p. 489-496. DOI 10.21577/0100-4042.20170358.
- [13] Instituto de Física "Gleb Wataghin". **Espectrômetro Raman XploRA Horiba**. Disponível em: <a href="https://portal.ifi.unicamp.br/servicos/laboratorio-">https://portal.ifi.unicamp.br/servicos/laboratorio-</a>

<u>multiusuarios-lamult/espectrometro-raman-xplora-horiba</u>>. Acesso em: 21 jun. 2021.

[14] DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA - Aplicações e preparação de amostras - Materiais Poliméricos, metálicos e semicondutores. 1. ed. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007.

[15] MANNHEIMER, W. A. Microscopia dos Materiais - Uma introdução. Rio de Janeiro: E-papers Serviços Editoriais, 2002.

[16] SAFO, I. A.; WERHEID, M.; DOSCHE, C.; OEZASLAN, M. The role of polyvinylpyrrolidone (PVP) as a capping and structure-directing agent in the formation of Pt nanocubes. Nanoscale Adv., 2019. DOI 10.1039/C9NA00186G.

[17] QUISPE, C.; VILLALOBOS, M.; BÓRQUES, J.; SIMIRGIOTIS, M. Chemical Composition and Antioxidant Activity of Aloe vera from the Pica Oasis (Tarapacá, Chile) by UHPLC-Q/Orbitrap/MS/MS. Journal of Chemistry. 2018. DOI 10.1155/2018/6123850.

[18] LIM Z. X.; CHEONG K. Y. Effects of drying temperature and ethanol concentration on bipolar switching characteristics of natural Aloe vera-based memory devices. Phys. Chem. Chem. Phys. 2015. DOI 10.1039/C5CP04622J.

[19] ALARIFI, I. M.; ALHARBI, A. R.; KHAN, M. N.; KHAN, W. S; USTA, A.; ASMATULU, R. Water Treatment using Electrospun PVC/PVP Nanofibers as Filter Medium. Int J Mater Sci Res. 2018. p. 43-49. DOI 10.18689/IJMSR-1000107.

[20] KOMEIL N. et al. **POLYMER SCIENCE Series A**, v. 57, n. 6, 2015.

[21] SILVA, A. N. R. et al. Electrostatic deposition of nanofibers for sensor application. Materials Research, 2005. p. 105-108.

#### **Apêndice**

Este trabalho foi apresentado no 22º SICT (Simpósio de Iniciação Científica e Tecnológica) da FATEC-SP no dia 5 de novembro de 2020 pelo título "ESTUDO DA ELETROFIAÇÃO DE NANO E MICRO FIBRAS A PARTIR DE SOLUÇÕES DE POLIVINILPIRROLIDONA (PVP) E ALOE VERA" e foi ganhador de menção honrosa. O banner apresentado é mostrado a seguir:

Figura 13: Banner apresentado no 22º SICT da FATEC-SP.

#### ESTUDO DA ELETROFIAÇÃO DE NANOFIBRAS A PARTIR DE SOLUÇÕES DE POLIVINILPIRROLIDONA (PVP) E ALOE VERA

Beatriz Santos Assunção<sup>†</sup>, Ana Neilde Rodrigues da Sil<sup>†,2</sup>Faculdade de Tecnologia de São Paulo <sup>2</sup>Escola Politécnica da Universidade de São Paulo beatriz assunção got@gmail.com. neilde@fatecsp.l

#### 1. Introdução

Nanofibras, quando eletrofiadas a partir de polimeros biocompatíveis, podem ser consideradas como um biomaterial, sendo utilizado em pesquisas na área de engenharia de tecidos. As nanofibras eletrofiadas encontram aplicações em outras áreas, como a química: membranas nanofibras eletrofiadas podem ser usadas, por exemplo, como filtro para gases ou líquidos, para imobilização de enzimas ou para liberação de fármacos. Portanto, esse trabalho tem como nocração de larmacos, ronanto, esse trabalho tem como objetivo principal preparar e caracterizar soluções de polivinipirrolidona (PVP), preparadas com diferentes misturas de solvente e adicionadas com aleo vera, e determinar a melhor composição para se obter membranas de nanofibras pelo método de eletrofiação para aplicação como biomaterial.

2. Metodologia e materiais

Estam proparadas solveções com 2 Ou de PVP e 0.2 u.

Foram preparadas soluções com 2,0g de PVP e 0,2g de Aloe Vera, os solventes utilizados foram etanol, isopropanol e água destilada puros ou misturados sempre mantendo o volume total de 10 ml.. Após o preparo das soluções, realizou-se medidas de viscosidade. Na eletrofiação utilizou-se uma fonte de alta tensão DC (0-30 kV, 5 W). O terminal positivo da fonte foi conectado na agulha hipodérmica (22 G1) presa a uma seringa de 3 ml que serviu como reator. As fibras foram colctadas sobre uma placa metálica conectada ao polo negativo da fonte de alta tensão, sobre a qual um substrato de silício é mantido a uma distância de aproximadamente 15 cm da ponta da agulha. O êmbolo da seringa foi removido de forma a permitir o gotejamento da solução por gravidade [1].

#### 3. Resultados

Os valores da viscosidade absoluta das soluções estudadas estão resumidos na Tabela I. Observa-se que a solução preparada com isopropanol tem um valor de viscosidade mais elevado em relação às outras. A amálise visual das soluções mostrou que aquelas preparadas com isopropanol e etanol a aloe vera se dissolveu completamente, no entanto, nas soluções que continham água o aloc vera não dissolveu totalmente, formando partículas que atrapalham a eletrofiação e a uniformidade das fibras formadas.

As imagens da microscopia óptica, Figura 1, foram obtidas em um microscópio óptico com ampliação de até 1000X. Na imagem é possível ver que as fibras eletrofiadas são homogêneas. A ampliação foi de 80X.

Tabela I – Valores da viscosidade absoluta das soluções

Solução	Volume (mL)	Viscosidade (cP)
Água	10	1231
Etanol	10	2222
Isopropanol	10	2520
Etanol/água	7/3	2268
Isopropanol/ Água	7/3	2213

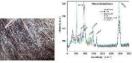


Figura I - a) Fibra formada a partir da solução isopropanol/água, b) Espectro Raman das fibras

cm¹ referentes às ligações Cl¹<sub>2</sub> e C-l¹ e são praticamente constantes, sugerindo pouca variação na simetria da molécula de PVP. Os picos de menor intensidade, em 1666 e 1244 cm¹, se referem às ligações C-O e C-N. variações nesses picos sugerem a interação do solvente e da aloe vera com o polimero através de ligações fracas tipo Van der Waals ponte de hidrogênio.

\*\*A Construções\*\*

#### 4. Conclusões

O solvente influencia na interação entre PVP e aloe vera na solução polimérica como mostrado pela variação na viscosidade e na sua incorporação na fibra eletrofiada como sugere a análise Raman.

#### 5. Referências

[1] FURLAN, Rogeric, DE LEON, Steven J. Toro; SILVA, A.N. Rodrigues da. Formation of nanofibers containing also vera using a non-conventional electrospinning setup. 31st Symposium on Microelectronics Technology and Devices (SBMicro). IEEE, 2016. p. 1-4

Agradecimentos

Ao CNPq pela bolsa PIBIC, ao LCI-FATEC-SP e ao
LSI-EPUSP pelo uso da infraestrutura.

<sup>1</sup> Aluna de IC do CNPq.

Este trabalho foi apresentado no 28º SIICUSP sob o título "Fibras Eletrofiadas de Soluções de PVP e Aloe Vera – Influência do Solvente" no dia 10 de novembro de 2020. O banner apresentado é mostrado na figura 14:

Figura 14: Banner apresentado no 28º SIICUSP.

