

NANOFIBRAS DE POLI(ϵ -CAPROLACTONA)/TiO₂ PREPARADAS PELA TÉCNICA DE FIAÇÃO POR SOPRO EM SOLUÇÃO

Rodrigo G. F. Costa*¹, Caue Ribeiro¹, Luiz H. C. Mattoso¹

Embrapa Instrumentação, Laboratório Nacional de Nanotecnologia Aplicado ao Agronegócio, Rua Quinze de Novembro, 1452, São Carlos, SP 13560-970, Brasil
e-mail de contato*: rodrigoguerreiro.costa@gmail.com

Classificação: Novos materiais e processos em nanotecnologia e suas aplicações no agronegócio

Resumo

Neste trabalho, nanofibras de PCL e PCL/TiO₂ foram preparadas pela técnica de fiação por sopro em solução (FSS). As nanofibras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios-X (DRX). Os resultados obtidos demonstraram que a técnica de FSS pode ser usada para produzir nanofibras de PCL/TiO₂ com diâmetros médios e morfologias comparáveis à eletrofiação.

Palavras-chave: Fiação Por Sopro em Solução; Nanofibras; Nanopartículas; Poli(ϵ -caprolactona); Dióxido de Titânio

NANOFIBERS OF POLY(ϵ -CAPROLACTONE)/TiO₂ PREPARED BY SOLUTION BLOW SPINNING TECHNIQUE

Abstract

In this work, nanofibers of PCL and PCL/TiO₂ were prepared by the solution blow spinning (SBS) technique. The nanofibers were characterized by scanning electron microscopy (SEM) and X-Ray Diffraction. The obtained results demonstrated that the FSS technique can be used to produce PCL/TiO₂ nanofibers with average diameters and morphologies comparable to the electrospinning technique.

Keywords: Solution Blow Spinning; Nanofibers; Nanoparticles; Poly(ϵ -caprolactone); Titanium Dioxide

Publicações relacionadas: COSTA, R. G. F. et al. XRD and SEM study of nanocomposite fibers based on poly(ϵ -caprolactone). In: XIII Brazilian MRS Meeting, 2014.

1- INTRODUÇÃO

A técnica mais utilizada, atualmente, para a produção de nanofibras poliméricas é a eletrofiação (*electrospinning*) (COSTA et al., 2012). No entanto, esta técnica apresenta dificuldades para o escalonamento da produção em grandes quantidades, em função principalmente da necessidade de aplicação de altos campos elétricos (DARISTOTLE et al., 2016). Buscando minimizar este problema, foi desenvolvido um novo método de fiação de fibras poliméricas, denominado de fiação por sopro em solução ou *solution blow spinning* em inglês. Este método utiliza elementos conceituais de eletrofiação e fiação convencional, permitindo obter fibras com diâmetros variando na faixa entre poucos nanômetros a alguns micrômetros. As vantagens da FSS em relação à eletrofiação são a alta taxa de produção de material e a possibilidade de deposição *in situ* (MEDEIROS et al., 2009). A poli(ϵ -caprolactona) (PCL) é um polímero biocompatível, biodegradável e processável. A incorporação de nanopartículas inorgânicas na matriz de PCL pode melhorar as suas propriedades, sendo que a eficiência das nanopartículas depende da sua forma, tamanho, características da superfície, grau de dispersão e ligação interfacial entre a matriz polimérica e a nanocarga (TAMJID et al., 2011).

Este trabalho tem como objetivo aplicar a técnica de FSS para produzir nanofibras de PCL e PCL/TiO₂ e estudar a influência das nanopartículas de TiO₂ na morfologia e na cristalinidade das fibras.

2- MATERIAL E MÉTODOS

Para a preparação das soluções de PCL/TiO₂ anatase utilizou-se o seguinte procedimento: a poli(ε-caprolactona) (Perstop, massa molar = 50.000 g/mol), na concentração de 8% (m/v), foi solubilizada em diclorometano com agitação magnética por 1 hora. Após a solubilização completa do polímero, as nanopartículas de TiO₂ anatase comercial (Sigma-Aldrich) foram adicionadas às soluções de PCL nas quantidades de 5, 10 e 20% (massa de TiO₂/massa de PCL). Estas soluções foram agitadas na temperatura ambiente por 1 hora e transferidas para uma seringa de vidro de 20 mL, para depois serem preparadas as nanofibras com o equipamento de fiação por sopro em solução (FSS) da Embrapa Instrumentação. Os experimentos de FSS, com as soluções de PCL e PCL/TiO₂ anatase, foram realizados em uma capela fixando-se a distância de trabalho (12 cm), a velocidade de rotação (180 rpm), a taxa de injeção (3,6 ml.h⁻¹) e a pressão de ar (30 psi).

A investigação morfológica por MEV das nanofibras foi feita utilizando-se um microscópio eletrônico de varredura marca JEOL (modelo JSM -6510). Para a medida dos diâmetros médios (DM) e os respectivos desvios-padrão foi utilizado o software IMAGE J. Para estas medidas escolheu-se ao menos 80 fibras de cada amostra.

Os difratogramas de raios-X das nanofibras de PCL/TiO₂ foram obtidos utilizando-se um equipamento Rigaku modelo D Max 2500 PC (radiação CuKα). As varreduras foram feitas em uma faixa de 10° - 40°(2θ), com passo de 1°.min⁻¹.

3- RESULTADOS E DISCUSSÃO

As micrografias obtidas (Figuras 1a,1b,2a,2b) mostraram que não houve variação significativa na morfologia e no diâmetro médio (DM) das fibras, indicando que apesar das altas porcentagens de TiO₂ anatase, 10 e 20 wt.%, não foi observado a formação de aglomerados de TiO₂.

Estes resultados confirmam que a metodologia usada para dispersar as nanopartículas com tamanhos médios de 5 nm, nas soluções de PCL em diclorometano, com o banho de ultrassom, foi eficiente.

Nos difratogramas de raios-X do TiO₂ anatase comercial (Fig. 3a) e das fibras de PCL/TiO₂ (Fig. 3b) pode-se observar o principal pico do TiO₂ na fase anatase em 2θ = 25,4°. Para as nanofibras de PCL/TiO₂, nota-se claramente a presença dos principais picos do polímero, destacados com asteriscos (*) nos difratogramas, indicando que o processamento do PCL pela técnica de fiação por sopro em solução não impediu a sua cristalização.

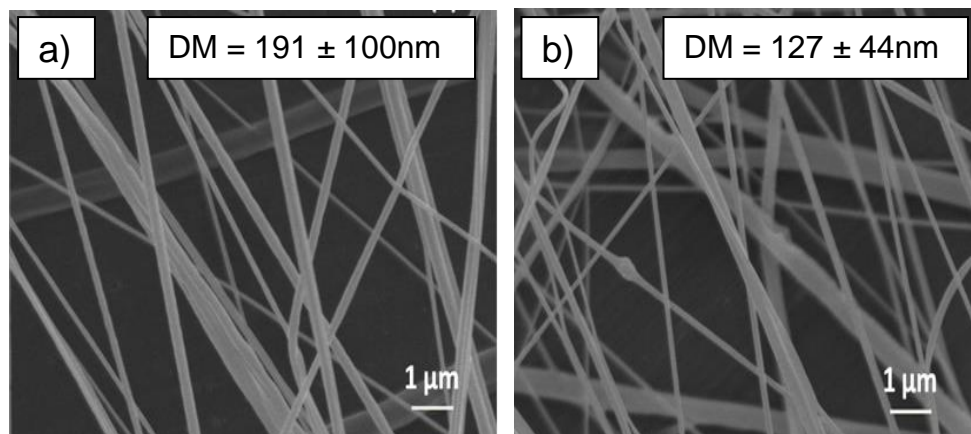


Fig. 1 – Micrografias obtidas por MEV das nanofibras: a) PCL, b) PCL/TiO₂ (5 wt.%).

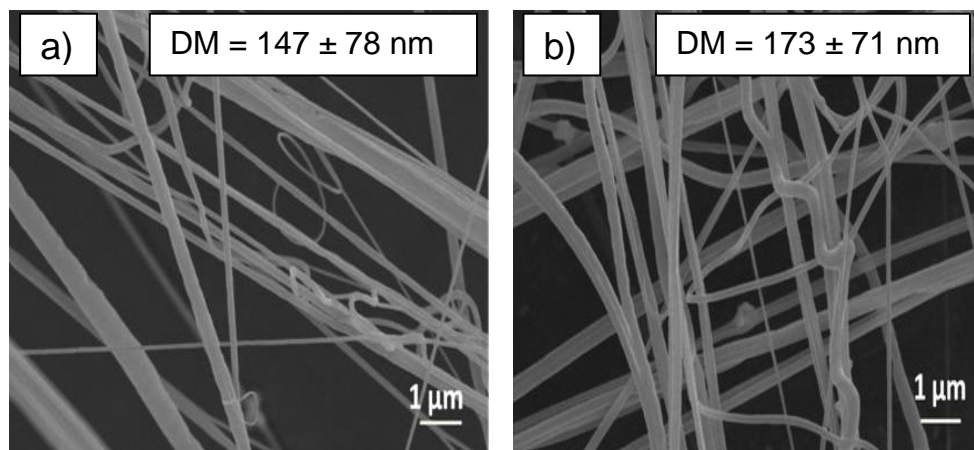


Fig. 2 – Micrografias obtidas por MEV das nanofibras: a) PCL/TiO₂ (10 wt.%), b) PCL/TiO₂ (20 wt.%).

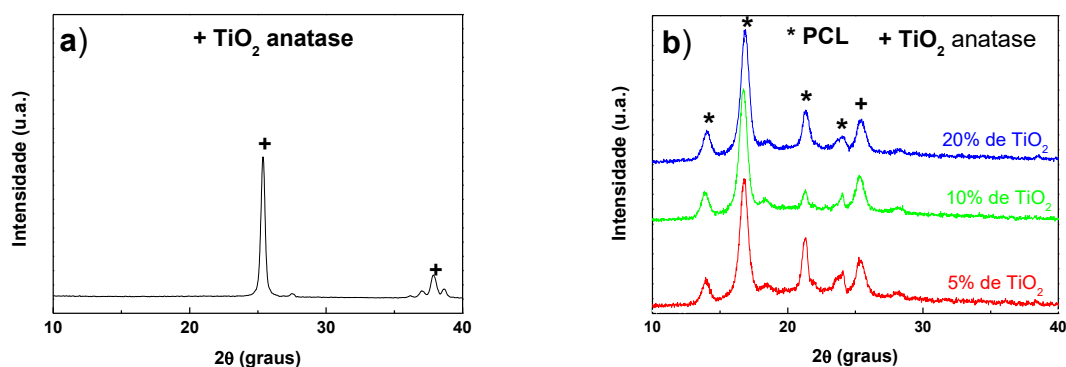


Fig. 3 – Difratoograma de Raios-X: a) TiO₂ anatase comercial, b) PCL/TiO₂ (5 wt.%), PCL/TiO₂ (10 wt.%) e PCL/TiO₂ (20 wt.%).

4 - CONCLUSÃO

O presente trabalho mostrou que é possível utilizar o método de FSS para produzir nanofibras de PCL e PCL/TiO₂ com diâmetros médios e morfologias comparáveis às fibras produzidas pela técnica de eletrofição. A caracterização morfológica por MEV mostrou que não houve variação significativa na morfologia das fibras mesmo com o carregamento com altas porcentagens de TiO₂ (10 e 20 wt.%), indicando a boa dispersão das nanopartículas de TiO₂ nas fibras dos polímeros e a eficiência da metodologia de preparação. Os difratogramas de raios-X confirmaram que o processamento do polímero pela técnica de FSS não impediu a sua cristalização.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq (process no. 301173/2013-3), CAPES e FAPESP.

REFERÊNCIAS

- COSTA, R. G. F. et al. Eletrofição de Polímeros em Solução: Parte II: Aplicações e Perspectivas. *Polímeros*, v. 22, p. 178-185, 2012.
- DARISTOTLE, J. L. et al. A review of the fundamental principles and applications of solution blow spinning. *Acs Applied Materials & Interfaces*, v. 8, p. 34951-34963, 2016.
- MEDEIROS, E.S. et al. [Solution Blow Spinning: A New Method to produce micro-and nanofibers from polymer solutions](#). *Journal of Applied Polymer Science*, v.113, p. 2322-2330, 2009.
- TAMJID, E. et al. Effect of TiO₂ morphology on in vitro bioactivity of polycaprolactone/TiO₂ nanocomposites. *Materials Letters*, v.65, p. 2530–2533, 2011.