

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

Kleberton Rostand Almeida Barboza

**DESENVOLVIMENTO DE UM COLETOR ROTATIVO PARA USO EM FIAÇÃO
POR SOPRO EM SOLUÇÃO E PRODUÇÃO DE NANOFIBRAS ALINHADAS DE
SÍLICA**

Campina Grande – PB

2018

Kleberton Rostand Almeida Barboza

**DESENVOLVIMENTO DE UM COLETOR ROTATIVO PARA USO EM FIAÇÃO
POR SOPRO EM SOLUÇÃO E PRODUÇÃO DE NANOFIBRAS ALINHADAS DE
SÍLICA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito à obtenção do título de **Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais**.

Orientador: Prof. Dr. Romualdo Rodrigues Menezes

Co-orientador: Prof. Dr. Eliton Souto de Medeiros

Agência Financiadora: CAPES

Campina Grande – PB

2018

B239d Barboza, Kleberton Rostand Almeida.
Desenvolvimento de um coletor rotativo para uso em fiação por sopro em solução e produção de nanofibras alinhadas de sílica / Kleberton Rostand Almeida Barboza. – Campina Grande, 2018.
77 f. : il. color.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia, 2018.

"Orientação: Prof. Dr. Romualdo Rodrigues Menezes, Prof. Dr. Eliton Souto de Medeiros".

Referências.

1. Engenharia de Materiais. 2. Coletor Rotativo – Fiação por Sopro. 3. Nanofibras. 4. Sílica. I. Menezes, Romualdo Rodrigues. II. Medeiros, Eliton Souto de. III. Título.

CDU 620.1(043)

KLEBERTON ROSTAND ALMEIDA BARBOZA

**DESENVOLVIMENTO DE UM COLETOR ROTATIVO PARA USO EM FIAÇÃO
POR SOPRO EM SOLUÇÃO E PRODUÇÃO DE NANOFIBRAS ALINHADAS DE
SÍLICA**

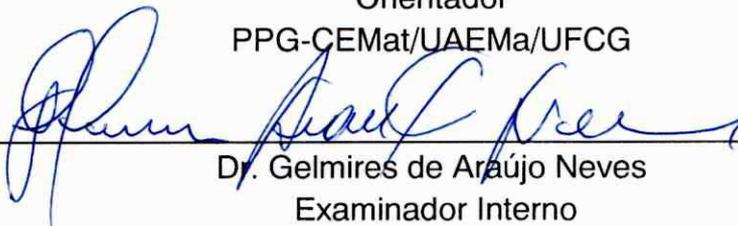
Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito parcial à obtenção do título de **Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais**.

Aprovado em: 28/08/2018



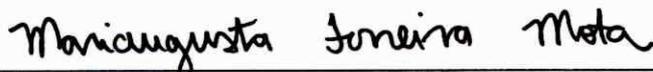
Dr. Romualdo Rodrigues Menezes
Orientador

PPG-CEMat/UAEMa/UFCG



Dr. Gelmires de Araújo Neves
Examinador Interno

PPG-CEMat/UAEMa/UFCG



Dr.ª Mariaugusta Ferreira Mota
Examinadora Externa

UAEMA/PNPD/CAPES/UFCG

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente e principalmente a Deus, que me guiou para além de todo o caminho tortuoso até hoje, aqui e neste dia.

Agradeço ao meu falecido pai, José do Nascimento Barboza, mas que permanecerá vivo dentro de mim, e a minha mãe, Luiza Marilac Almeida Barboza, por tudo que fizeram durante suas vidas para me proporcionar educação em todas as esferas, não tenho palavras para agradecê-los. Assim como aos meus Irmãos Klevson Ranniet Almeida Barboza e Kleriton Rostand Almeida Barboza por seu companheirismo e colaboração no dia-a-dia.

Agradeço à minha noiva e futura esposa, Milena Machado Santa Cruz, que tem sido companheira nos momentos difíceis durante o árduo caminho que percorri até chegar aqui, por seu amor.

Agradeço em especial ao professor Romualdo Rodrigues Menezes, um homem que hoje tenho como pai, me deu oportunidade de trabalharmos juntos nesta pesquisa e por quem cultivo profundo respeito e admiração, tenho orgulho de poder ter sido seu aluno, um homem e profissional exemplar.

Aos amigos que fiz no Laboratório de Tecnologia dos Materiais – LTM, a todos em especial, mas gostaria de citar os nomes de Eudes Leonnan, Mykaell Yan, Mariaugusta Ferreira Mota e Emanuel Perreira do Nascimento, pois estes estiveram em muitos momentos dividindo dias e noites, capelas de fiação, equipamentos e amizade.

Aos meu amigos e irmãos, Maurílio Beutrão, Deivid Ivini que estiveram juntos e ajudaram muitas vezes de maneira direta ou indireta no desenvolvimento deste trabalho.

Agradeço também ao Sr. Noilton e Emanuel, que foram muito importantes na fabricação do coletor rotativo usado nessa pesquisa e nos ensaios de MEV respectivamente.

RESUMO

A fiação por sopro em solução (*Solution Blow Spinning - SBS*) é uma técnica recentemente utilizada na produção de fibras nanométricas e submicrométricas, entretanto com poucos estudos voltados para o desenvolvimento de sistemas coletores. Assim, este trabalho de dissertação tem por objetivo o desenvolvimento de um coletor rotativo para uso em fiação por sopro em solução e produção de nanofibras alinhadas de sílica. Para o desenvolvimento deste trabalho foi projetado e construído protótipos de coletores rotativos do tipo tiras (hastes), buscando-se um coletor que otimizasse o alinhamento e a secagem das nanofibras. O coletor foi aplicado na coleta de nanofibras de poliméricas de poli(vinil álcool) (PVA) e de nanofibras híbridas PVA/TEOS, também sendo avaliado o comportamento de alinhamento das nanofibras cerâmicas de sílica (SiO_2) após queima das nanofibras híbridas. Para coleta e alinhamento das fibras híbridas de SiO_2 /PVA, cerâmicas de SiO_2 e poliméricas de PVA por SBS coletadas na superfície do coletor foi variado a velocidade do coletor, obtendo-se uma faixa de velocidades tangenciais no ponto da coleta de 1,035 a 5,175 km.h^{-1} . Para a coleta das nanofibras poliméricas e das fibras híbridas verificou-se que altas velocidades tangenciais, a partir de um limite, no ponto de coleta tendem a piorar o alinhamento das fibras coletadas quanto mais espessa for a camada de fibras depositada. Os resultados evidenciam que fibras alinhadas de diâmetros nanométricos podem ser obtidas utilizando-se a faixa de velocidade adequada, que pode variar com o tempo de fiação em função da espessura da camada depositada no coletor. Verificou-se que é possível alinhar, para as fibras poliméricas, cerca de 62 % das fibras na faixa de -10° e 10° e 81 % das fibras na faixa de -20° e 20° para fibras poliméricas. No que tange as fibras híbridas verificou-se que é possível o alinhamento de cerca de 63 % das fibras na faixa de -10° e 10° e 80 % das fibras na faixa de -20° e 20° para fibras híbridas; e cerca de 62% das fibras na faixa de -10° e 10° e 80 % das fibras na faixa de -20° e 20° para fibras cerâmicas

Palavras-chave: fiação por sopro em solução; sistema de coleta; coletor rotativo; nanofibras de sílica; fibras nanométricas e submicrométricas alinhadas.

ABSTRACT

Solution Blow Spinning (SBS) is a technique recently used in the production of nanometric and submicron fibers, however with few studies focused on the development of collector systems. Thus, this thesis aims to develop a rotary collector for use in solution spinning and silicon aligned nanofiber production. For the development of this work was designed and built prototypes of rotating collectors of the type strips (stems), looking for a collector that optimized the alignment and drying of the nanofibres. The collector was applied in the collection of nanofibers of polymer, poly (vinyl alcohol) (PVA) and hybrid nanofiners PVA/TEOS, also being evaluated the alignment behavior of the ceramic silica nanofibers (SiO_2) after firing hybrid nanofibers. For collection and alignment of the SiO_2 /PVA hybrid fibers, SiO_2 and polymeric PVA by SBS ceramics collected on the collector surface, the collector velocity was varied, obtaining a range of tangential velocities at the point of collection from 1.035 to 5.175 $\text{km}\cdot\text{h}^{-1}$. For the collection of polymeric nanofibers and hybrid fibers, it was found that high tangential velocities from a boundary at the collection point tend to worsen the alignment of the collected fibers the thicker the layer of fibers deposited. The results show that aligned fibers of nanometric diameters can be obtained using the appropriate speed range, which can vary with the spinning time as a function of the thickness of the layer deposited in the collector. It has been found that about 62% of the fibers in the range of -10° and 10° and 81% of the fibers in the range of -20° and 20° for polymer fibers are possible. With respect to the hybrid fibers it has been found that it is possible to align about 63% of the fibers in the range of -10° and 10° and 80% of the fibers in the range of -20° and 20° for hybrid fibers; and about 62% of the fibers in the range of -10° and 10° and 80% of the fibers in the range of -20° and 20° for ceramic fibers

Keywords: solution blow spinning; rotary collector; polymeric fibers; silica fibers; aligned fibers.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Representação esquemática das aproximações <i>Top-down</i> , <i>Bottom-up</i> e <i>Bottom-to-bottom</i> usadas na ciência dos materiais para obtenção de nanomateriais em geral (Adaptada de: Dolez, 2015).....	10
Figura 2 - Representação esquemática da produção de fibras por Eletrofiação: parâmetros de solução, de processo e de ambiente. Adaptada (Pelipenko et al., 2015).....	19
Figura 3 - Representação esquemática da configuração da SBS (a); representação esquemática da disposição e comportamento teórico do fluido comprimido ao sair da tubulação concêntrica externa à agulha (b)(Medeiros et al., 2009b).....	20
Figura 4 - Fibras não alinhadas (A) e alinhadas (B) de policaprolactona (PCL) obtidas por eletrofiação (Adaptado de XIE et al., 2010).....	23
Figura 5 - Fibras orientadas unidimensionalmente (A) e bidimensionalmente (B)(Yuan et al., 2017).....	23
Figura 6 - Esquema ilustrativo de coletor rotativo usado na eletrofiação (Adaptado de LEI et al., 2017).....	26
Figura 7 - Representação de alguns tipos de coletores rotativos citados na literatura (Adaptado de AFSHARI, 2017).....	27
Figura 8 – (A) Nanofibras eletrofiadas alinhadas de poliuretano. (B) Comparação na quantidade de colágeno produzido em sistemas com nanofibras de poliuretano alinhadas e não alinhadas (Adaptado de LEE et al., 2005)).....	29
Figura 9 - Ilustração de uma estrutura tridimensional de um tipo de sensor de gás com nanofibras alinhadas dispostas em sua superfície (Adaptada de AB KADIR et al., 2014).....	34
Figura 10 - Comparativo de fibras alinhadas e não-alinhadas que relaciona suas sensibilidades em aplicações para sensores de gás (Adaptada de AB KADIR et al., 2014).....	34
Figura 11 - Microscopia Eletrônica de Varredura de nanofibras alinhadas de SnO ₂ produzidas por eletrofiação para aplicação em sensores de gás. Adaptada de Ab Kadir et al., 2014.....	36
Figura 12 - Coletor rotativo montado com formato de coletor tipo tiras.....	37
Figura 13 - Vista explodida do coletor rotativo: (A) detalhe superior e (B) detalhe inferior.....	37

Figura 14 - Configuração dos componentes empregados na obtenção das fibras pelo método de SBS.	38
Figura 15 - Medidor de rotação (A) e anemômetro digital usado para a medição da velocidade do ar que chega ao coletor (B).	39
Figura 16 - Fluxograma de metodologia de produção do coletor rotativo.	40
Figura 17 - Fluxograma do procedimento experimental: produção das nanofibras...41	
Figura 18 – Quadro que mostra os pontos de onde eram retiradas medidas da velocidade do ar na chegada ao coletor, são 5 pontos destacados em vermelho na figura.	43
Figura 19 – Porta-amostras metálicos sem fita de carbono para coleta de amostras de fibras alinhadas para tratamento térmico e depois ensaio em MEV (A); porta-amostras metálicos contendo fita de carbono para coleta de amostras de fibras alinhadas para realização de MEV em fibras “verdes” (B).	45
Figura 20 - Coletor rotativo apresenta as nanofibras visualmente alinhadas entre as tiras de coleta (A); Aproximação de uma imagem das fibras dispostas de maneira visualmente alinhadas entre as tiras do coletor rotativo (B).	48
Figura 21 – Manta de nanofibras obtida com o coletor rotativo.....	49
Figura 22 - Fibras híbridas de SiO ₂ /PVA obtidas com tempo de fiação de 32 minutos utilizando rotação do coletor de 500 (A), 1500 (B) e 2500 (C) rpm; e obtidas com tempo de fiação de 128 minutos nas rotações de 500 (D), 1500 (E) e 2500 (F) rpm	50
Figura 23 – Gráfico comparativo de nanofibras híbridas de SiO ₂ /PVA alinhadas para tempos de fiação de 32 minutos e rotações de 500, 1500 e 2500 rpm no coletor rotativo (A); tempos de fiação de 128 minutos e rotações de 500, 1500 e 2500 rpm no coletor rotativo (B).	51
Figura 24 – Gráfico comparativo de nanofibras híbridas de SiO ₂ /PVA alinhadas acumulativo da porcentagem de fibras pertencente a cada faixa de desalinhamento utilizando tempos de fiação de 32 e 128 minutos e rotações de 500, 1500 e 2500 rpm; os valores das abcissas correspondem a faixa que vai do valor negativo ao positivo.	52
Figura 25 - Resultados dos tratamentos térmicos de calcinação supracitados realizados em fibras alinhadas coletadas. Nanofibras de Sílica antes alinhadas após a calcinação a taxas de 20 °C.min ⁻¹ (A); Nanofibras de Sílica antes alinhadas após a calcinação à taxas de 5 °C.min ⁻¹ (B); Nanofibras de Sílica antes alinhadas após a	

calcinação à taxas de 2 °C.min ⁻¹ (C); Nanofibras de Sílica antes alinhadas após a calcinação à taxas de 1 °C.min ⁻¹ (D)	53
Figura 26 – Fibras de sílica produzidas usando de Solução de SiO ₂ /PVA, imagens de MEV após calcinação das amostras “Si_PVA_2500_128_TT4” (A); “Si_PVA_2500_32_TT4” (B); “Si_PVA_1500_32_TT4” (C); “Si_PVA_2500_128_TT4” (D);	54
Figura 27 – Gráfico comparativo de nanofibras de SiO ₂ alinhadas para rotação do coletor de 2500 rpm e tempos de fiação de 32 minutos e 128 minutos (A); tempos de fiação de 32 minutos e rotações de 1500 e 2500 rpm no coletor rotativo (B).	55
Figura 28 – Fibras de sílica produzidas usando de Solução de SiO ₂ /PVA, imagens de MEV após calcinação das amostras “Si_PVA_0500_128_TT4”	56
Figura 29 – Gráfico comparativo não cumulativo das porcentagens de fibras alinhadas com destaque para a faixa de -10° e 10° para as amostras de nanofibras híbridas de SiO ₂ /PVA alinhadas para o tempo de fiação de 128 minutos e rotações de 500 rpm; e nanofibras de SiO ₂ alinhadas para mesmos tempo de fiação e rotação.	57
Figura 30 – Comparativo entre nanofibras híbridas de SiO ₂ /PVA, amostras “Si_PVA_2500_32” (A) e “Si_PVA_0500_128” (C), e nanofibras de sílica, amostras “Si_PVA_2500_32_TT4” (B) e “Si_PVA_0500_128_TT4” (D).....	58
Figura 31 – Gráfico comparativo entre nanofibras híbridas de SiO ₂ /PVA alinhadas e nanofibras de SiO ₂ que acumula a porcentagem de fibras pertencente a cada faixa de desalinhamento; tempos de fiação de 32 minutos e rotações de 500 e 2500 rpm; os valores das abcissas correspondem a faixa que vai do valor negativo ao positivo.	59
Figura 32 - Fibras de PVA 15% wt. em H ₂ O produzidas em 5 minutos com rotação do coletor de 500 (A), 1500 (B) e 2500 (C) rpm; e em 15 minutos com rotação do coletor de 500 (D), 1500 (E) e 2500 (F) rpm	60
Figura 34 – Gráfico comparativo não cumulativo das porcentagens de fibras alinhadas com destaque para a faixa de -10 e 10 graus para as amostras de nanofibras poliméricas de PVA alinhadas para o tempo de fiação de 32 minutos e rotação de 2500 rpm;	61

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Nanofibras poliméricas utilizadas na regeneração de tecido celular (Adaptada de: Pelipenko et al., 2015).	13
Tabela 2 - Descrição básica dos métodos mais utilizados para a produção de nanofibras e principais características dos mesmos (Adaptada de: Pelipenko, Kocbek and Kristl, 2015).	15
Tabela 3 - Comparativo que demonstra a eficiência de sensores de gás produzidos a partir de fibras alinhadas. Adaptada de Zhao <i>et al.</i> , 2012.	35
Tabela 4 - Reagentes utilizados para a execução da pesquisa.	39
Tabela 5 - Demais componentes que compõem a estrutura de coleta desenvolvida para esta pesquisa.	38
Tabela 6 - Metodologia utilizada para identificar a composição das soluções em que mais se destaca o alinhamento das nanofibras poliméricas produzidas.	42
Tabela 7 - Parâmetros fixados para o processo de fiação por sopro em solução das nanofibras alinhadas.	44

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	8
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	10
2.1	Nanomateriais	10
2.2	Nanofibras	13
2.2.1	Técnicas de Produção de Nanofibras	18
2.3	Coletores rotativos	21
2.3.1	Aplicações	28
3	MATERIAIS E MÉTODOS	37
3.1	Materiais	37
3.2	Metodologia	39
3.2.1	Preparação das Amostras	42
3.2.2	Obtenção das nanofibras por SBS	44
3.2.3	Tratamento térmico	46
3.2.4	Caracterização das Amostras	47
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	48
5	CONCLUSÃO	62
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	63
7	REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA	64
8	APÊNDICE	71

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento dos materiais é intrínseco a história da humanidade e o seu progresso está diretamente ligado a evolução e aprimoramento dos materiais, suas ferramentas e novas aplicações. No início do século XXI houve uma intensa procura por materiais nanoestruturados, pois foi observado que materiais nanoestruturados apresentam, por vezes, características e propriedades superiores aos seus homólogos não estruturados (Drive, 2009; Venugopal et al., 2008), se mostrando a nova fronteira da tecnologia dos materiais. Suas características e propriedades diferenciadas os tornaram candidatos em potencial para uma gama de aplicações, particularmente aquelas que requerem elevada área superficial e/ou de contato e/ou interfacial, elevada reatividade ou elevada porosidade.

É fato que as características morfológicas como tamanho e forma de um determinado material são fatores determinantes de algumas propriedades, tais como propriedades elétricas, magnéticas, mecânicas e outras (Zarbin, 2007). Nesse contexto, vêm se destacando as nanofibras, as nanofitas, os nanofios, os nanotubos e os nanobastões (Cui et al., 2008), os materiais nanoestruturados 1D. Esses materiais são amplamente utilizados na nanotecnologia devido à sua estrutura única e propriedades diferenciadas, como elevada razão de aspecto e área superficial específica (Amini et al., 2012).

Diante da enorme busca por estes nanomateriais, as nanofibras passaram a ser produzidas por diversas técnicas. Dentre essas, a eletrofiação foi uma das que se apresentou mais eficiente para a produção de nanofibras de materiais poliméricos e cerâmicos, quando comparada às técnicas de deposição ou síntese química. No entanto, esta técnica possui desvantagens que limitam seu uso comercial. Nesse sentido surgiu a técnica de fiação por sopro, (*Solution Blow Spinning - SBS*), em solução que buscou sobrepor as desvantagens da eletrofiação e se mostrou muito eficiente na produção de nanofibras poliméricas e cerâmicas. A SBS possui certas vantagens em relação à técnica de eletrofiação, não utiliza energia elétrica e é capaz de produzir uma quantidade considerável de fibras em um menor tempo (parâmetro medido através da taxa de injeção de polímero), ou seja, tem melhor capacidade de produção em larga escala, boa diversidade de solventes que podem ser utilizados e os operadores não estão expostos ao perigo associado a altas tensões.

Por outro lado, frente ao enorme potencial econômico e tecnológico das nanofibras várias pesquisas passaram a ser desenvolvidas nos últimos quinze anos buscando a produção de nanofibras alinhadas. Nesses estudos destacam-se as pesquisas envolvendo coletores para eletrofiação que buscam obter o alinhamento das fibras produzidas. Esses coletores são em geral do tipo rotativo e um dos tipos mais utilizados é o coletor rotativo tipo mandril (Sahay et al., 2011). Mas não se observa estudos devotados a análise do alinhamento de nanofibras produzidas por SBS e nem o volume de pesquisas que se observa na técnica de eletrofiação envolvendo o desenvolvimento de sistemas coletores específicos ou adaptados a coleta alinhada de nanofibras ou para aplicações envolvendo o uso de nanofibras alinhadas.

Recentemente alguns estudos têm apresentado a utilização da fiação por sopro em solução como técnica para a síntese de nanofibras (Costa et al., 2016, 2012a; Farias et al., 2015a, 2015b; Medeiros et al., 2016, 2009a; Oliveira et al., 2013) evidenciando seu sucesso no desenvolvimento de nanofibras de vários polímeros e materiais cerâmicos. No entanto, a lacuna de pesquisas envolvendo o desenvolvimento de sistemas coletores voltados as necessidades da fiação por sopro em solução e a produção de nanofibras alinhadas usando SBS ainda é latente. Assim, observa-se a necessidade de estudos das condições operacionais utilizando-se a fiação por sopro em solução, particularmente voltados para produção de um coletor adaptado as características da SBS e para a produção de nanofibras cerâmicas alinhadas. Deste modo este trabalho de dissertação tem por objetivo o desenvolvimento de um coletor rotativo para uso em fiação por sopro em solução e produção de nanofibras alinhadas de sílica. Para tanto, será construído um protótipo de coletor, será analisado a influência de configurações geométricas do coletor na sua eficiência no alinhamento de nanofibras de sílica e buscar-se-á a produção de mantas constituídas por nanofibras alinhadas de sílica.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Nanomateriais

O termo “nanotecnologia” foi popularizado apenas em 1986 após K. E. Drexler publicar seu livro: “Engines of creation”, porém bem antes disso já era usado por Taniguchi e Feynman quando discutiam a aproximação “top-down”. Drexler foi responsável por descrever uma nova aproximação, “bottom-up”, que se faz pelo uso da engenharia molecular para desenvolver dispositivos na escala molecular com precisão atômica. Na Figura 1 são demonstradas através de um esboço simples as aproximações supracitadas. Entre outros fatores, a nanotecnologia é admirada por causa da multidisciplinaridade necessária para seu desenvolvimento, do fato de as propriedades do nanomaterial serem determinadas pelo comportamento fundamental dos átomos que o compõem, e porque controlar os materiais em nível atômico é um dos maiores desafios atuais da humanidade (Dolez, 2015; Drive, 2009).

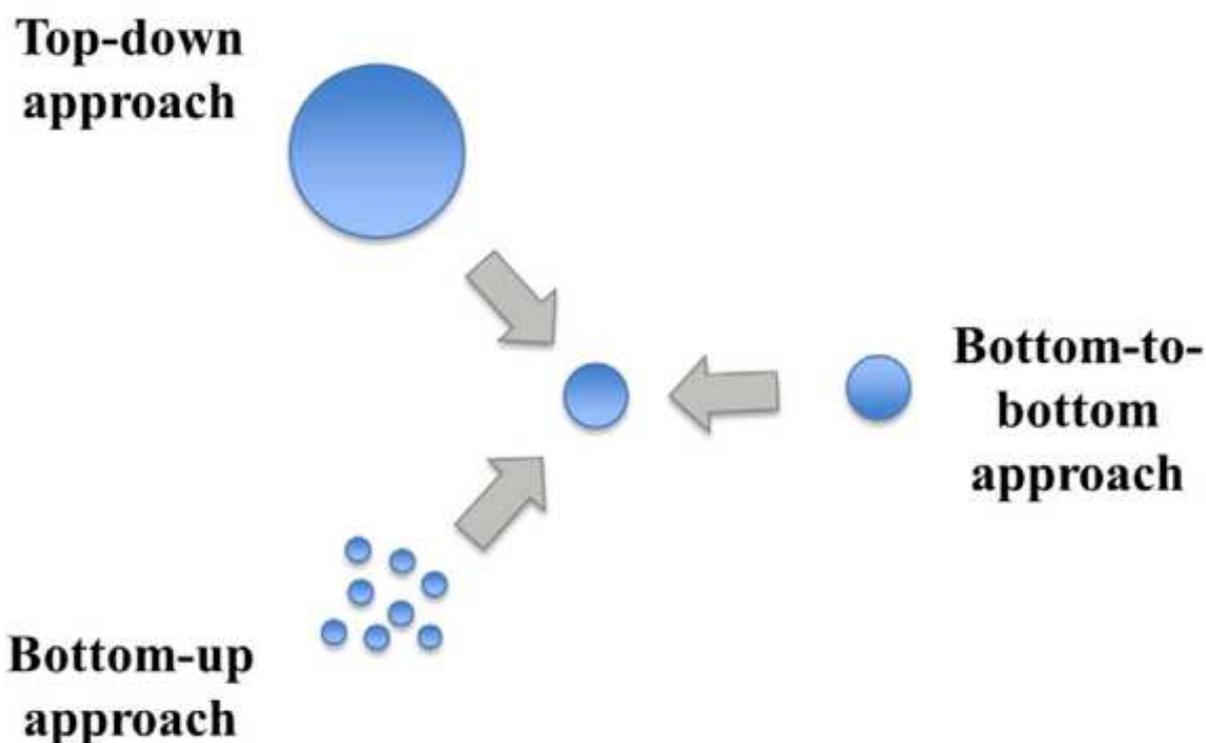


Figura 1 - Representação esquemática das aproximações *Top-down*, *Bottom-up* e *Bottom-to-bottom* usadas na ciência dos materiais para obtenção de nanomateriais em geral (Adaptada de: Dolez, 2015).

Então em Baltimore, na década de 1990, foi realizado o primeiro Simpósio Internacional de Nanociência e Nanotecnologia, local onde fora anunciado ao mundo um novo ramo da ciência dos materiais, a ciência dos nanomateriais. O prefixo “nano” vem da palavra em grego para “anão” (*nanos*) e tem sido utilizado para dimensões como “metro” ou “segundo” em que se quer dimensionar um milionésimo da unidade em questão. De acordo com a Organização Internacional de Normatização (*International Organization for Standardization – ISO*), o prefixo nano é utilizado para definir materiais com tamanhos entre 1 e 100 nm. Os materiais com dimensões entre 100 nm e 1 μm são caracterizados como materiais com estruturas submicrométricas (Ramaseshan et al., 2007). Na natureza podemos encontrar alguns exemplos de nanomateriais, tais como as moléculas de DNA, o parvovirus e as proteínas (Dolez, 2015; SHI et al., 2015). Entre 60 e 250 nm está aproximadamente o diâmetro de um vírus, em torno de 2000 nm o de uma célula vermelha sanguínea e entre 30000 e 50000 nm o diâmetro de um fio de cabelo humano (SHI et al., 2015).

Quando se reduz o tamanho das dimensões do material para nanômetros, a razão entre a área superficial e o volume aumenta de forma muito acentuada, há uma maior contribuição dos fenômenos de superfície nas propriedades dos materiais, uma maior funcionalidade de ligações químicas, uma alteração de rugosidade superficial, bem como a redução no tamanho crítico dos defeitos. Os nanomateriais podem ser classificados quanto a sua origem, suas formas e dimensões, de acordo com seus constituintes, além de seu potencial tóxico. Quando classificados pela sua origem, os nanomateriais podem ser de origem natural ou sintéticos. Os sintéticos ainda podem ser divididos em “incidental” (aleatórios) ou nanomateriais provindos de atividades de engenharia (nanoestruturados) (Dolez, 2015). Quanto às suas dimensões, pode-se dizer que quando todas as suas dimensões estão em escala nanométrica, este será classificado como zero dimensional (0D), a exemplo das nanopartículas. Quando apenas uma de suas dimensões não se encontra na escala nanométrica, este será classificado como unidimensional (1D), como por exemplo nas nanofibras. E quando duas de suas dimensões não estão em escala nanométrica, este será classificado como bidimensional (2D), pode-se citar como exemplo os nanofilmes e nanofitas (Comini et al., 2013).

Os materiais nanoestruturados unidimensionais, como nanofios, nanofitas e nanofibras são amplamente utilizados na nanotecnologia devido à sua estrutura única e propriedades diferenciadas, como elevada razão de aspecto e área superficial específica (Amini et al., 2012). Essas características tornam esses materiais candidatos em potencial para uma gama de aplicações, particularmente aquelas que requerem elevada área de contato e/ou interfacial ou elevada porosidade.

Uma das áreas de maior abrangência na aplicação de nanomateriais é, atualmente, a biomedicina. A primeira geração de materiais utilizados compreende o conjunto daqueles que são inertes ao ambiente corporal, sendo estes aplicáveis, geralmente através da inserção de scaffolds, na reposição de tecidos para ferimentos na pele, ossos, tendões, ligamentos, cartilagens, tecidos periodontal, muscular e cardíaco. Materiais não tóxicos, tais como os metais resistentes à corrosão, as biocerâmicas e os materiais poliméricos insolúveis, são biomateriais padrões dessa categoria (Hench, 2013; Krishnan e Lakshmi, 2013; Pelipenko et al., 2015). Implantes sintéticos são, geralmente, uma opção na substituição destes tecidos danificados, porém os mesmos podem sofrer com uma fraca interação com o organismo e/ou gerar infecções e outras reações que, além de prejudicar o tratamento do paciente por causa da rejeição, resultarão na perda do material implantado e de todo o trabalho para produzi-lo (Saiz et al., 2013). Devido às várias aplicações possíveis para este tipo de material dentro dos mais diversos mercados, seu valor tem aumentado na última década. Estima-se uma valorização de 19,8% ao ano de 2014 a 2019, e este mercado movimentou cerca de 22,9 bilhões de dólares americanos só em 2013 e o valor deve chegar a 64,2 bilhões de dólares americanos em 2019 (Dolez, 2015).

Como um exemplo de nanomateriais, as nanofibras têm se tornado ótimas candidatas para muitas e importantes aplicações, como: a catálise (particularmente em aplicações em altas temperaturas), membranas/filtração, conversão e armazenamento de energia, aplicações eletrônicas e óptico-eletrônicas, sensores (para as mais variadas aplicações), uso aprimorado em biomateriais (“scaffolds” e liberação controlada de fármacos) e aplicações estruturais em nanocompósitos (Aruna et al., 2017; Dolez, 2015; Li et al., 2017; Malwal e Gopinath, 2016; Pelipenko et al., 2015; Rutledge e Fridrikh, 2007; SHI et al., 2015; Thenmozhi et al., 2017; Xue et al., 2017)

2.2 Nanofibras

Uma classe de nanomateriais muito produzida em laboratórios ao redor do mundo é a das nanofibras, estas desempenham papel importante na evolução de inúmeras áreas da tecnologia devido ao seu crescente cenário de aplicações: indústria têxtil, de cosmética e cuidados pessoais, alimentos, química, da construção, filtração e purificação de águas, neurociência, biomedicina, automotivo, aeroespacial, sensorial, eletrônica, entre outros (Dolez, 2015; Pelipenko et al., 2015). Durante o processo de fabricação das nanofibras, drogas e medicamentos podem ser adicionados nas fibras ou em suas superfícies, tais como antibióticos, proteínas, genes e outros, por isso mesmo que boa parte das aplicações desenvolvidas por pesquisadores é em biomedicina (Pelipenko et al., 2015). Na Tabela 1, pode-se verificar o crescimento do uso de nanofibras na regeneração do tecido celular, o que demonstra o crescimento do uso das nanofibras na indústria medicinal.

Tabela 1 - Nanofibras poliméricas utilizadas na regeneração de tecido celular (Adaptada de Pelipenko; Kocbek; Kristl, 2015).

Tecido alvo	Composição da nanofibra
<i>Ferimentos na pele</i>	Nanofibras de quitosana lotadas com nanopartículas de prata; nanofibras de quitosana/PEO lotadas com fatores de crescimento; nanofibras de poliuretano; nanofibras de gelatina/poliuretano lotadas com prata-sulfadiazina; nanofibras de PVA; nanofibras de PVP com emodin, poli-N-acetil glucosamina, e nanofibras de PCL/PEO com fator de crescimento da epiderme humana para cura de ferimentos oriundos da diabetes.
<i>Pele</i>	Nanofibras <i>core-shell</i> de gelatina/copolímeros PLA-PLC (P(LA-CL)) com fatores de indução epidérmicos encapsulados; nanofibras de PLA/quitosana; e nanofibras de PLA/quitosana/colágeno
<i>Ossos</i>	Nanofibras de hidróxido de hepatita contendo quitosana; nanofibras de poliamida-6/lactato de cálcio; nanofibras a base de quitosana; nanofibras feitas de P(LA-CL) lotadas com a proteína 2 morfogenética do osso; nanofibras de PCL com nanopartículas de sílica; nanofibras de celulose e colágeno; nanofibras de quitosana reforçadas com poli(succinato de butileno).
<i>Tendões e ligamentos</i>	“Scaffold” cerebral de PLA nanofibrilar; “scaffold” híbrido de PLGA fibrilar com fator de crescimento de fibroblastos; nanofibras de poli(lactido-co-varepsilon-caprolactona) Nanofibras alinhadas de colágeno; nanofibras de celulose/colágeno com genipin reticulado, nanofibras de PLGA.
<i>Cartilagem</i>	Nanofibras a base de quitosana; nanofibras de peptídeos; nanofibras de PLLA enxertadas com gelatina cationizada; nanofibras PVA/PCL.

<i>Periodontal</i>	Nanofibras de PCL/quitosana; nanofibras PCL com benzoato de metronidazol incorporado; nanofibras de PLLA
<i>Muscular/cardíaca</i>	Nanofibras PCL altamente orientadas com polianilina incorporada; nanofibras de hemoglobina/gelatina/fibrinogênio reticuladas com ácido fitico para aprimoramento da diferenciação cardiomiogênica; nanofibras de PCL/gelatina orientadas para tecidos cardíacos nanoestruturados
<i>Nervos</i>	Colágeno alinhado; nanofibras de P(LA-CL)/colágeno, colágeno/PLGA, PLGA/PCL e quitosana/PCL; nanofibras de PCL/quitosana e laminina funcionalizada
<i>Vasos sanguíneos</i>	Nanofibras de fibrina de teias de aranha/PCL/gelatina ou quitosana para tecidos vasculares nanoestruturados de pequenos diâmetros; nanofibras de PGA/colágeno.

Vislumbrando o grande potencial tecnológico dessas fibras, ao longo dos últimos vinte anos um grande número de abordagens foi desenvolvido para a produção de nanofibras poliméricas e cerâmicas. Nesse cenário, diversas pesquisas vêm sendo realizadas visando o desenvolvimento de rotas ou o aprimoramento das técnicas existentes, a fim de se obter fibras com diâmetros nanométricos de forma rápida, eficiente e com maior produtividade. Dentre essas metodologias tem-se as técnicas de produção de “fição direta”: fição de fundido (“melt spinning”), fição por sopro (“solution spinning”), fição por sopro de fundido (“melt blowing”), eletrofição (“electrospinning”), fição por jato centrífugo (“centrifugal jet spinning”) e fição por sopro em solução (“solution blow spinning”).

Atualmente a técnica de eletrofição é a mais estudada e pesquisada para produção de nanofibras poliméricas e cerâmicas, tendo ocorrido nos últimos anos a publicação de estudos reportando a produção de nanofibras de mais de 150 diferentes tipos de materiais usando a eletrofição (Li et al., 2017; Malwal e Gopinath, 2016; Pelipenko et al., 2015; Rutledge e Fridrikh, 2007; Thenmozhi et al., 2017; Xue et al., 2017). Apesar de sua eficiência comprovada no controle da morfologia da fibra, a eletrofição apresenta limitações como a sua baixa produtividade (dificultando sua produção em larga escala e encarecendo um eventual produto final) e produção de nanofibras a partir de sistemas contendo apenas solventes com elevada constante dielétrica. Também por esses motivos que recentemente foi desenvolvida uma técnica chamada fição por sopro em solução (*Solution Blow Spinning - SBS*) para a produção de nanofibras poliméricas (Medeiros et al., 2009b) e mais recentemente, em 2015, a fição por sopro em solução foi

utilizada pela primeira vez para a produção de nanofibras cerâmicas (Farias et al., 2015a, 2015b). Pode-se dizer então que esta técnica é provida de elevada simplicidade e produtividade, barateando muito os custos de produção (Farias et al., 2015a, 2015b; Li et al., 2015; Silva et al., 2015).

A produção destas nanofibras não está restrita a poucas técnicas, suas vantagens e desvantagens frente a qualidade das fibras produzidas, capacidade de produção em larga escala e outros aspectos quando comparadas umas às outras estão dispostas na Tabela 2.

Tabela 2 - Descrição básica dos métodos mais utilizados para a produção de nanofibras e principais características dos mesmos (Adaptada de Pelipenko; Kocbek; Kristl, 2015).

Método	Descrição
" <i>Drawing</i> "	Fibras são fabricadas conectando uma quantidade ínfima de solução polimérica previamente depositada a uma superfície pontiaguda e arrastando-a esta como uma fibra líquida (ponte), que é solidificada após evaporação do solvente. Não produz fibras em larga escala, pois produz de maneira descontinuada. Seu processo simples de fabricação resulta numa qualidade limitada da produção.
Eletrofiação	Nanofibras são produzidas por uma solução viscoelástica de um polímero e seu fundido sob aplicação de altas voltagens. Esta técnica permite a fabricação de fibras de comprimento ilimitado, nanofibras simples e <i>core-shell</i> , configuração simples, mas de grande diversidade de polímeros e solventes a serem usados. Uma técnica de um passo que pode ser usada para produção em larga escala, porém requisita alta-voltagem para a produção, é cara para produzir e requer conhecimento específico dos operadores, requer o uso de alguns solventes e os parâmetros numerosos afetam o processo
" <i>Forcespinning</i> "	Fibras são produzidas utilizando uma solução polimérica de alta concentração ou fundido sob aplicação de força centrípeta. Esta técnica, além de ser livre de alta-voltagem, é passível de produção em larga escala com boas taxas de produção, além de ser simples quando comparada a eletrofiação. No entanto, as fibras produzidas aqui não são usualmente muito mais finas do que 1 µm em diâmetro, a técnica gera ainda a degradação térmica de fundidos e utiliza soluções poliméricas altamente concentradas, o que aumenta os gastos com as mesmas.
Polimerização interfacial	Altas concentrações locais dos monômeros e ânions dopantes na interface líquido-líquido de duas soluções imiscíveis promovem a formação de ânions-monômeros agregados, que além disso agem como local de nucleação para polimerização. Esta técnica não permite a sua produção em larga escala por

	diversos motivos e, apesar de ser um processo barato por se tratar de um equipamento simples, falta controle na morfologia das fibras produzidas.
<i>"Melt blowing"</i>	Fibras são produzidas por extrusão de um polímero fundido através de um orifício e extraído o material até o coletor, que fica bem próximo. Ar quente é usado como uma força extrusora na forma de duas valas formando uma fresta em V. É uma técnica muito simples, tendo apenas um único passo, em que se é possível o controle do diâmetro controlando-se o diâmetro do orifício. É-se possível produzir em larga escala e não há necessidade do uso de solventes, porém a técnica é limitada a polímeros fundidos e muito viscosos, a um tamanho específico determinado pelo tamanho disposto na matriz e provoca a degradação térmica de fundidos.
Separação de Fase	Primeiramente, um gel é formado resfriando a solução polimérica à temperatura de gelificação. Após isso, o gel é imerso em água destilada para troca de solvente, seguidos pela remoção da água destilada, filtrando com papel, e transferindo para secagem. Esta técnica não produz em larga escala, porém é uma técnica simples que não necessita de equipamentos especiais. Suas grandes desvantagens são possuir parâmetros numerosos e o fato de ser limitada a poucos polímeros
<i>"Self-assembly"</i>	Moléculas anfifílicas estão associadas com blocos de construção que se auto associam até que tenha então a produção de nanofibras. É uma técnica capaz de ser ajustada para a produção de nanofibras com diâmetros muito pequenos, porém o controle de sua morfologia e orientação não está disponível até o presente momento, além de não ser possível a produção de fibras em larga escala por esta técnica.
<i>"Template melt blowing"</i>	Polímero fundido é forçado por um parafuso de extrusão por um molde ou aparato de fiação e depois resfriado e solidificado. Membranas de óxido de alumínio anódico são usadas como um modelo, não há necessidade do uso de solvente e pode-se obter diâmetro de fibra homogêneo. Não é possível produzir em larga escala, principalmente porque esta técnica consome um tempo elevado, além disso a mesma produz fibras muito pequenas.
<i>"Template synthesis"</i>	Nanofibras são formadas em numerosos poros cilíndricos de uma membrana nanoporosa por polimerização oxidativa efetuado eletroquimicamente ou quimicamente. Membranas de óxido de alumínio anódico são comumente usadas como um modelo. É capaz de produzir nanofibras alinhadas, porém é tida como uma técnica complexa de produção de nanofibras e também não dispõe de produção em larga escala.

Esta evolução das técnicas de produção de nanofibras que permitiu a boa parte dos materiais poliméricos e cerâmicos disponíveis serem utilizados e

conformados em nanofibras em que até mesmo materiais híbridos (orgânico/inorgânico) são suportados (Liu et al., 2010). Nanofibras produzidas a partir de óxidos cerâmicos, por exemplo, podem ser aplicadas em ambientes quimicamente agressivos e em uma ampla faixa de temperaturas. Isso se deve ao fato desses serem altamente estáveis térmica e quimicamente (Schawaller et al., 2012). Esse passo é muito importante, pois o aumento da quantidade de materiais que podem ser utilizados na produção aumenta também a gama de aplicações disponíveis, e dentre outras podemos citar os dispositivos ópticos e magnéticos, sensores e biossensores, dispositivos aplicáveis na medicina, nanoeletrônicos, tecidos nanoengenhirados, filtração e estruturas compósitas, células combustíveis e solares, além das aplicações em catálise (Ramaseshan et al., 2007).

Sabe-se que vários parâmetros são importantes no controle das morfologias das nanofibras, entre eles estão: a viscosidade da solução, a velocidade de injeção da solução e da evaporação do solvente, tipo de solvente, a pressão do gás (SBS), concentração polimérica, a distância de trabalho e de protução da agulha interna (SBS), além das condições operacionais como a pressão, umidade, temperatura, diâmetro do bico de fiação, matriz de fiação, características do coletor, taxa de alimentação da solução e entre outras (Ding et al., 2010; Li e Xia, 2004; Medeiros et al., 2009b; Oliveira et al., 2010) Nesse contexto da evolução nos processos de produção de nanofibras poliméricas e cerâmicas, verifica-se também que o alinhamento de nanofibras vem apresentando elevado destaque devido ao fato de determinadas propriedades apresentarem-se presentes em fibras alinhadas obtidas, mas não apresentarem-se da mesma maneira em fibras não-alinhadas. Para essas as aplicações são desenvolvidas em campos como da biomedicina, indústria dos compósitos, em setores da eletroeletrônica, em sensores e atuadores, no setor automotivo, aplicações magnéticas, ferroelétricas, ferromagnéticas e na mecânica estrutural (Ab Kadir et al., 2014; Li et al., 2003, 2004; Liu et al., 2017; Ma et al., 2011; Ramaseshan et al., 2007; Sahay et al., 2011; Tamura e Kawakami, 2010; Vimal et al., 2016; Wang et al., 2012; Yang et al., 2005; Yuan et al., 2017; Zhao et al., 2012a)

Nanofibras são promessas para o mercado. Essas têm alta resistência convectiva ao fluxo de ar quando comparam-se a vestimentas comuns com as que adotam esta tecnologia, enquanto a resistência ao transporte de vapor de água se mostra muito menor. Membranas produzidas com nanofibras possuem excelente

capacidade de agregar partículas de aerossol e possuem extrema habilidade de filtração, mesmo para a camada mais fina de fibras dispostas. Além disso, estruturas compósitas podem ter suas resistências melhoradas através do reforço com fibras. O uso de nanofibras como reforço a essas estruturas, principalmente por possuírem excelente área superficial específica, visa melhorar inclusive a superfície de contato fibra-matriz, fazendo com que o reforço aplicado tenha maior eficiência do que quando se aplica uma fibra convencional (Li e Xia, 2004). Fica evidente que, após o advento das fibras nanométricas e da descoberta de sua larga escala de utilidades, principalmente na área da biomedicina, a pesquisa científica busca cada vez mais um alto índice de produção para viabilizar sua aplicação comercial.

2.2.1 Técnicas de Produção de Nanofibras

2.2.1.1 Eletrofiação (*Electrospinning*)

A eletrofiação é uma técnica de fabricação de fibras que utiliza a força produzida por um campo elétrico para fabricar fibras com diâmetros nanométrico e submicrométricos. A eletrofiação possui uma configuração simples, que pode ser dividida em três partes (Sun et al., 2014): na primeira parte tem-se a bomba e seringa responsáveis por injetar a solução a uma taxa (ml/h) pré-determinada; na segunda parte tem-se a agulha ou ponta da seringa, onde se forma a gota da solução que é submetida a uma diferença de potencial elétrico – esta força vence a tensão superficial da solução e faz com que a gota sofra o estiramento responsável por formar a fibra; por fim tem-se o coletor, que possui uma diferença de potencial (DDP) com relação a ponta da agulha e é responsável por coletar as fibras produzidas, podendo ser disposto de forma estática ou dinâmica (Costa et al., 2012b; Pelipenko et al., 2015). Entre o coletor e a ponta da agulha tem-se distância de trabalho, que tem influência no processo de eliminação do solvente da solução e na disposição final das nanofibras no coletor.

Fibras têm sido produzidas com eficiência desta maneira, fibras de óxido de Cério em (Pontelli et al., 2011), fibras poliméricas em (Xu et al., 2015) e entre outras. O funcionamento da eletrofiação depende de uma série de parâmetros, que podem ser divididos em três grupos, parâmetros de processo, parâmetros ambientais e parâmetros da solução; voltagem aplicada, temperatura e viscosidade são exemplos

de cada um respectivamente (Costa et al., 2012b; Pelipenko et al., 2015; Portela et al., 2010). Na Figura 2 é possível visualizar um esquema da produção de fibras a partir da eletrofiação.

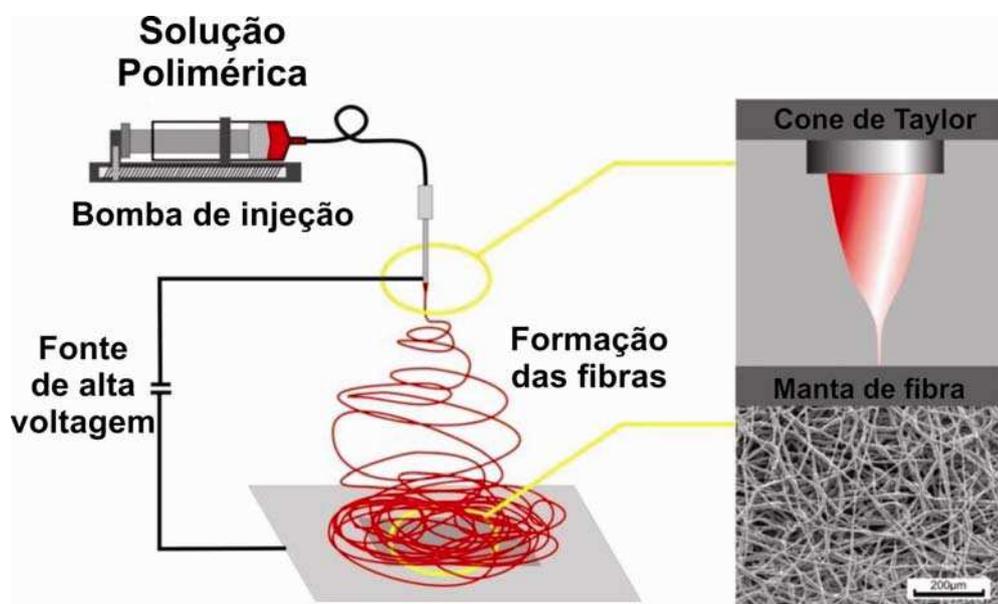


Figura 2 - Representação esquemática da produção de fibras por Eletrofiação: parâmetros de solução, de processo e de ambiente. Adaptada (Pelipenko et al., 2015).

2.2.1.2 Fiação por Sopros em Solução (*Solution Blow Spinning - SBS*)

A técnica de Fiação por Sopros em Solução foi desenvolvida inicialmente para a produção de nanofibras poliméricas, com o intuito de se ter um técnica que possibilitasse o desenvolvimento de nanofibras com eficiência (Medeiros et al., 2009b), tal como a eletrofiação, mas com maior produtividade e facilidade/flexibilidade de processamento e segurança para quem vai executá-la. Essa é baseada na eletrofiação, porém possui uma configuração mais simples, que pode ser dividida, de forma explicativa em três partes: a primeira parte em que se tem uma bomba de seringa responsável por injetar uma solução através de uma agulha a uma taxa pré-determinada, e um arranjo de tubos que permite que ar pressurizado saia pelos tubos externos de uma matriz de fiação contendo tubos concêntricos; a segunda parte corresponde a zona que ocorre o estiramento e secagem da fibra, e corresponde à distância da ponta da seringa ao coletor, local em que a gota de material que se forma na saída da matriz concêntrica é submetida a

uma força de compressão e em seguida de tração provocadas pelo ar; a terceira parte corresponde ao coletor, que é responsável por coletar as fibras produzidas, este pode ser disposto de maneiras distintas, estáticas ou dinâmicas, similares aos encontrados na eletrofiação (Medeiros et al., 2009b). A Figura 3 ilustra o sistema supracitado padrão. Algumas fibras cerâmicas precisam passar por um forno durante a segunda parte do processo para evaporação do solvente presente na solução, esse aparato não é descrito na Figura 1, mas está presente em trabalhos da literatura (Farias et al., 2015b).

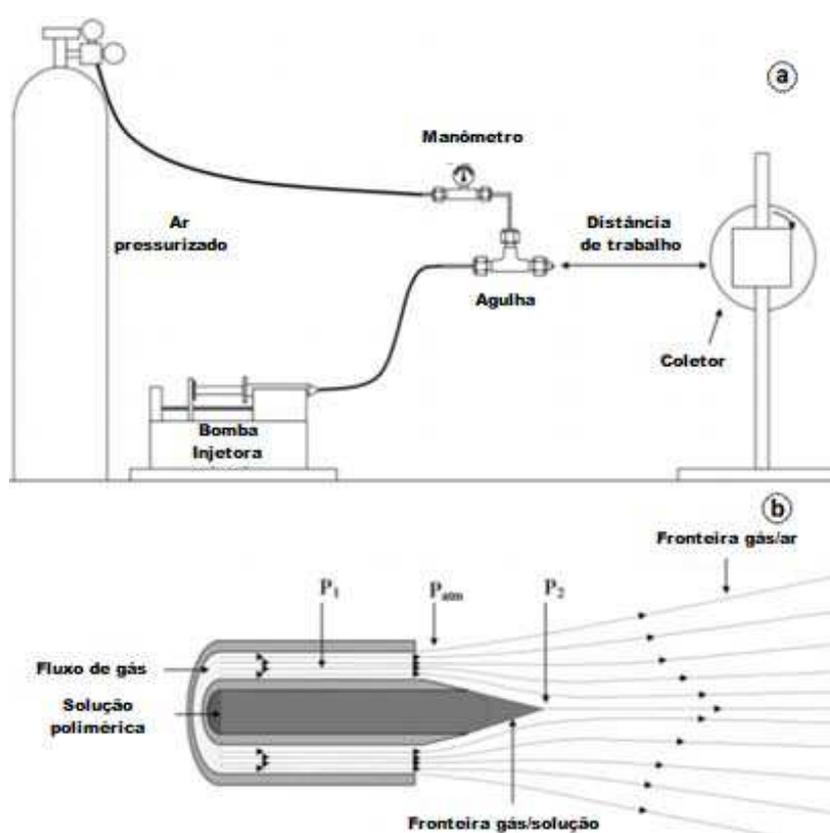


Figura 3 - Representação esquemática da configuração da SBS (a); representação esquemática da disposição e comportamento teórico do fluido comprimido ao sair da tubulação concêntrica externa à agulha (b)(Medeiros et al., 2009b)

Nesse sentido, nanofibras de vários polímeros foram fiadas com eficiência nos últimos anos utilizando-se a fiação por sopro em solução (Farias et al., 2015a; Medeiros et al., 2009b; Sakamoto, 2013; Silva et al., 2015). Por outro lado, nos últimos anos, estudos (Costa et al., 2016; Farias et al., 2015b; Hernandez-granados et al., 2016; Li et al., 2014) vêm evidenciando a viabilidade e eficiência dessa técnica

para a produção de nanofibras cerâmicas, sendo observado pesquisas bem sucedidas na fiação de microfibras e nanofibras cerâmicas, como de mulita, alumina, zircônia, ZnO e TiO₂. Esses resultados demonstram que a fiação por sopro em solução tem um grande potencial para produção de nanofibras a uma taxa superior a eletrofiação, bem como de produzir nanofibras com extensão e diâmetros similares (Farias et al., 2015b; Medeiros et al., 2009b; Sabbatier et al., 2014). Afirma-se que a concentração da solução é fator muito importante para a morfologia da fibra produzida por SBS. Então, deve-se, para obter fibras com diâmetros na escala nanométrica, utilizar soluções com baixas concentrações, no entanto, este tipo de modificação pode levar a aparição de gotas (beads) na fibra produzida (Oliveira et al., 2011).

2.3 Coletores rotativos

As nanofibras quando coletadas mostram frequentemente ausência de orientação, ou seja, não apresentam orientação estrutural, devido ao movimento de flexão e chicoteamento do jato de eletrofiação (Ner et al., 2009), o que é desfavorável para produzir estruturas com propriedades elétricas, ópticas e mecânicas diferenciadas que dependem dessa característica morfológica (Gou et al., 2014). A fabricação de membranas nanofibrosas com controle direcional melhorado das nanofibras tem trazido à pauta o estudo de mecanismos que envolvem desde o próprio processo de fiação até a criação de coletores e dispositivos que ajudem no alinhamento de nanofibras para aplicações práticas das mais diversas.

O controle sobre a organização unidirecional das nanofibras é necessário para desenvolver sistemas com propriedades e características potencializadas. Como exemplos têm-se membranas de alto desempenho baseadas em nanofibras ou o projeto de compósitos avançados reforçados com nanofibras. Nanofibras com estruturas alinhadas também provaram ser interessantes para aplicações em engenharia de tecidos, promovendo crescimento celular controlado, adesão e proliferação semelhantes aos da matriz extracelular natural. Em membranas de filtração, espera-se que as estruturas de fibras orientadas produzam quedas de pressão mais baixas e que a eficiência da filtração seja maior. Fibras alinhadas também são candidatas promissoras para o design de componentes ópticos

direcionais, como guias de onda e lasers baseados em nanofibras (Ner et al., 2009). Estudos também evidenciam um grande potencial para as fibras alinhadas serem aplicadas na engenharia de tecidos, biomedicina, indústria de compósitos, setores da eletroeletrônica, em sensores químicos, no setor automotivo, etc (Gou et al., 2014; Li et al., 2003; Li e Xia, 2004; Tamura e Kawakami, 2010; Xie et al., 2010; Zhao et al., 2012a).

Isso resultou, nos últimos anos, em um crescente interesse na obtenção de nanofibras orientadas anisotropicamente. Nesse sentido, diversas abordagens foram desenvolvidas para se obter nanofibras alinhadas por eletrofiação, com a maioria dessas técnicas dependendo do uso de eletrodos auxiliares e/ou a modificação do sistema de coleta das fibras, passando-se a utilizar um coletor de cilindro, tubo, fios ou placas rotativas (Ner et al., 2009). Deste modo, as nanofibras podem ser coletadas de forma alinhada, mas com uma variedade de ângulos e relações de alinhamento conforme o ajuste na velocidade rotacional dos coletores de cilindros e/ou do campo elétrico aplicado (Wang et al., 2017).

Em uma situação típica, as nanofibras eletrofiadas são depositadas no coletor com um arranjo do tipo não tecido, sem orientação preferencial para as fibras, tal como ilustrado na Figura 4 (A). Mas utilizando as técnicas mencionadas anteriormente é possível alinhar as fibras em um arranjo uniaxial, tal como ilustrado na Figura 4 (B).

Vários trabalhos vêm buscando melhorar a ordem e/ou o alinhamento de nanofibras poliméricas e cerâmicas (Wang et al., 2017). Na última década pesquisadores exploraram novos métodos mecânicos e eletrostáticos para controlar o processo de eletrofiação, afastando-se da coleta de nanofibras aleatórias e desordenadas para coletar nanofibras ordenadas e alinhadas (Bazbouz e Stylios, 2008).

Além de fibras alinhadas unidimensionalmente, Figura 5 (A), coletores rotativos podem ser utilizados para produzir fibras alinhadas cruzadas a 90° como demonstrado na Figura 5 (B), arranjo que tem grande influência nas propriedades mecânicas e biológicas da manta obtida.

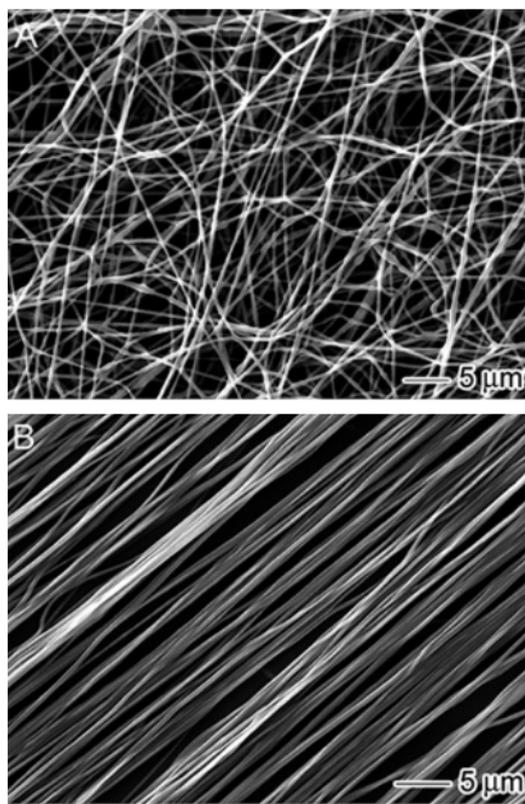


Figura 4 - Fibras não alinhadas (A) e alinhadas (B) de policaprolactona (PCL) obtidas por eletrofiação (Adaptado de XIE et al., 2010).

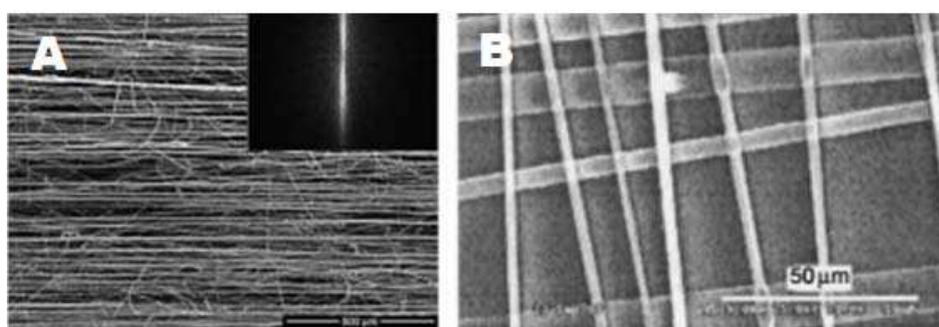


Figura 5 - Fibras orientadas unidimensionalmente (A) e bidimensionalmente (B)(Yuan et al., 2017).

A fabricação de sistemas nanofibrosos com controle direcional melhorado tem trazido à pauta o estudo de mecanismos que envolvem desde o próprio processo de fiação até a criação de coletores e dispositivos que ajudem no alinhamento de nanofibras para diversas aplicações. O alinhamento de nanofibras pode revolucionar aplicações existentes além de ajudar no desenvolvimento de novas aplicações (Afshari, 2017). Porém, produzir nanofibras alinhadas usando

eletrofiação requer o controle da instabilidade do jato na eletrofiação e assim, técnicas precisaram ser desenvolvidas ou modernizadas.

Um dos primeiros métodos desenvolvidos para este propósito empregou um mandril giratório para coletar nanofibras eletrofiadas, passando em seguida a serem utilizados cilindros ou tambores. Neste caso, a velocidade linear do mandril (ou do cilindro ou do tambor rotatórios) deve coincidir com a velocidade do jato (tipicamente 1-5 m/s). Se a velocidade de rotação for menor resulta em um alinhamento de fibra menos preciso e fibras aleatoriamente depositadas podem ser coletadas. Se a velocidade de rotação for muito alta, fibras contínuas não podem ser coletadas porque o jato com as fibras irá ter descontinuidade (Bazbouz e Stylios, 2008; Chronakis, 2015; Xie et al., 2010; Yuan et al., 2017). Assim, entende-se que há uma faixa ótima de rotação em que as fibras estarão melhor alinhadas e que esta é uma variável dependente de outros parâmetros utilizados na fiação, tais como a viscosidade da solução ou a distância do bico de fiação ao coletor.

Um outro tipo de coletor que pode ser utilizado na produção de nanofibras alinhadas é do tipo tiras, mas uma situação adversa pode ser visualizada após um tempo determinado de fiação: 15 minutos após o início da fiação as fibras começam a se emaranhar, porém um bom alinhamento conseguiu ser mantido até com 40 minutos de fiação (Katta et al., 2004). Deve-se ao possível fato de que, quando o coletor está muito preenchido de fibras, esse pode apresentar o comportamento de um coletor tipo tambor. É imprescindível o efeito comparativo entre eles para elucidar o entendimento deste fenômeno.

Verificou-se também, que quando se utiliza um tubo (também conhecido como tambor) ou anel rotatório como coletor, que há um bom alinhamento das fibras na direção circunferencial e em um ângulo com o eixo longitudinal do tubo (que depende do ângulo inicial de injeção da solução). Com uma variação desta metodologia, colocando-se assimetricamente um mandril rotativo tubular e carregado entre duas placas carregadas há a orientação circunferencial para o eixo longitudinal da estrutura tubular. Entretanto, observa-se também que em ambas as metodologias que as fibras de pequeno diâmetro permanecem orientadas aleatoriamente (Bazbouz e Stylios, 2008).

Outra metodologia que se destaca é o uso de um par de eletrodos separados por um espaço isolante como o sistema coletor. A presença de uma lacuna isolante destaca-se como um método particularmente simples e eficiente

para a orientação das nanofibras. A inclusão de uma lacuna de isolamento no coletor altera drasticamente a distribuição do campo elétrico entre a matriz de fiação carregada e o coletor aterrado. O alinhamento uniaxial da fibra é alcançado à medida que o jato caminha até a vizinhança do coletor e as cargas na fibra começam a induzir cargas opostas nas regiões condutoras através do espaço isolante. As atrações eletrostáticas entre as cargas opostas se estendem subseqüentemente e alinham a fibra através da abertura. Ademais, em um coletor convencional, as cargas na fibra depositada são, freqüentemente, rapidamente dissipadas pelo aterramento. No entanto, com a introdução de uma folga de isolamento, as cargas podem permanecer na fibra por um longo período de tempo, gerando repulsões eletrostáticas entre as fibras depositadas e as fibras de entrada. Este efeito melhora ainda mais o alinhamento das fibras em relação ao tempo de coleta (Xie et al., 2010).

Os estudos no desenvolvimento de sistemas e metodologias para o alinhamento das nanofibras eletrofiadas intensificaram-se no início deste século. Em 2004 (Li e Xia, 2004), pesquisadores afirmaram que: *“apesar de tudo progresso, o ângulo de alinhamento para nanofibras obtidas por coletores rotativos ainda estava muito longe da perfeição”*. 8 anos depois, pesquisadores (Kiselev e Rosell-Llompart, 2012) produziram nanofibras poliméricas, de poli (óxido de etileno) (PEO) e poliestireno (PS), alinhadas utilizando um coletor rotativo em que minimizaram o efeito chicote no jato da eletrofiação. Nessa pesquisa utilizou-se velocidades tangenciais na superfície do coletor que variaram de 2 até 15 m/s, obtendo-se fibras com elevado alinhamento, com 95% dentro de 1° de desalinhamento e com 100% das fibras obtidas dentro de 4° de desalinhamento. Este foi identificado como o melhor alinhamento obtido para nanofibras de PS até então. Além disso, o próprio movimento do coletor, no momento em que as nanofibras se depositam no mesmo, ajuda a corrigir o movimento de “chicotear” que apresenta as fibras em sua direção, também ajudando no alinhamento dessas (Jin et al., 2018).

Esse fato ilustra que a evolução da técnica objetivando o alinhamento das nanofibras ocorreu num curto espaço de tempo. Apesar dos esforços, trata-se de um desafio manter ou aprimorar propriedades físicas das fibras produzidas como a morfologia e o diâmetro da fibra quando combinadas com elevada porcentagem de alinhamento (Vimal et al., 2016).

Nesse sentido, em 2017, pesquisadores desenvolveram um sistema de alinhamento que utiliza a própria instabilidade do feixe para favorecer o alinhamento. O sistema coletor utilizado está ilustrado na Figura 6. Neste trabalho foram depositadas nanofibras no coletor, com 50% delas se mostrando paralelas entre si e 90% dentro de -5° a 5° de desalinhamento, o que é um resultado muito próximo do dos estudos do início da década (Kiselev e Rosell-Llompart, 2012), porém sem utilizar nenhum controle do jato de fiação. Deste modo, evidencia-se que, aparentemente, o sistema coletor é o fator preponderante no alinhamento das nanofibras no processo de eletrofiação.

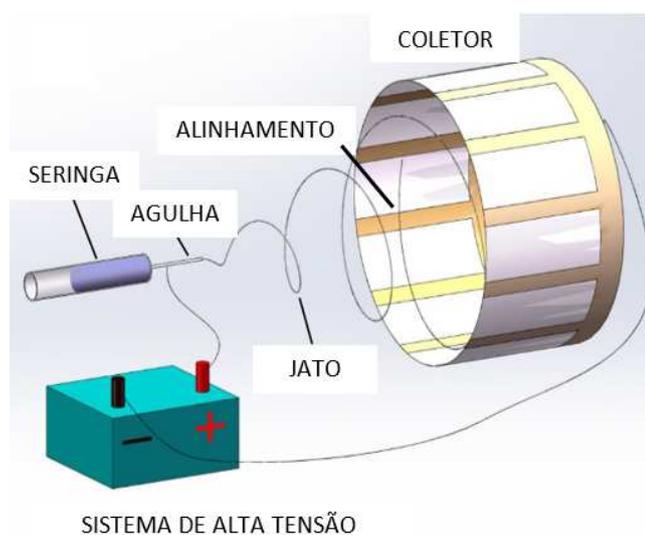


Figura 6 - Esquema ilustrativo de coletor rotativo usado na eletrofiação (Adaptado de Lei et al., 2017).

Sabe-se que o propósito do coletor rotativo é alongar mecanicamente as fibras durante a rotação, fazendo com que se alinhem em volta do mesmo (Sahay et al., 2011). O uso de coletores rotativos para o fim de alinhamento das nanofibras produzidas não é uma tarefa simples, muito embora a área superficial que se cobre com o coletor rotativo seja bem maior do que para coletores estáticos (Kiselev e Rosell-Llompart, 2012). Um fator que é comum em coletores rotativos é a necessidade de manipulações mais frequentes do que as necessárias em um coletor estático, por causa do uso de energia elétrica pela técnica de eletrofiação, o uso desses coletores pode se tornar caro e perigoso. Esse problema não é enfrentado, por exemplo, na técnica de fiação por sopro em solução.

Além disso, o funcionamento da eletrofiação depende de uma série de parâmetros, que podem ser divididos em três grupos, os de processo, os ambientais e os da solução. Na produção de nanofibras alinhadas, a taxa de injeção da solução,

o diâmetro do bico (agulha) de fiação, temperatura e umidade relativa são parâmetros que influenciam pouco no alinhamento das fibras produzidas. Estudos (Vimal et al., 2016) destacam que o raio de coleta e a rotação do coletor se mostraram fatores de maior influência para o alinhamento das fibras. Reforçando o que foi postulado anteriormente, que o sistema coletor é o principal responsável pelo processo de alinhamento. A Figura 7 ilustra vários sistemas coletores rotativos desenvolvidos ao longo dos últimos anos

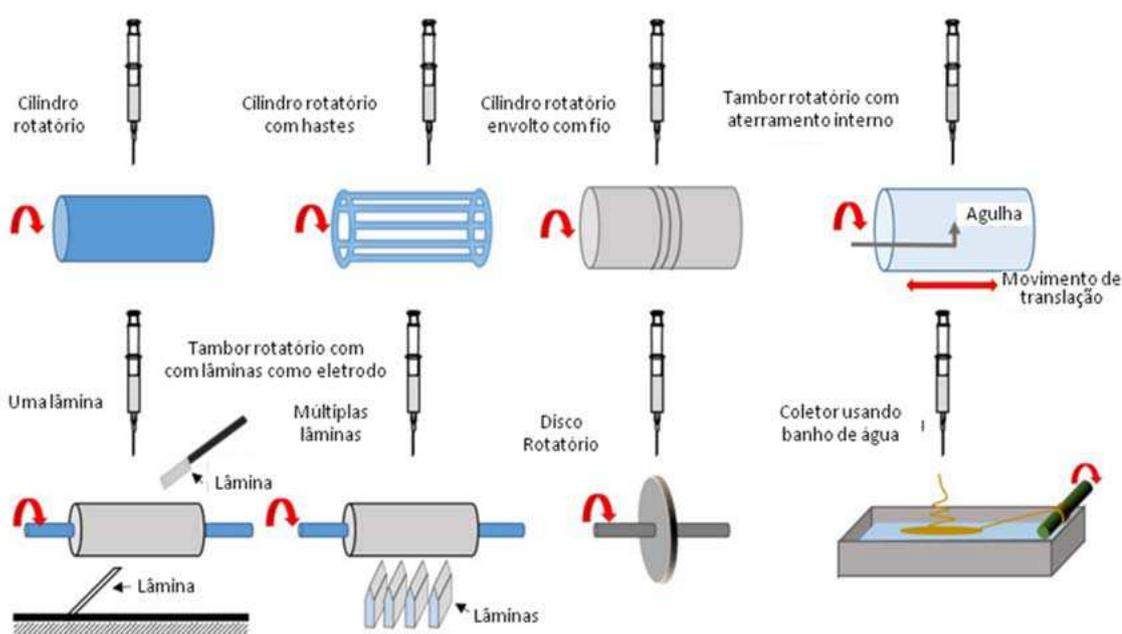


Figura 7 - Representação de alguns tipos de coletores rotativos citados na literatura (Adaptado de Afshari, 2017).

O alongamento das nanofibras resulta também em uma redução do diâmetro e alinhamento das fibras coletadas. Relata-se a influência dos formatos dos coletores na microestrutura de nanofibras de PCL/clorofórmio/diclorometano(DMF). Destaca-se para o coletor tipo tambor que o simples fato de haver rotação resulta numa diminuição do diâmetro médio da fibra e no alinhamento das fibras produzidas em que pelo menos 75% das mesmas apresentaram até menos do que 20° de desalinhamento (Alfaro De Prá. et al., 2017).

Outra questão observada no processo de alinhamento de nanofibras usando coletores rotativos é a quebra de nanofibras cerâmicas durante a coleta (Kiselev e Rosell-Llompart, 2012; Yuan et al., 2017). Durante a eletrofiação a fibra que está sendo produzida está sofrendo estiramento e cisalhamento porque o processo envolve um estiramento muito rápido na ponta da fibra produzida e a evaporação do

solvente que compõe a solução até a chegada da fibra ao coletor, e é justamente esta força de cisalhamento juntamente com a solidificação rápida e forçada que impedem que as cadeias poliméricas formadas na fibra relaxem provocando desequilíbrio. Isso tudo resulta numa cadeia polimérica conformada e cristalinidade diferentes de produtos obtidos por métodos antes mais convencionais de produção destas fibras (Li e Xia, 2004).

De forma geral, a literatura (Bazbouz e Stylios, 2008) destaca que a geometria do sistema coletor e a configuração do sistema de aplicação do campo elétrico e do aterramento alteram a disposição das forças eletrostáticas e conseqüentemente a disposição das fibras no coletor, podendo-se assim, desenvolver-se várias metodologias que permitem o alinhamento das nanofibras eletrofiadas com o adequado controle desses parâmetros. Nesse contexto, em coletores rotativos do tipo tiras o transporte das fibras alinhadas até as próximas etapas de processamento ou testes fica facilitada, mesmo para pequenas quantidades de fibras ou até mesmo uma única, facilitando a fabricação de dispositivos para aplicações diversas. Além disso, uma vasta quantidade de materiais podem ser coletados nesses coletores, tais como polímeros orgânicos, carbono, cerâmicas, compósitos e até nanofibras ocas (Li e Xia, 2004).

2.3.1 Aplicações

O interesse na obtenção de nanofibras alinhadas está na produção de estruturas para dispositivos eletrônicos, ópticos, sistemas de filtração e mecânicos com propriedades diferenciadas (Katta et al., 2004; Li et al., 2003; Li e Xia, 2004)., com destaque para os biomateriais e sistemas eletrônicos. Observando-se um grande direcionamento das pesquisas voltadas para o alinhamento de nanofibras eletrofiadas para aplicações em biotecnologia.

Nanofibras alinhadas produzidas por eletrofiação demonstraram ter elevado potencial para a aplicação na fabricação de scaffolds orientados que possuem propriedades anisotrópicas (físicas, mecânicas e etc), podem ser aplicados em fios de suturas, sensores, tecido vascular, regeneração de tecidos da pele, biomimetizar matrizes extracelulares, umidificadores anisotrópicos e membranas para células de combustível (Jin et al., 2018; Kiselev e Rosell-Llompart, 2012; Vimal et al., 2016; Yang et al., 2005).

Estudos (Lee et al., 2005) avaliaram os efeitos do alinhamento e direção das fibras na geração de fibroblastos do ligamento humano (FLH). Uma matriz nanofibrosa de poliuretano foi produzida utilizando a técnica de eletrofição. Para alinhar as nanofibras, foi utilizado um coletor de cilindro rotativo. Os FLH das nanofibras alinhadas eram em forma de fuso e orientados na direção das nanofibras. A Figura 8 (A) ilustra a orientação das nanofibras obtidas. O grau de produção da matriz extracelular foi avaliado pela comparação da quantidade de colágeno em estruturas alinhadas e orientadas aleatoriamente. Foi possível observar uma maior produção de colágeno nos sistemas utilizando nanofibras alinhadas, tal como ilustrado na Figura 8 (B). No entanto a proliferação não diferiu significativamente nos sistemas alinhados e não alinhados. Isto sugere que o formato do fuso observável em ligamentos intactos é preferível na produção de estruturas de matrizes extracelulares (*Extracellular Matrix - ECM*) (Lee et al., 2005).

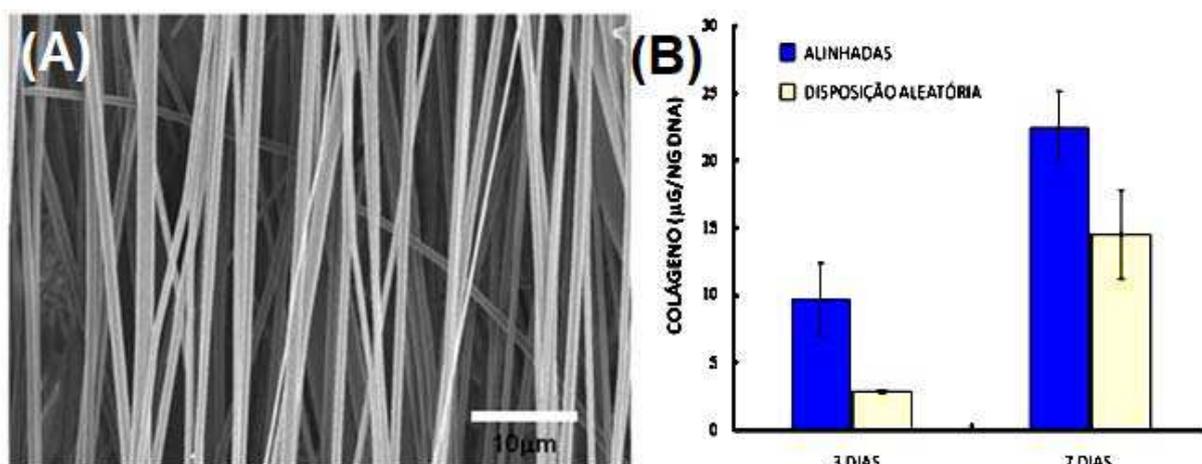


Figura 8 – (A) Nanofibras eletrofiadas alinhadas de poliuretano. (B) Comparação na quantidade de colágeno produzido em sistemas com nanofibras de poliuretano alinhadas e não alinhadas (Adaptado de LEE et al., 2005)).

Pesquisas (Yin et al., 2010) também abordaram a influência da orientação de nanofibras eletrofiadas na diferenciação de células-tronco. Este estudo teve como objetivo determinar os efeitos da nanotopografia na diferenciação de células estaminais/progenitoras de tendão humano (hTSPCs). Micrografias eletrônicas de varredura mostraram que as hTSPCs eram fusiformes e bem orientadas nas nanofibras alinhadas. A expressão de genes específicos do tendão foi significativamente maior quando do crescimento de hTSPCs em nanofibras

alinhas do que em nanofibras orientadas aleatoriamente em meios normais e osteogênicos. Além disso, células alinhadas expressaram níveis significativamente mais altos de subunidades integrina alfa1, alfa5 e beta1 e miosina IIB. Por outro lado, a atividade da fosfatase alcalina e a coloração com alizarina vermelha mostraram que a estrutura fibrosa orientada aleatoriamente induziu a osteogênese, enquanto a estrutura alinhada impediu o processo. Os experimentos In vivo com as nanofibras alinhadas induziram a formação de células fusiformes e tecido semelhante ao tendão (Yin et al., 2010).

Ainda em estudos envolvendo células-tronco, observou-se (Wang et al., 2012) que nanofibras alinhadas aumentavam o módulo de elasticidade e limite de tensão de malhas produzidas com PHBHHx e que o alinhamento das fibras dá condições para que as células-tronco mesenquimais (mesenchymal stem cells - MSCs) disponham-se alinhadas quando depositadas ao longo das nanofibras. As nanofibras alinhadas contribuíram para a diminuição da adipogênese e aumento da osteogênese em MSCs quando comparadas às nanofibras não-alinhadas (Wang et al., 2012). É grande o potencial de diferenciação de MSC's dispostas em nanofibras bem alinhadas e promissor o uso destas na produção de mantas ou estruturas tridimensionais com superfície alinhada em materiais para implantes osteo-indutivos (Wang et al., 2012).

Estudos verificaram que scaffolds feitos de nanofibras alinhadas são favoráveis à regeneração nervosa em virtude da adesão e proliferação das células nervosas ser superior nos sistemas alinhados, comparativamente aos não alinhados (Kim et al., 2016; Xie et al., 2010). As propriedades do material anisotrópico resultantes mostraram ser uma indicação eficaz para dirigir e aumentar o crescimento de neurites, proporcionando uma grande vantagem sobre outros materiais isotrópicos, tais como hidrogéis ou estruturas fibrosas não tecidas. Ao manipular sua morfologia, alinhamento, empilhamento e/ou dobramento, as nanofibras eletrofiadas podem ser montadas em um grande número de estruturas ou sistemas estruturados hierarquicamente. Todos esses atributos tornam essas nanofibras materiais muito interessantes para engenharia de tecidos neurais (Xie et al., 2010). Nesse sentido, pesquisadores (Kim et al., 2016) analisaram o uso de nanofibras de poli(ácido láctico-co-glicólico) (PLGA) e poliuretano (PU) orientadas e não orientadas, obtidas por eletrofiação, como condutores de guia de nervo. Além disso, nenhum estudo foi relatado sobre a fabricação de nanofibras alinhadas e

nanofibras orientadas aleatoriamente na mesma esteira. Observou-se que os tecidos produzidos com as nanofibras alinhadas, usados como revestimentos dos condutos para orientação nervosa (NGC), tinham características favoráveis, como permeabilidade seletiva, hidrofiliçidade e direção preferencial para o crescimento nervoso. A superfície interna do conduto nervoso coberta por nanofibras altamente alinhadas foi capaz de aumentar a proliferação de células neurais. As nanofibras alinhadas agiram como um guia para as células neurais e foram capazes de alcançar uma maior proliferação e migração celular em comparação com nanofibras orientadas aleatoriamente.

Assim, nanofibras alinhadas produzidas por eletrofiação demonstraram ter elevado potencial para a aplicação no tratamento e recuperação de tecidos nervosos (Vimal et al., 2016). As fibras alinhadas facilitam o crescimento direcional de células astrocitômáticas humanas, ainda que o aumento na quantidade de células encontradas esteja diretamente ligado à porcentagem de alinhamento das fibras (Vimal et al., 2016). A regeneração de tecidos nervosos tem sido facilitada pelo uso de uma estrutura tridimensional fibrosa produzida por fibras alinhadas que promovem o crescimento direcional de neurônios para preencher uma lacuna existente. Pode-se dizer que o alinhamento de fibras é crucial e de fundamental importância para esse tipo de aplicação, pois impacta diretamente no direcionamento das células em contato com a estrutura tridimensional fibrosa. Foi demonstrado que o alinhamento das nanofibras melhorou a habilidade das células depositadas a adquirirem uma morfologia alongada durante a incubação. Esta técnica pode ser utilizada para a criação de estruturas tridimensionais aplicadas para a regeneração de outros tecidos, tais como músculos, ligamentos e tendões (Vimal et al., 2016).

Além desses, sistemas tridimensionais com nanofibras alinhadas e com não alinhadas de PLLA (eletrofiadas) foram produzidos (Yang et al., 2005) e avaliou-se seu desempenho como substrato para células do tecido nervoso. Foi observado o comportamento de células tronco neurais (NSCs) e os resultados obtidos mostraram que a orientação, alongamento e crescimento das células nervosas seguem o alinhamento das nanofibras onde estas foram depositadas, o que mostra o alto potencial de aplicação das nanofibras alinhadas na neurociência (Yang et al., 2005).

Outro estudo com a fabricação de scaffolds 3D por eletrofiação de nanofibras alinhadas foi realizado e averiguado seu potencial na restauração de

tecidos danificados, como na mimetização de tecidos nervosos, tendões e até do tecido cardíaco a partir de ECM (Jin et al., 2018). Nanofibras bem alinhadas e filmes fibrosos montados camada-a-camada foram produzidos por eletrofiação e as estruturas bi e tridimensionais produzidas a partir delas podem ser utilizadas para prever e guiar o alinhamento durante o crescimento de elementos menores, como alguns tipos de células (Li et al., 2004; Li e Xia, 2004; Vimal et al., 2016).

Em estudo recente (Fee et al., 2016) verificou-se a influência da topologia do substrato produzido com nanofibras eletrofiadas de policaprolactona (PCL) no comportamento dos fibroblastos. Foram produzidos scaffolds contendo nanofibras aleatórias e alinhadas. Verificou-se, neste caso, que a orientação das nanofibras dentro da matriz não teve efeito sobre a proliferação de células aderentes, mas as células em substratos alinhados mostraram alongar-se e alinhar-se paralelamente à direção do alinhamento da fibra do substrato. Por outro lado, verificou-se que a expressão transcricional de oito genes foi estatisticamente diferente entre as duas condições (alinhadas e não alinhadas), com todas elas sendo reguladas positivamente na condição alinhada. As proteínas codificadas por estes genes estão ligadas à produção e polimerização de microfilamentos de actina, bem como a montagem de adesão focal. Em conjunto, os dados indicaram que os fibroblastos NIH3T3 em substratos alinhados se orientam paralelamente ao seu substrato e aumentam a produção de genes relacionados com a actina e a adesão focal (Fee et al., 2016).

Pesquisadores (Ma et al., 2011) também investigaram o efeito do alinhamento de nanofibras na diferenciação osteogênica de células estromais da medula óssea (*bone marrow stromal - BMS*). Nanofibras de PLA, produzidas por eletrofiação, foram usadas para reproduzir a morfologia e estrutura da matriz extracelular natural (*natural extracellular matrix - ECM*). O desvio percentual de aleatoriedade ideal (*Percent deviation from ideal randomness - PDIR*) é um parâmetro que indica a quantidade em porcentagem de fibras alinhadas. Células depositadas nas nanofibras alinhadas (PDIR = 86%) apresentaram alinhamento que acompanhou o das nanofibras. As células estromais da medula óssea (BMS) depositadas apresentaram boa extensão e seu alinhamento afetou a extensão da mineralização (Ma et al., 2011). O alinhamento de nanofibras, além de afetar a morfologia das células depositadas, também aumentou a deposição de cálcio nas

mesmas. Além disso, foi possível modular a expressão osteogênica de células BMS utilizando fibras alinhadas combinadas com outros fatores (Ma et al., 2011).

Nanofibras alinhadas foram utilizadas para estudar o efeito sinérgico de diferentes caminhos de crescimento de ramificações neurais (neurites) in vitro. As neurites sofreram grande influência pelo alinhamento das nanofibras estudadas, aumentando de comprimento em até 82 %. Estes resultados mostram que nanofibras alinhadas têm potencial de aplicação na engenharia de tecidos neurais, em que apresentou-se um caminho para recuperação de tecidos nervosos danificados (Xie et al., 2009)

A influência da orientação das nanofibras também foi observada no campo dos materiais eletro-eletrônicos. Pesquisas estudando nanofibras de fluoreto de polivinilideno (PVDF), um piezo-polímeros, fabricaram um dispositivo nanogerador com nanofibras alinhadas, usando dois métodos, um usando apenas o coletor rotativo e outro com o mesmo coletor mas com a aplicação de um campo magnético auxiliar. Os resultados demonstraram que a estrutura cristalina aumentou em ambos os métodos, mas a amostra fabricada pelo coletor rotativo no campo magnético tem maior sinal na resposta elétrica. Este resultado indica que, além de influenciar na estrutura cristalina, o alinhamento e o arranjo das nanofibras também podem alterar as propriedades piezelétricas do material (Sorayani Bafqi et al., 2017).

O SnO_2 é notadamente conhecido como um material utilizado na indústria de sensores de gás, a Figura 9 ilustra como pode ser produzido um tipo de sensor de gás, nessa configuração nanofibras alinhadas são depositadas em uma das superfícies do mesmo. Nanofibras alinhadas de SnO_2 foram obtidas por eletrofiação utilizando um coletor rotativo e demonstraram-se altamente favoráveis para operar também em sensores de gás a baixas temperaturas. As nanofibras são contínuas e possuem uma elevada resistência axial e ao mesmo tempo uma flexibilidade muito elevada quando comparadas a outras nanoestruturas também de uma dimensão. Estas nanoestruturas de uma dimensão (1D) se destacam por possuírem uma morfologia direcional que facilita o transporte dos portadores de carga, por se tratarem de nanofibras alinhadas cumprem melhor ainda esse papel do que as nanofibras não-alinhadas. Por esse motivo ainda, toda a matriz do material entra em contato mais rapidamente com as moléculas do gás a ser detectado. Essas fibras possuíram alta performance como sensor de gás devido a elevada área superficial específica apresentada por elas quando comparadas às nanofibras não-alinhadas

do estudo em questão (Ab Kadir et al., 2014; Abdul Rani et al., 2014; Chen et al., 2008).

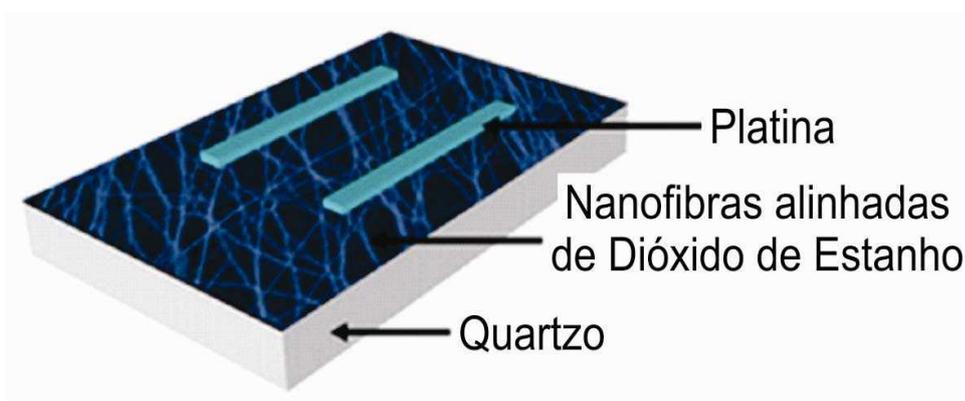


Figura 9 - Ilustração de uma estrutura tridimensional de um tipo de sensor de gás com nanofibras alinhadas dispostas em sua superfície (Adaptada de Ab Kadir et al., 2014)

Nanofibras porosas e alinhadas de SnO_2 exibiram boas propriedades sensoriais para etanol, exibindo alta sensibilidade e resposta rápida a $300\text{ }^\circ\text{C}$ quando comparadas a fibras não-alinhadas. Relata-se que o alinhamento e a morfologia das nanofibras têm grande efeito nas propriedades sensoriais de gás. Com respostas de aproximadamente 9 s e recuperação de 1 s, nanofibras porosas alinhadas de SnO_2 demonstram que têm potencial para aplicação em sensores de gás (Zhao et al., 2012a).

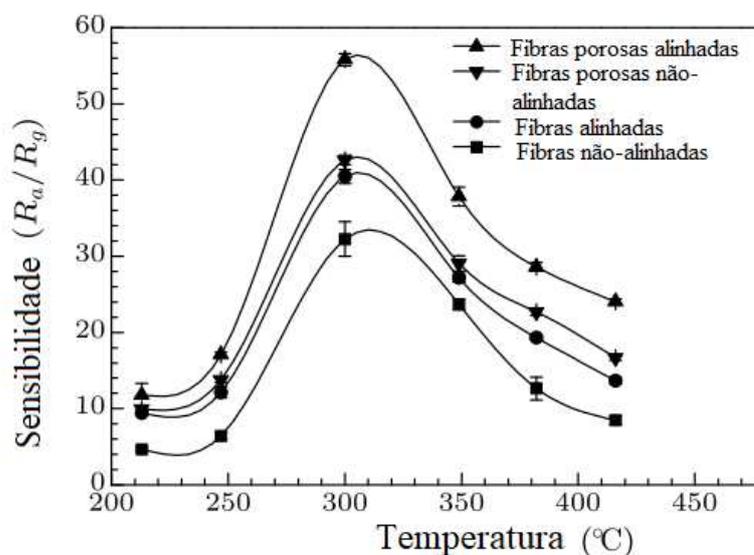


Figura 10 - Comparativo de fibras alinhadas e não-alinhadas que relaciona suas sensibilidades em aplicações para sensores de gás (Adaptada de Ab Kadir et al., 2014).

Para melhor demonstrar a eficiência de de nanofibras alinhadas em relação às não-alinhadas, a Tabela 3 mostra um pequeno comparativo entre estas com relação à sensibilidade ao vapor de álcool, ao tempo de resposta e de recuperação. A sensibilidade é a relação entre a resistência da fibra quando exposta ao ar seco e ao vapor de álcool. Assim que vapor de álcool é injetado, o tempo de resposta é o tempo que leva para a resistência mudar do valor que possui quando em contato com o ar seco para o valor quando em contato com o vapor de álcool em no mínimo 90 % de toda a fibra. E o tempo de recuperação é o tempo que leva para a resistência da fibra retornar em pelo menos 10 % após a retirada do vapor de álcool (Zhao et al., 2012a).

Tabela 3 - Comparativo que demonstra a eficiência de sensores de gás produzidos a partir de fibras alinhadas (Adaptada de Zhao et al., 2012b).

Morfologia	Sensibilidade	Tempo de resposta	Tempo de recuperação
Fibras porosas alinhadas	56	9	1
Fibras porosas não-alinhadas	42	9	1
Fibras alinhadas	40	14	1
Fibras não-alinhadas	32	15	1

Sensores produzidos a partir de materiais com dimensões nano e submicrométricas irão possuir melhor aproveitamento e maior eficiência (Thungon et al., 2017). Por apresentar alta área superficial específica, as nanofibras alinhadas de SnO₂ permitem acesso a um alto número de reações superficiais. Nanofibras alinhadas como as que podem ser vistas na Figura 11 são diretamente responsáveis pela melhora nas propriedades de sensores de gás a partir do momento em que estas, quando comparadas à nanofibras não-alinhadas, reduzem a resistência criada pelo coalescimento das nanofibras, já que o alinhamento evita boa parte deste fenômeno e melhora assim a resposta do sensor. Além de que o alinhamento das nanofibras reforçam o caráter unidimensional (1D) do sensor, obtendo assim melhores respostas no transporte de elétrons. Além disso, a morfologia de fibras alinhadas promove vacâncias de oxigênio que influenciam positivamente no comportamento das fibras como sensor a baixas temperaturas, que resulta em um excelente sensor de gás H₂. A melhora nas propriedades sensoriais de gás está

diretamente ligada às vacâncias de oxigênio, resultado de uma maior relação de área superficial por superfície de reação (Ab Kadir et al., 2014).

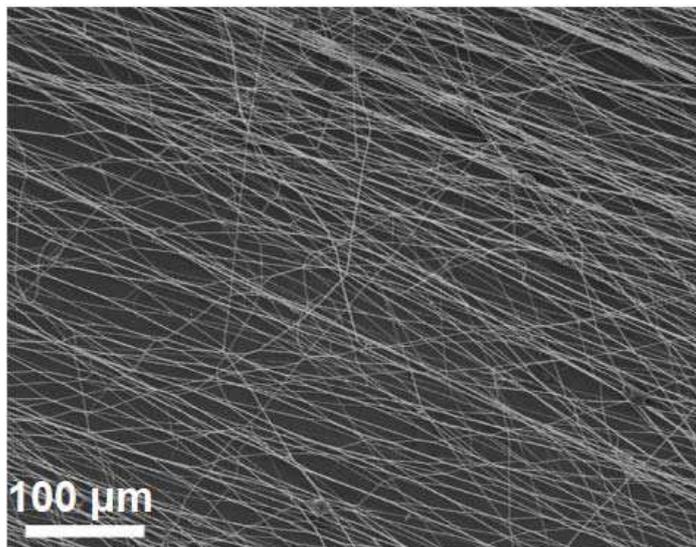


Figura 11 - Microscopia Eletrônica de Varredura de nanofibras alinhadas de SnO_2 produzidas por eletrofição para aplicação em sensores de gás. Adaptada de Ab Kadir *et al.*, 2014.

Nanofibras bem alinhadas demonstraram potencial para aplicação em células de combustível, as membranas foram carregadas com as nanofibras alinhadas no sentido de suas espessuras e os resultados mostraram performance superior das membranas que continham nanofibras alinhadas. Um dos motivos é que nanofibras alinhadas estudadas apresentam alta condutividade de prótons, baixa permeabilidade de gás no combustível e boas estabilidade química e térmica ao mesmo tempo. Em estudos simulados, por exemplo, a condutividade de prótons de nanofibras alinhadas uniaxialmente (1D) é 15 vezes maior do que em uma membrana densa sem nanofibras, sendo esse valor também maior do que para as mesmas nanofibras dispostas perpendicularmente (2D). O que demonstra a facilidade com que o transporte de prótons é realizado em nanofibras alinhadas e como este fator é primordial para o uso em sensores, as nanofibras alinhadas apresentam-se como grande avanço nessa área (Tamura e Kawakami, 2010).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

A partir de estudos de revisão bibliográfica, optou-se por utilizar um coletor rotativo para a produção de nanofibras alinhadas. Diante deste desafio e utilizando-se de um software CAD versão estudante, desenvolveu-se o projeto de um protótipo do coletor rotativo como pode-se observar nas Figuras 12 e 13.

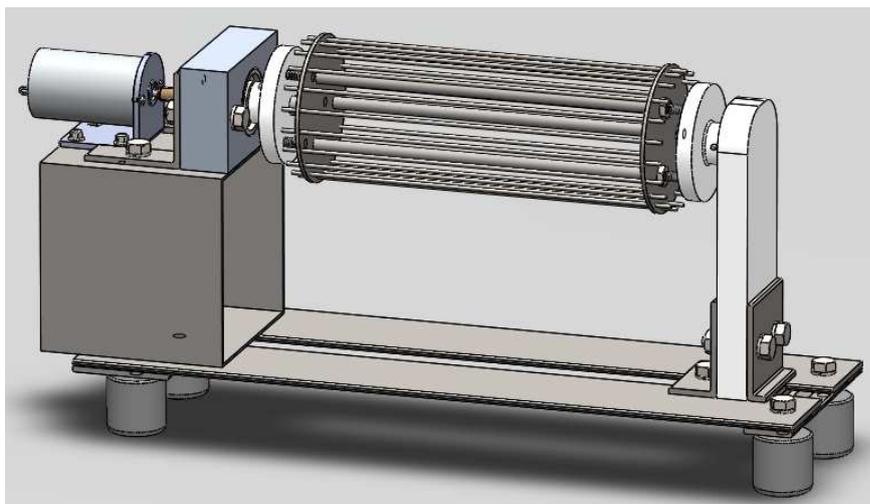


Figura 12 - Coletor rotativo montado com formato de coletor tipo tiras.

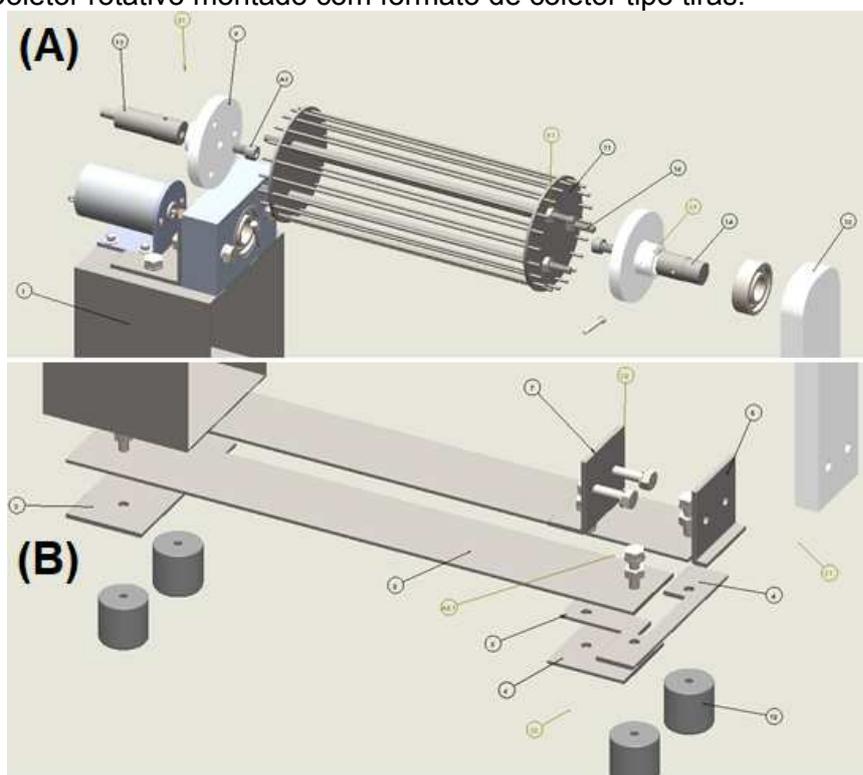


Figura 13 - Vista explodida do coletor rotativo: (A) detalhe superior e (B) detalhe inferior.

A estrutura de coleta está descrita na Figura 14 e demonstra todo o aparato de fiação utilizado na produção por SBS das nanofibras alinhadas.

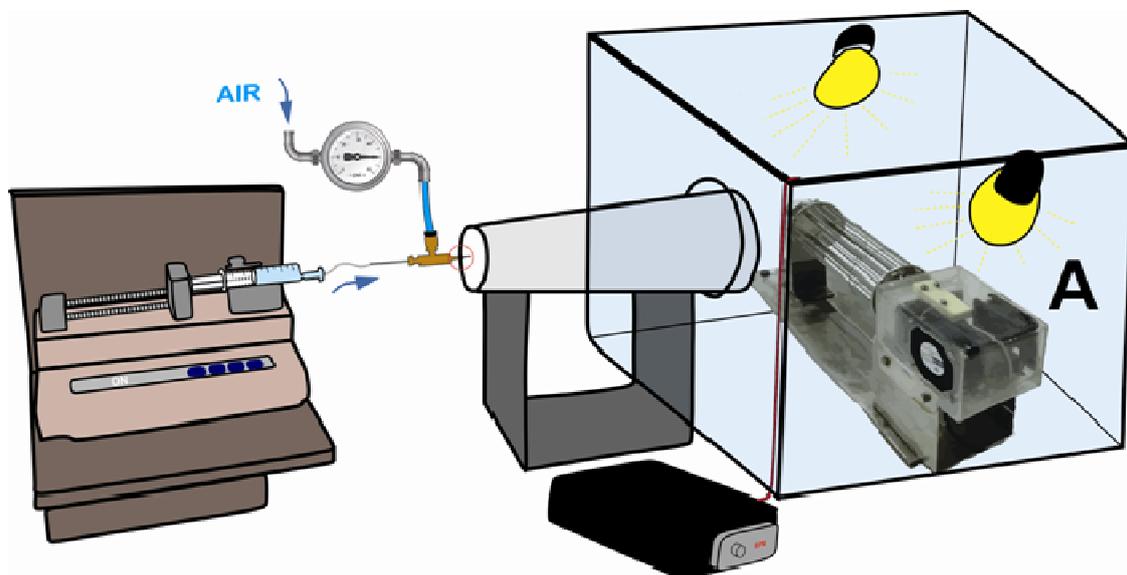


Figura 14 - Configuração dos componentes empregados na obtenção das fibras pelo método de SBS.

O coletor rotativo possui duas dimensões importantes a se saber, o diâmetro do coletor (76,2 mm) e a distância entre as tiras na superfície de coleta (9,96 mm). O projeto conta ainda com uma parte elétrica adquirida quase que em sua totalidade no mercado nacional. Visto que tais componentes já encontravam-se disponíveis no mercado, não havia a necessidade do desenvolvimento dos mesmos. Alguns dos componentes adquiridos e suas funções estão dispostos na Tabela 4, e a Figuras 15 mostra alguns destes dispositivos utilizados.

Tabela 4 - Demais componentes que compõem a estrutura de coleta desenvolvida para esta pesquisa.

Componente	Função
Tubo Cônico	Aliviar a expansão do ar pressurizado e guiar as fibras até o coletor.
Medidor de rotação	Mostrar no display a rotação (rpm) do coletor rotativo.
Controlador de rotação	Responsável pelo ajuste e variação da rotação do coletor rotativo.
Câmara de vidro	“Isolar” o ambiente de coleta do resto da capela, mantendo a temperatura.
Anemômetro	Medir a velocidade do ar em alguns pontos da chegada ao coletor
Lâmpada de secagem	Aquecer o ambiente de coleta, evitando que algumas fibras coalesçam.

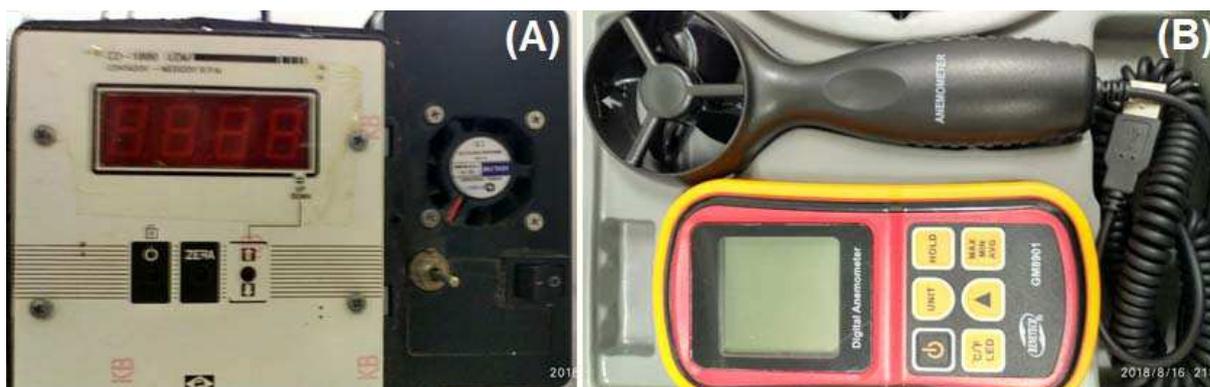


Figura 15 - Medidor de rotação (A) e anemômetro digital usado para a medição da velocidade do ar que chega ao coletor (B).

Os materiais utilizados na produção das soluções usadas na fiação das fibras avaliadas para a validação dessa pesquisa estão descritos na Tabela 5.

Tabela 5 - Reagentes utilizados para a execução da pesquisa.

Utilização	Material	Empresa/marca
Precursor do Silício (Si)	Tetraetil ortosilicato (TEOS, 99%)	SIGMA ALDRICH
Polímero	Poli(vinil) álcool (PVA), PVA POVAL 110	KURARAY
Solvente	Álcool Etilico Absoluto P.A. – A.C.S. 99,5%	SYNTH
Solvente	Ácido Clorídrico (HCl) - HCl (36,5-40%), PA	ACS – NUCLEAR
Solvente	Ácido Acético (AcA) - NH ₄ OH (30-32%), PA	VETEC

3.2 Metodologia

A Figura 16 mostra o fluxograma experimental com as principais etapas para a produção do coletor rotativo utilizado nesta pesquisa. Mais detalhes referentes aos componentes produzidos e utilizados na montagem do coletor rotativo são dados nas Tabelas (A) e (B) do Apêndice A.

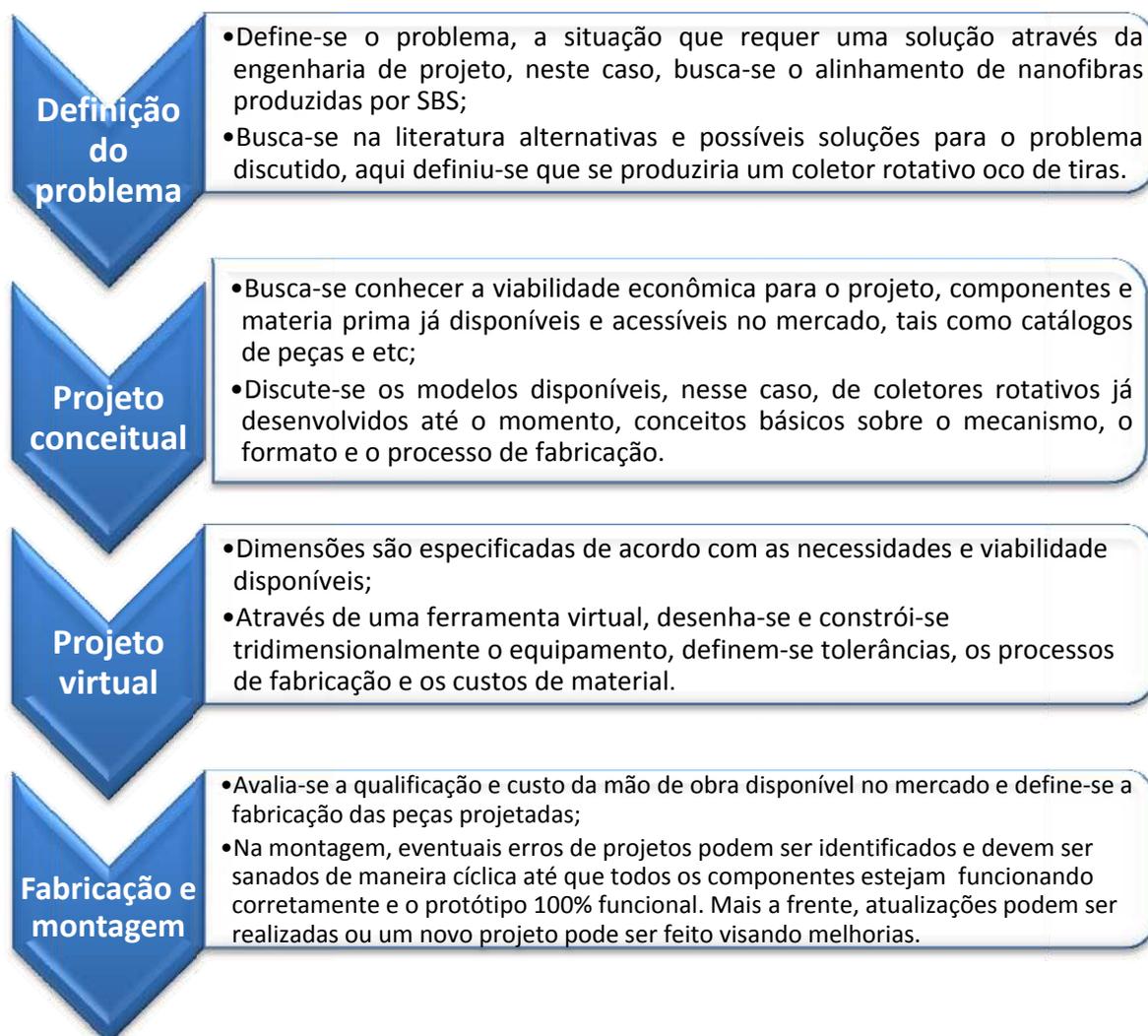


Figura 16 - Fluxograma de metodologia de produção do coletor rotativo.

Após o projeto e fabricação do coletor rotativo, buscou-se validar a pesquisa através da produção de nanofibras e da avaliação qualitativa e quantitativa de seu alinhamento. Na Figura 17 esta apresentado o fluxograma experimental descreve o processo de obtenção da solução ideal e posterior fabricação das nanofibras alinhadas poliméricas e cerâmicas trabalhadas nesta pesquisa, trata-se de um cronograma geral utilizado para validar a pesquisa através do alinhamento de nanofibras.

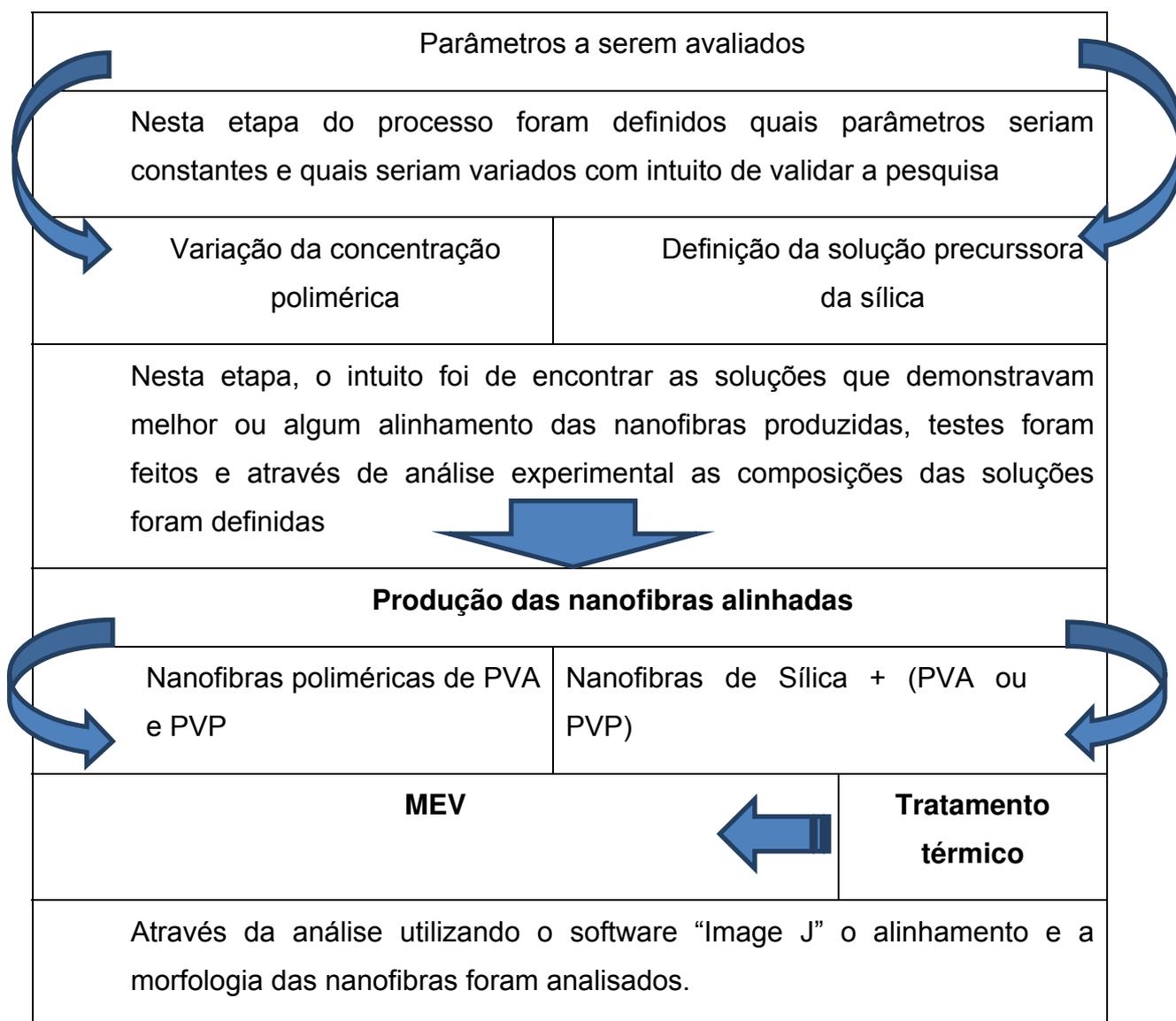


Figura 17 - Fluxograma do procedimento experimental: produção das nanofibras.

Como pôde ser elucidado na revisão bibliográfica realizada, o coletor é fator primordial ao alinhamento das nanofibras produzidas. Porém, outros parâmetros podem influenciar na morfologia das fibras coletadas e inclusive em seu alinhamento. O fato é que para a técnica de fiação por sopro em solução, a pressão de trabalho e taxa de injeção são parâmetros responsáveis por características morfológicas das fibras produzidas, porém são parâmetros que anteriormente foram objeto de estudo para as soluções utilizadas nesta pesquisa. Segundo a literatura

(Oliveira et al., 2011), baixas concentrações de soluto podem levar a produção de fibras com diâmetros menores devido principalmente à alta mobilidade das cadeias poliméricas no jato de ar durante a fiação.

Dessa maneira, um estudo dedicado exclusivamente a encontrar composições para as soluções que seriam utilizadas nesta pesquisa foi realizado. Basicamente a variação da concentração polimérica nas fibras de PVA e PVP foi realizada visando o alinhamento pelo uso do coletor rotativo e a redução do diâmetro final das fibras produzidas. Para as nanofibras cerâmicas foi realizada a adição do precursor do silício e outros solventes além dos polímeros PVA e PVP. Os parâmetros foram variados baseando-se em estudos anteriores com intuito de obter condições ótimas.

3.2.1 Preparação das Amostras

Os parâmetros que definem a preparação das fibras poliméricas foram pré-definidos a partir de testes de variação da solução como descrito na Tabela 6. Foram testadas várias composições com diferentes teores de PVA e a composição que se mostrou mais promissora para preparar fibras alinhadas foi a solução com 15 % de PVA. Esta solução descrita foi fiada e analisada por MEV.

Tabela 6 - Metodologia utilizada para identificar a composição das soluções em que mais se destaca o alinhamento das nanofibras poliméricas produzidas.

Solução teste de PVA/Água			
10% de PVA	12% de PVA	15% de PVA	18% de PVA

A obtenção das fibras alinhadas poliméricas e cerâmicas ocorreu em algumas etapas: a preparação das soluções precursoras; obtenção das fibras utilizando a técnica de fiação por sopro em solução e o tratamento térmico (no caso da obtenção das nanofibras cerâmicas).

Para a preparação da solução de PVA/Água: o polímero (Poli vinil Alcoólico, PVA 110) foi dissolvido em água, com concentração de 12 % (massa/volume total de líquidos), sob agitação contínua a uma temperatura de 80 °C por cerca de 90 minutos.

Para a solução de Sílica/PVA usou-se o Tetraetil ortosilicato (TEOS, 99%) como precursor do Silício (Si) Foi utilizado HCl como catalisador. Primeiramente, o

TEOS foi adicionado ao ácido clorídrico diluído para molaridade de 0,5 mol/L. Após isso, esta foi colocada 1h e 30min sob vigorosa agitação através de um agitador magnético. A quantidade de água foi determinada de acordo com o número de mols de água em relação ao TEOS ($n = \text{Água}/\text{TEOS}$) em que “n” foi igual a 20. Uma quantidade de polímero (Poli vinil Álcool, PVA 110) dissolvida em água, convenientemente calculada para concentração de 15 % (massa/volume total de líquidos) foi adicionada à solução e agitada por mais 30min.

Nesses mesmos estudos piloto e avaliando a capacidade do coletor, definiu-se previamente que as rotações do coletor utilizadas seriam de 500, 1500 e 2500 rpm a partir do estudo de suas velocidades tangenciais comparando-as com as velocidades obtidas do ar que chegava ao coletor em alguns pontos como mostra a Figura 18, para isso foi utilizado o anemômetro da Figura 15 (B).

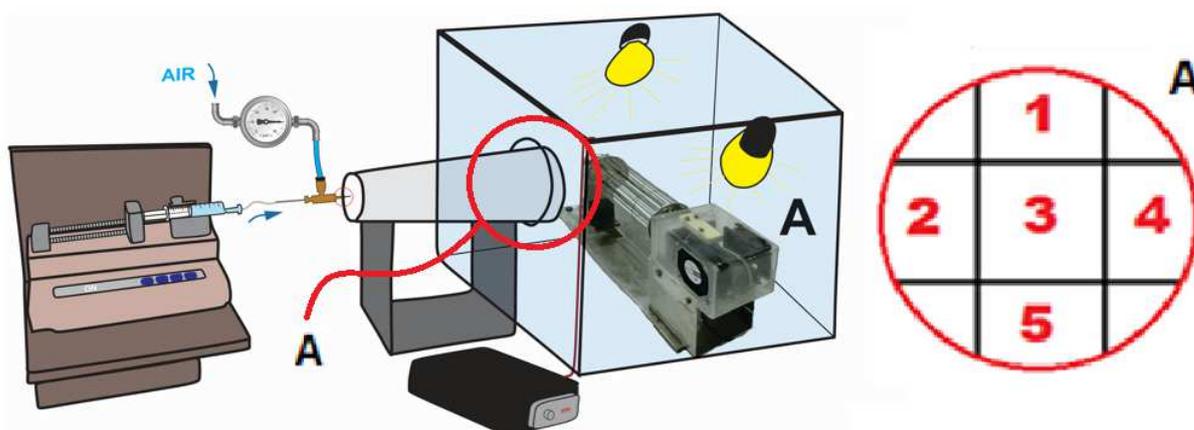


Figura 18 – Quadro que mostra os pontos de onde eram retiradas medidas da velocidade do ar na chegada ao coletor, são 5 pontos destacados em vermelho na figura.

Velocidades tangenciais na seção superficial do coletor para as rotações definidas:

$$V_{t(500)} = 34,5 \cdot 10^{-3} \text{ m} \times 8,33 \text{ s}^{-1} = 0,2875 \text{ m s}^{-1} = 1,035 \text{ km.h}^{-1}$$

$$V_{t(1500)} = 34,5 \cdot 10^{-3} \text{ m} \times 25 \text{ s}^{-1} = 0,8625 \text{ m s}^{-1} = 3,105 \text{ km.h}^{-1}$$

$$V_{t(2500)} = 34,5 \cdot 10^{-3} \text{ m} \times 41,67 \text{ s}^{-1} = 1,4375 \text{ m s}^{-1} = 5,175 \text{ km.h}^{-1}$$

As velocidades medidas para cada ponto como descrito na Figura 18 acima foram de:

1. 0 km/h
2. 4,3-4,6 km/h

3. 4,3-4,6 km/h
4. 4,3-4,6 km/h
5. 4,3-4,6 km/h

3.2.2 Obtenção das nanofibras por SBS

Após o término da produção das soluções, uma seringa foi posicionada na bomba de injeção, que está conectada a matriz de fiação. Setada a pressão estabelecida e os outros parâmetros fixos pré-definidos. Os parâmetros fixos tais como a taxa de injeção da solução, a distância de trabalho (distância entre o bico da matriz de fiação ao coletor), a distância ótima da protrusão do bico e pressão utilizada estão dispostas na Tabela 7.

Tabela 7 - Parâmetros fixados para o processo de fiação por sopro em solução das nanofibras alinhadas.

Parâmetros	
Taxa de injeção (ml.h ⁻¹)	4,6
Pressão do gás (psi)	50
Distância de trabalho (mm)	400
Distância de protrusão (mm)	15

A solução foi injetada com o auxílio da bomba de injeção e de uma seringa de 10 ml na matriz de fiação composta de tubos concêntricos. A solução foi bombeada através do tubo interno enquanto um fluxo de gás pressurizado constante fluía através do tubo externo. As fibras eram formadas na saída da matriz de fiação e eram direcionadas através de um tubo cônico a uma câmara aquecida por lâmpadas de secagem onde estava configurado o coletor rotativo responsável pelo alinhamento. A câmara de aquecimento foi usada com intuito de garantir a secagem das fibras por meio da completa evaporação do solvente e evitar que as fibras depositadas no coletor observam umidade, diminuindo assim a probabilidade de colagem ou união das fibras depositadas.

Os tempos de fiação foram definidos previamente com base em estudos piloto. Identificou-se que pelo fato de nanofibras de PVA acumularem muito rapidamente no coletor, os tempos de fiação para essa amostra foram de 5 e 15

minutos; no entanto, o que se pôde detectar é que algumas soluções quando fiadas, suas fibras possuem maior capacidade de aderir (serem coletadas) ao coletor rotativo do que outras, sendo assim em 5 minutos haveria uma quantidade muito maior de fibras de PVA depositadas no coletor do que fibras de PVP no mesmo tempo. Para as outras fibras estudadas, devido sua baixa capacidade de adesão aos raios do coletor, optou-se por transformar a quantidade de solução fiada em tempo de fiação, ou seja, utilizando a taxa de injeção da solução (que é de 4,6 ml/h) através de uma regra de três simples se obtém os tempos de fiação de aproximadamente 32min (2,5 ml) e 128 min, pois fora definido que as soluções fiadas teriam 2,5 ml e 10 ml

Ao término da quantidade programada de solução, o coletor rotativo foi parado e as amostras foram coletadas em porta-amostras metálicos contendo fita de carbono (para fibras que não foram tratadas termicamente) e sem fita de carbono (para fibras que foram tratadas termicamente), adaptados como mostrado na Figura 19, e reservadas até o dia da análise em MEV evitando contato das mesmas com a humidade.

Uma nomenclatura foi usada para definir o nome de cada amostra e um exemplo está disposto na Tabela 8. A nomenclatura foi definida para uma amostra como exemplo e está na primeira linha da tabela como “Si_PVA_0500_32_TT4”, é uma amostra de Sílica/PVA (Si_PVA), a rotação utilizada no coletor rotativo foi de 500 rpm (0500), o tempo de fiação foi de 32 minutos (32) e o tratamento térmico foi o TT4 com taxas de $1\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ (TT4). Esse procedimento foi realizado para obtenção da nomenclatura das outras amostras nessa pesquisa.



Figura 19 – Porta-amostras metálicos sem fita de carbono para coleta de amostras de fibras alinhadas para tratamento térmico e depois ensaio em MEV (A); porta-amostras metálicos

contendo fita de carbono para coleta de amostras de fibras alinhadas para realização de MEV em fibras “verdes” (B).

Tabela 8 – Método utilizado para nomear as amostras analisadas nessa pesquisa.

Amostra	Denominação: Composição_Rotação_Tempo_Tratamento	
Composição	PVA	Si_PVA
Rotação do coletor (rpm)	0-2500	0-2500
Tempo de fiação (minutos)	5-128	5-128
Taxa de aquecimento (opcional)	TT1-TT4	TT1-TT4

3.2.3 Tratamento térmico

Tratamento térmico (queima) em algumas fibras híbridas de sílica/polímero foi realizado para obter nanofibras cerâmicas alinhadas. As fibras foram calcinadas por 4 h à 700 °C e taxas de 1 a 20 °C.min⁻¹ foram testadas, pois a velocidade do patamar se mostrou influente no estiramento das fibras alinhadas após a queima. Após isso, as amostras foram caracterizadas por meio da técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Quatro valores de taxas de aquecimento foram utilizados para o forno que realizara os tratamentos térmicos nas amostras híbridas coletadas nessa pesquisa, os chamaremos de:

- TT1: 20 °C.min⁻¹
- TT2: 5 °C.min⁻¹
- TT3: 2 °C.min⁻¹
- TT4: 1 °C.min⁻¹

3.2.4 Caracterização das Amostras

3.2.4.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A caracterização morfológica das fibras foi realizada em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo “Superscan SSX-550” da empresa “Shimadzu” disponível no laboratório de caracterização de materiais do departamento de materiais da Universidade Federal de Campina Grande. As amostras reservadas para este ensaio foram depositadas sob um cadinho e recobertas com uma fina camada de ouro. Após o ensaio, as imagens obtidas das fibras foram analisadas usando o software *ImageJ*, um programa da National Institutes of Health USA.

3.2.4.2 Análise das fibras obtidas

As fibras alinhadas nas imagens foram identificadas e seu ângulo medido com o auxílio desse software *ImageJ* e os dados salvos para avaliação do nível de alinhamento presente em cada amostra. Logo após definiu-se o “eixo zero”, esse foi o termo utilizado para definir o eixo ao qual as nanofibras estavam alinhadas. Isso se deve ao fato de que na hora de fixar o porta-amostras ao cadinho pouco antes de realizar o MEV, não é possível fazer essa fixação mantendo o alinhamento exato como estavam no coletor. Sendo assim, com o auxílio de geometria computacional, definiu-se após o MEV de cada amostra o seu “eixo zero” como sendo o eixo da fibra em que a maior quantidade de fibras estava alinhada. Então realizou-se o tratamento de dados em software *Origin*, identificaram-se através de histogramas a porcentagem de fibras que estavam em uma determinada faixa de desalinhamento e um comparativo entre as amostras pôde ser descrito a partir de gráficos e histogramas.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O protótipo de coletor rotativo desenvolvido para a obtenção de nanofibras alinhadas passou por testes e os resultados são dispostos adiante. Restou apenas validar sua eficiência no controle morfológico quantificando seus resultados no alinhamento das nanofibras produzidas. Assim, utilizando a metodologia supracitada, parâmetros foram variados na busca por uma melhor qualidade de alinhamento das nanofibras produzidas ajudando assim a compreender o processo, para que este possa ser então replicado em pesquisas e aplicações de nanofibras alinhadas e, futuramente, estar disponível para o mercado e produção em larga escala.

Observou-se que o coletor rotativo apresenta eficácia e eficiência no processo de coleta de nanofibras alinhadas quando comparadas às nanofibras obtidas por coletores estáticos em SBS, além disso, o coletor rotativo começa a ser utilizado por outros pesquisadores no Laboratório de Tecnologia dos Materiais (LTM) em suas pesquisas, o que demonstra a sua capacidade de desenvolvimento de aplicações na área. Verifica-se (Figura 20) que as nanofibras obtidas pelo coletor rotativo com formato de tiras apresentam, em perspectiva macro, dispostas de forma alinhada. A coleta foi realizada entre as tiras e as nanofibras analisadas microscopicamente.

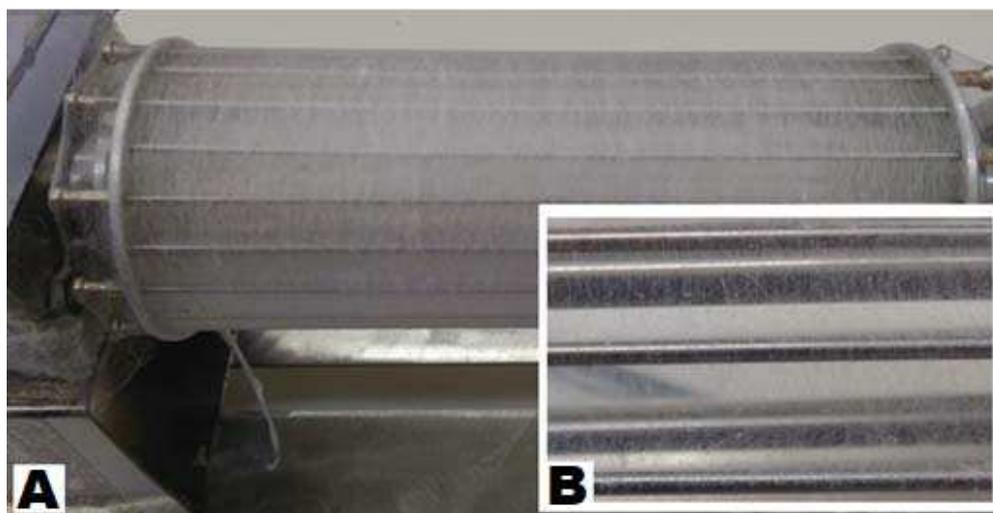


Figura 20 - Coletor rotativo apresenta as nanofibras visualmente alinhadas entre as tiras de coleta (A); Aproximação de uma imagem das fibras dispostas de maneira visualmente alinhadas entre as tiras do coletor rotativo (B).

Além disso, o coletor apresentou facilidade de produzir mantas compostas por nanofibras alinhadas. Estas mantas dispostas na Figura 21 foram produzidas utilizando o protótipo do coletor tipo tiras.



Figura 21 – Manta de nanofibras obtida com o coletor rotativo.

No entanto, a aplicabilidade das fibras obtidas e as propriedades buscadas nelas que dependem de seu alinhamento só podem ser avaliadas por análise microscópica, então ensaios de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foram realizados.

Com o intuito de testar a eficácia e a eficiência do coletor rotativo na preparação de fibras poliméricas e cerâmicas alinhadas foram produzidas fibras híbridas de SiO_2/PVA , cerâmicas de SiO_2 e poliméricas de PVA. Após a preparação, as fibras foram analisadas por MEV.

Fotomicrografias das fibras de Si/PVA não calcinadas e obtidas sob diferentes condições podem ser observadas na Figura 22. Como pode ser visto, as fibras obtidas apresentaram bom aspecto de alinhamento. As Figuras 22 (A), (B) e (C) mostram as nanofibras híbridas de SiO_2/PVA obtidas com tempo de fiação de 32 minutos e coletadas no coletor rotativo a uma rotação de 500, 1500 e 2500 rpm respectivamente. As Figuras 22 (D), (E) e (F) mostram as nanofibras híbridas de SiO_2/PVA obtidas com tempo de fiação de 128 minutos e coletadas no coletor rotativo a uma rotação de 500, 1500 e 2500 rpm respectivamente.

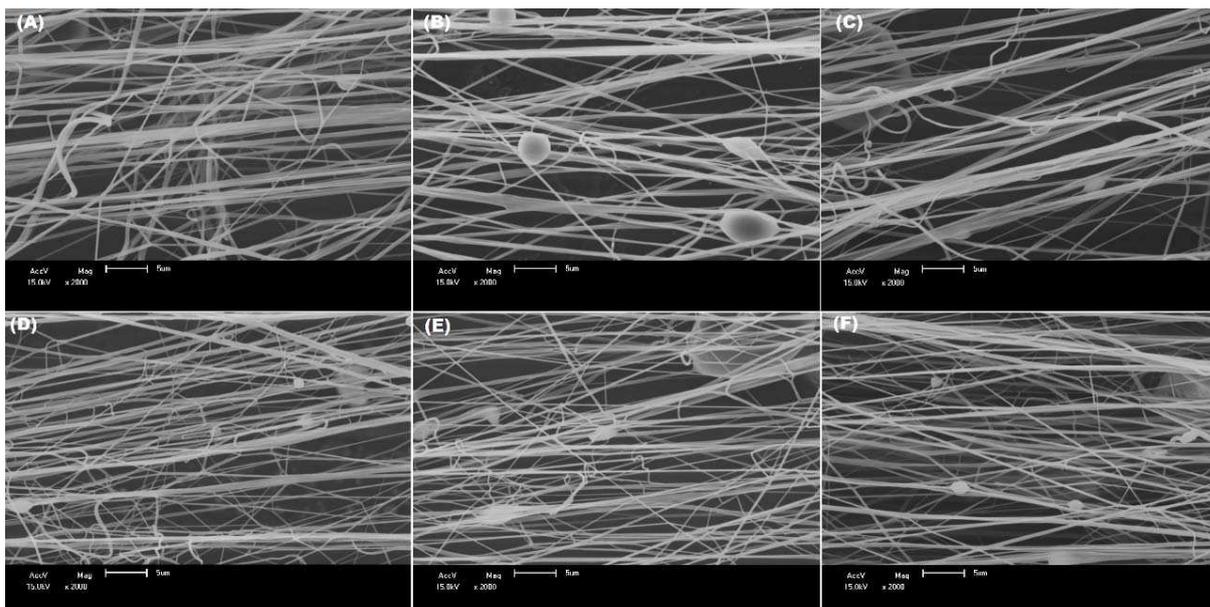


Figura 22 - Fibras híbridas de SiO_2/PVA obtidas com tempo de fiação de 32 minutos utilizando rotação do coletor de 500 (A), 1500 (B) e 2500 (C) rpm; e obtidas com tempo de fiação de 128 minutos nas rotações de 500 (D), 1500 (E) e 2500 (F) rpm

A análise dos diâmetros foi realizada com a média dos diâmetros de cada amostra com 100 medições utilizando as imagens de mev e constatou-se que a média dos diâmetros das nanofibras estudadas variam de 247,6 a 335,7 nanômetros.

Pode-se então visualizar nas imagens da Figura 22 que o coletor rotativo é capaz de produzir nanofibras híbridas de SiO_2/PVA alinhadas. Nota-se que alguns “beads” (os ‘beads’ são estruturas esféricas que se formam nas nanofibras) apareceram nas imagens, porém não configuram nenhum desalinhamento, muito embora essa não seja uma característica desejada em nanofibras, não pode-se concluir que a formação de “beads” está ligada ao uso do coletor rotativo e a tentativa em si de alinhamento das fibras. Muito embora algumas fibras desalinhadas tenham aparecido nas imagens, notadamente as nanofibras apresentam uma direção em que a grande maioria dessas está alinhada.

Os gráficos da Figura 23 avaliam a porcentagem não cumulativa de nanofibras alinhadas para cada faixa de alinhamento, com destaque para a faixa que vai dos ângulos -10° a 10° com relação ao eixo zero em que a maioria das fibras está inclusa.

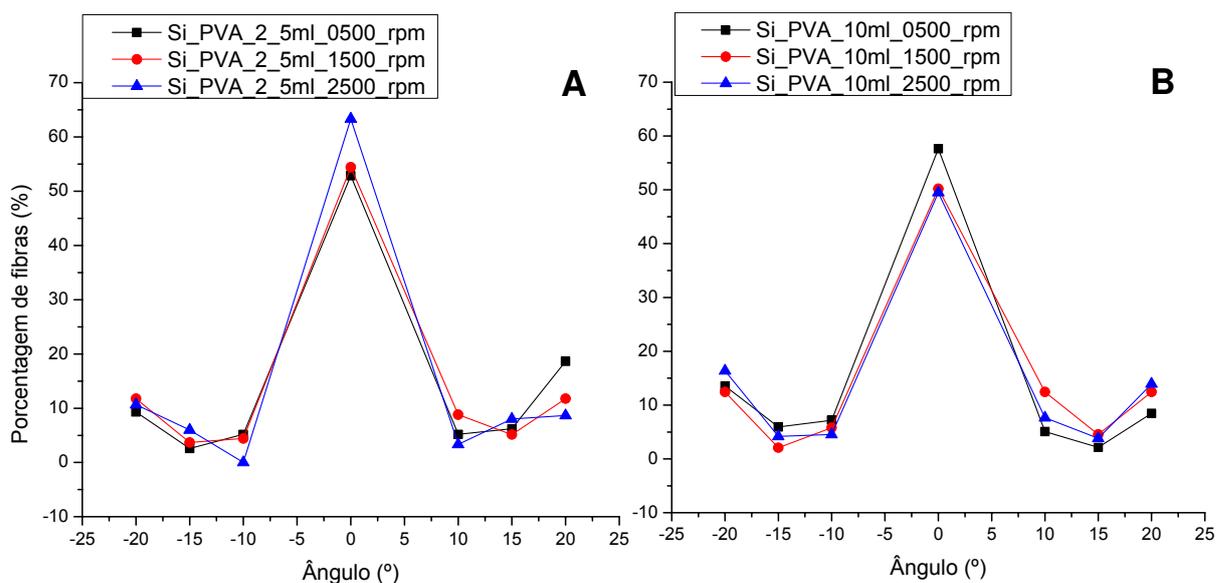


Figura 23 – Gráfico comparativo de nanofibras híbridas de SiO₂/PVA alinhadas para tempos de fiação de 32 minutos e rotações de 500, 1500 e 2500 rpm no coletor rotativo (A); tempos de fiação de 128 minutos e rotações de 500, 1500 e 2500 rpm no coletor rotativo (B).

A Figura 23 (A) demonstra a capacidade de alinhamento das nanofibras híbridas de SiO₂/PVA com tempo de fiação de 32 minutos, e como já esperado, o alinhamento teve destaque para a amostra “Si_PVA_2500_32” com rotação mais alta de 2500 rpm, tendo mais de 63 % de suas fibras alinhadas entre -10° e 10°. Ao lado na Figura 23 (B), destaca-se a amostra “Si_PVA_0500_128” apresenta resultado superior a 57% das fibras entre 10° e -10° em relação ao eixo zero.

No primeiro caso, o resultado já era esperado, por se tratar da rotação em que a velocidade tangencial na superfície de coleta (5,175 km/h) é similar a velocidade do ar que chega ao coletor (aproximadamente 4,6 km/h), ou seja, a velocidade na qual as fibras chegam ao coletor é similar à velocidade em que se encontra a superfície de coleta naquele momento. O segundo caso se deu provavelmente por causa do acúmulo de fibras na superfície de coleta, que nesse caso se deu devido ao tempo de fiação alongado, esse fato modifica o comportamento do fluxo de ar na superfície do coletor. Assim, o alinhamento dessas fibras ficou prejudicado para altas rotações nesse tipo de fibra, fato que fica evidente diante das quantidades de fibras desalinhadas sob as outras fibras alinhadas como descrevem as imagens de MEV.

Na Figura 24 as nanofibras híbridas de sílica/PVA são dispostas em um gráfico de faixa de desalinhamento gradual da faixa de $-2,5^\circ$ a $2,5^\circ$ até a faixa de -20° a 20° em que se pode observar o potencial de alinhamento do coletor rotativo estudado nessas fibras.

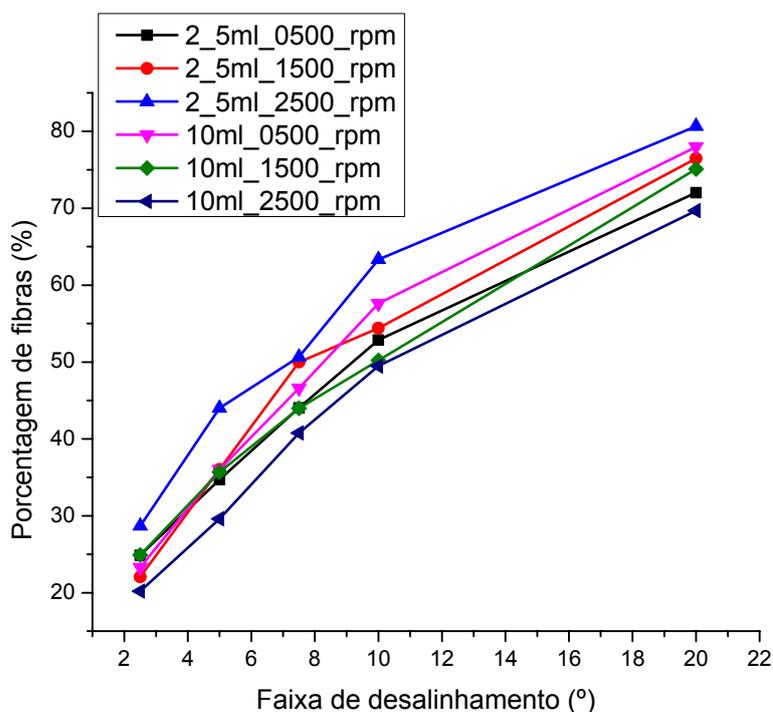


Figura 24 – Gráfico comparativo de nanofibras híbridas de SiO_2/PVA alinhadas acumulativo da porcentagem de fibras pertencente a cada faixa de desalinhamento utilizando tempos de fiação de 32 e 128 minutos e rotações de 500, 1500 e 2500 rpm; os valores das abcissas correspondem a faixa que vai do valor negativo ao positivo.

A Figura 24 demonstra de maneira cumulativa o alinhamento das nanofibras híbridas de SiO_2/PVA . Observa-se que a porcentagem de fibras que se encontram em uma determina faixa de desalinhamento é bem similar para todas as configurações, porém se destaca a amostra que possui menor tempo de fiação e maior rotação do coletor, a amostra “Si_PVA_2500_32” possui mais de 80% das fibras entre 20° e -20° em relação ao eixo zero. Por outro lado, a amostra “Si_PVA_2500_128” apresenta resultado inferior a 70% das fibras entre 20° e -20° em relação ao eixo zero.

Objetivando nanofibras cerâmicas alinhadas, as fibras híbridas foram calcinadas a 700 °C por 4 h em diferentes taxas de aquecimento como pode ser observado na Figura 25. A calcinação teve como objetivo eliminar os resíduos de solventes e os polímeros que compõem as fibras, possibilitando a formação de fibras de SiO₂. A calcinação das fibras híbridas de Si/PVP e Si/PVA a 700 °C possibilita a completa eliminação dos polímeros utilizados, uma vez que o PVP é completamente eliminado em temperaturas de até 550 °C (Peniche *et al.*, 1993; Aggour, 1999; Rao *et al.*, 1999; Bianco *et al.*, 2003; Mendes *et al.*, 2010);(Peniche *et al.*, 1993; Loría-Bastarrachea *et al.*, 2011; Hayat *et al.*, 2015) e o PVA se decompõe completamente até temperaturas próximas de 600 °C (Thomas *et al.*, 2001).

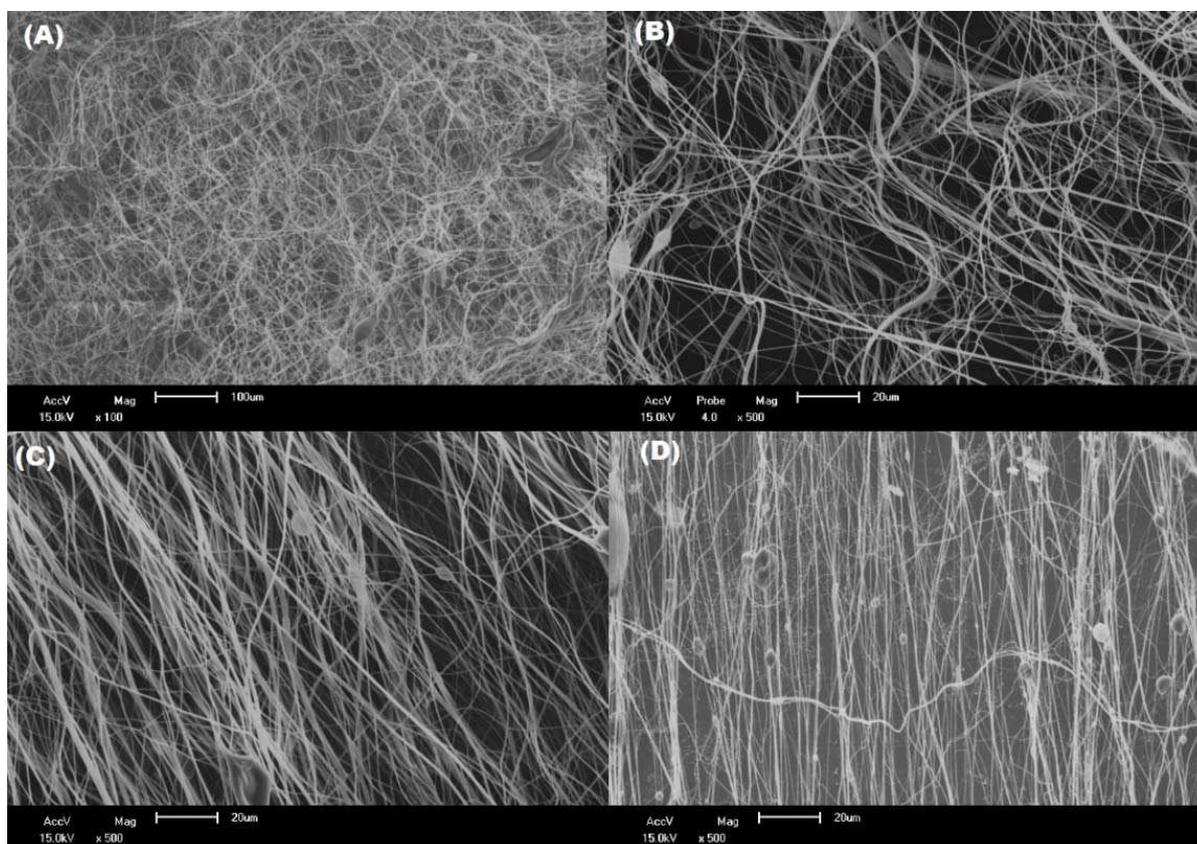


Figura 25 - Resultados dos tratamentos térmicos de calcinação supracitados realizados em fibras alinhadas coletadas. Nanofibras de Sílica antes alinhadas após a calcinação a taxas de 20 °C.min⁻¹ (A); Nanofibras de Sílica antes alinhadas após a calcinação à taxas de 5 °C.min⁻¹ (B); Nanofibras de Sílica antes alinhadas após a calcinação à taxas de 2 °C.min⁻¹ (C); Nanofibras de Sílica antes alinhadas após a calcinação à taxas de 1 °C.min⁻¹ (D)

As fibras obtidas após a calcinação a uma taxa de aquecimento de 20 °C.min⁻¹ apresentaram pouco ou nenhum alinhamento como demonstra a

Figura 25 (A). Resolveu-se então reduzir o patamar de aquecimento de 20 °C.min⁻¹ para 5 °C.min⁻¹ e as fibras obtidas podem ser observadas na

Figura 25 (B). Observou-se que para taxas de aquecimento muito altas as nanofibras produzidas retraíam eliminando qualquer alinhamento das mesmas produzido na fiação com o coletor rotativo desenvolvido nessa pesquisa. Com a redução da taxa de aquecimento para $2\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ e, posteriormente, para $1\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, como mostram as Figuras 25 (C) e (D), respectivamente, o problema de retração e desalinhamento das fibras foi devidamente eliminado e estas permanecem alinhadas após a calcinação (Ab Kadir et al., 2014).

Ensaio em MEV foram realizados em nanofibras de sílica como pode ser observado na Figura 26, em que se demonstra o alinhamento microscópico de diferentes amostras de nanofibras de sílica obtidas por SBS com o coletor rotativo. Uma análise das médias dos diâmetros dessas fibras foi realizada e apresentou resultados que variam de 175,6 e 206,3 nanômetros.

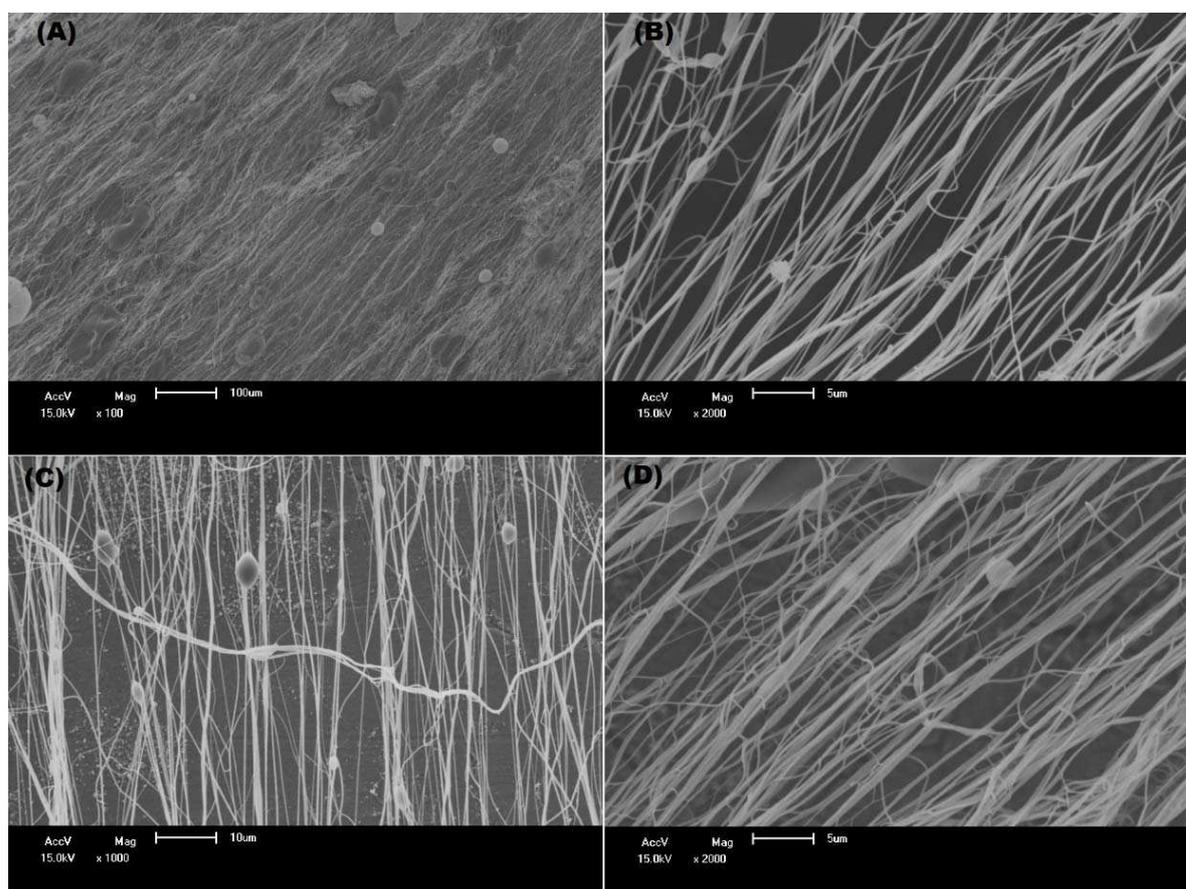


Figura 26 – Fibras de sílica produzidas usando de Solução de SiO_2/PVA , imagens de MEV após calcinação das amostras “Si_PVA_2500_128_TT4” (A); “Si_PVA_2500_32_TT4” (B); “Si_PVA_1500_32_TT4” (C); “Si_PVA_2500_128_TT4” (D);

A Figura 26 demonstra que é possível alinhar uma grande área de fibras, como pode ser visto na Figura 26 (A), em que a ampliação de 100x é, nesse caso, a mínima para que se possa observar que o alinhamento pode ser obtido em grandes extensões das fibras produzidas, como por exemplo na produção de mantas. Na Figura 26 (B) e (C), nanofibras de sílica obtidas com a Solução de SiO_2/PVA , com tempo de fiação de 32 minutos e coletadas com o coletor rotativo a 2500 e 1500 rpm respectivamente apresentaram alinhamento. É possível ainda, comparando na Figura 26 (B) e (D), visualizar que para a amostra “Si_PVA_2500_128_TT4” há uma maior quantidade de fibras produzidas do que na amostra “Si_PVA_2500_32_TT4” onde ambas apresentaram alinhamento.

Para melhor elucidar a qualidade do alinhamento obtido em nanofibras de sílica, na Figura 27 apresentam-se gráficos cumulativos da porcentagem de alinhamento para faixas de desalinhamento que vão de $-2,5^\circ$ a $2,5^\circ$ até -20° a 20° (na figura representados apenas por seus valores positivos).

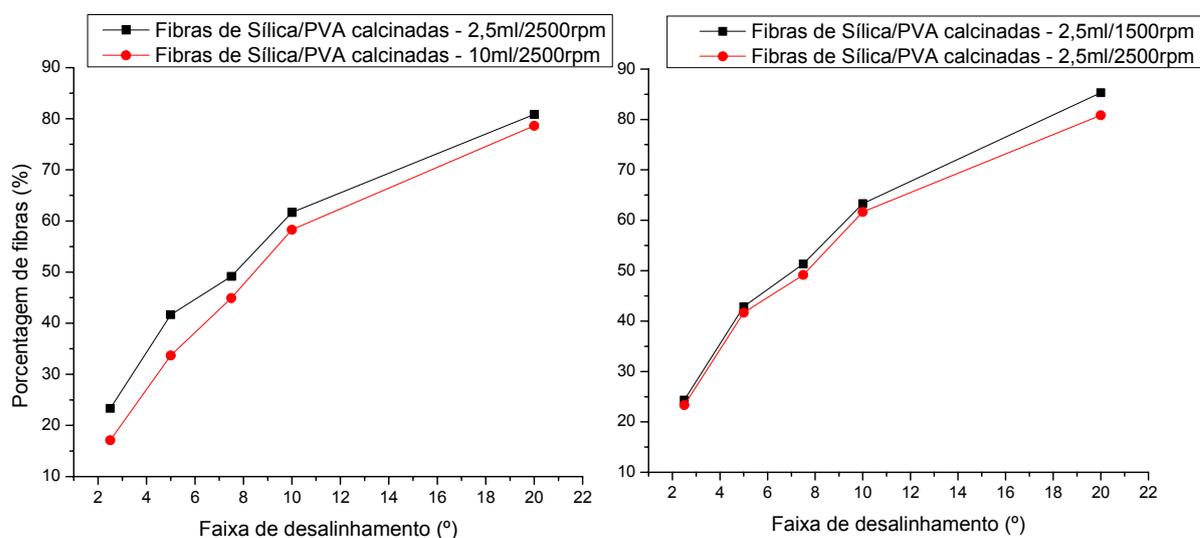


Figura 27 – Gráfico comparativo de nanofibras de SiO_2 alinhadas para rotação do coletor de 2500 rpm e tempos de fiação de 32 minutos e 128 minutos (A); tempos de fiação de 32 minutos e rotações de 1500 e 2500 rpm no coletor rotativo (B).

Na Figura 27 (A) há um melhor alinhamento para as fibras da amostra “Si_PVA_2500_32_TT4” quando comparada a amostra “Si_PVA_2500_128_TT4”, isso deve-se possivelmente a algumas fibras desalinhadas que se depositam na superfície da manta produzida em tempo de fiação de 128 minutos, porque a

superfície de fibras que vai sendo produzida no coletor modifica o comportamento do ar em volta do mesmo, diminuindo assim o percentual de alinhamento das fibras produzidas em altas rotações. Muito embora haja essa questão, o gráfico mostra que o percentual de alinhamento diminui pouco por esse motivo, levando a crer que a produção de mantas mais espessas de fibras alinhadas seja possível. É possível observar também que, para as fibras de sílica produzidas usando a solução de SiO_2/PVA e calcinadas, o alinhamento tende a ser maior a medida que se aumenta a rotação do coletor para o tempo de fiação de 32 minutos.

Na Figura 28 é possível observar o alinhamento para as fibras da amostra “Si_PVA_0500_128_TT4”. Observa-se na Figura 28 que o alinhamento obtido na amostra dessas nanofibras de sílica está de acordo com o que fora obtido em nanofibras híbridas (Figura 22 ‘D’) advindas da mesma solução precursora, o que comprova o comportamento em que as baixas rotações apresentaram melhores resultados de alinhamento para tempos de fiação maiores

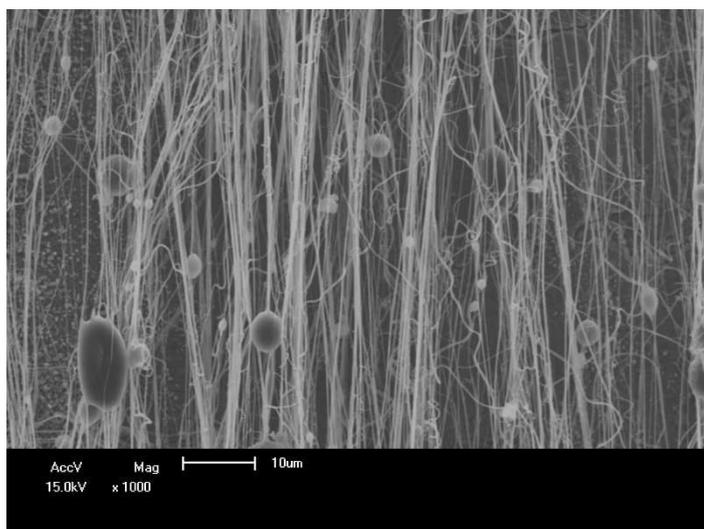


Figura 28 – Fibras de sílica produzidas usando de Solução de SiO_2/PVA , imagens de MEV após calcinação das amostras “Si_PVA_0500_128_TT4”.

Uma distribuição não cumulativa de nanofibras alinhadas para cada faixa de alinhamento, com destaque para a faixa que vai dos ângulos -10° a 10° com relação ao eixo zero em que a maioria das fibras está inclusa foi apresentada para as fibras das amostras “Si_PVA_0500_128” e “Si_PVA_0500_128_TT4” na Figura 29.

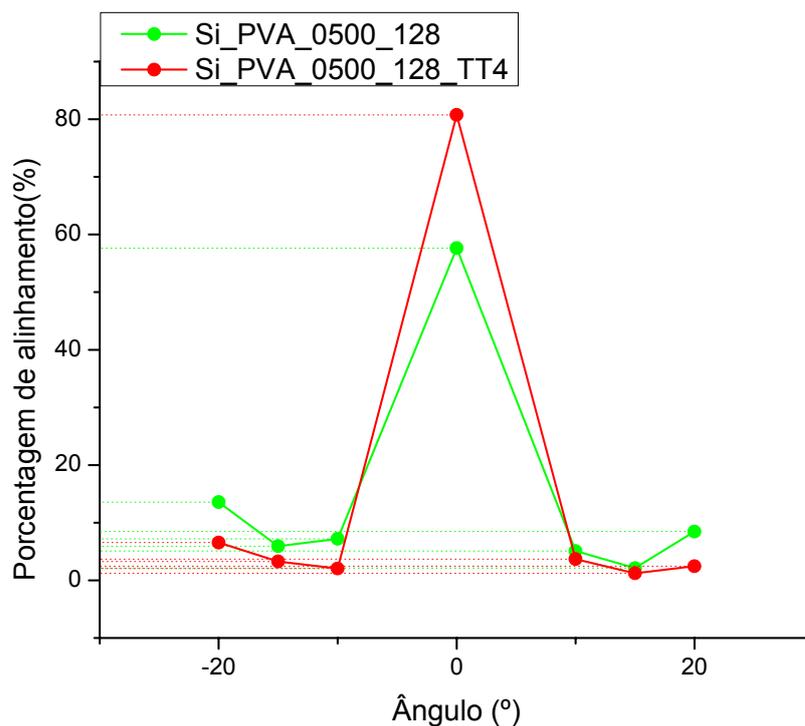


Figura 29 – Gráfico comparativo não cumulativo das porcentagens de fibras alinhadas com destaque para a faixa de -10° e 10° para as amostras de nanofibras híbridas de SiO_2/PVA alinhadas para o tempo de fiação de 128 minutos e rotações de 500 rpm; e nanofibras de SiO_2 alinhadas para mesmos tempo de fiação e rotação.

Observa-se então que as fibras passaram a apresentar melhor alinhamento após o tratamento térmico de calcinação para eliminação completa de resíduos, esse fenômeno pode estar relacionado à formação de fibras com uma distribuição heterogênea de precursores/polímero, sendo assim fibras com maior quantidade de polímero podem ter sido formadas e se desintegrado após o tratamento térmico de calcinação. Além disso, nas imagens de MEV da amostra “SI_PVA_0500_128” (Figura 22 ‘D’) uma parte das fibras está disposta de forma aglomerada, dificultando uma análise mais precisa de quantas fibras estão realmente alinhadas naquele grupo. Após a queima, a quantidade de fibras cerâmicas que ali se encontravam aparecem e elevam a porcentagem de fibras alinhadas. Sendo assim, o mais provável é que a alta porcentagem de alinhamento já se encontre nas amostras de nanofibras híbridas e venha a aparecer por completo apenas após o processo de calcinação.

Para exemplificar melhor este suposto comportamento, a Figura 30 dispõe um comparativo de duas amostras de nanofibras híbridas e sua mesma composição após a calcinação lado-a-lado. A Figura 30 (A) e (B) representa as amostras obtidas sob baixo tempo de fiação e alta rotação de fibras híbridas à esquerda e de sílica à direita. Para a Figura 30 (C) e (D) estão dispostas as amostras obtidas sob alto tempo de fiação e baixa rotação de fibras híbridas à esquerda e de sílica à direita.

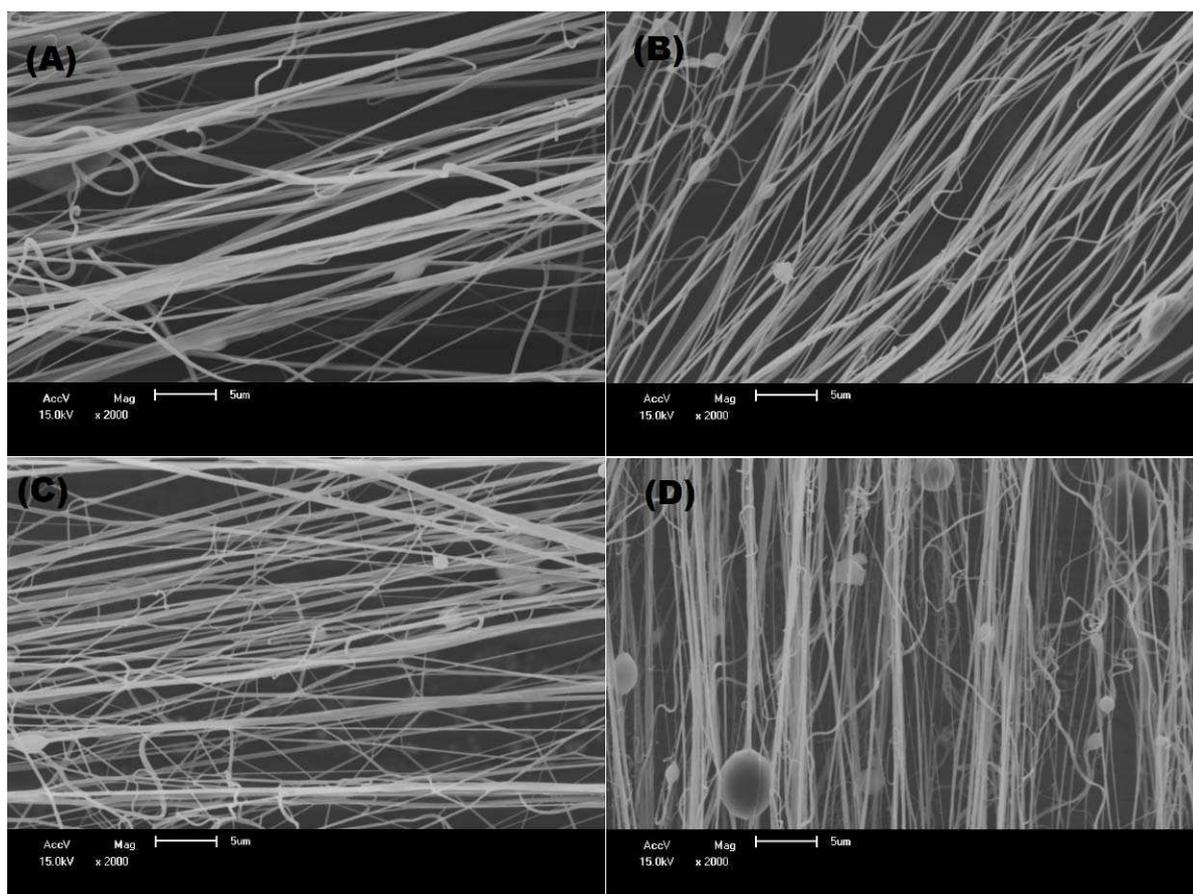


Figura 30 – Comparativo entre nanofibras híbridas de SiO₂/PVA, amostras “Si_PVA_2500_32” (A) e “Si_PVA_0500_128” (C), e nanofibras de sílica, amostras “Si_PVA_2500_32_TT4” (B) e “Si_PVA_0500_128_TT4” (D)

Percebe-se a formação de fibras com uma distribuição heterogênea de precursores/polímero, ou seja, nas amostras de fibras híbridas (lado esquerdo) há fibras com maior quantidade de polímero visualmente mais finas que não se apresentam nas fibras de sílica (lado direito). Essas fibras muito provavelmente foram decompostas ao passar pelo tratamento térmico de calcinação. Por aparentarem ser mais finas, essas fibras com maior quantidade de polímero

sustentam a teoria de que não houve formação da cadeia de sílica no interior dessas fibras, já que fibras apenas poliméricas são frequentemente mais finas e, sendo assim, facilmente eliminadas pelo processo de calcinação (Farias et al., 2015b; Medeiros et al., 2016, 2009a). Dessa maneira, para melhor elucidar a diferença entre o alinhamento obtido avaliando-se as nanofibras híbridas e cerâmicas, a Figura 31 trás um gráfico comparativo cumulativo das porcentagens de alinhamento para cada faixa de desalinhamento estudada das fibras analisadas na figura anterior.

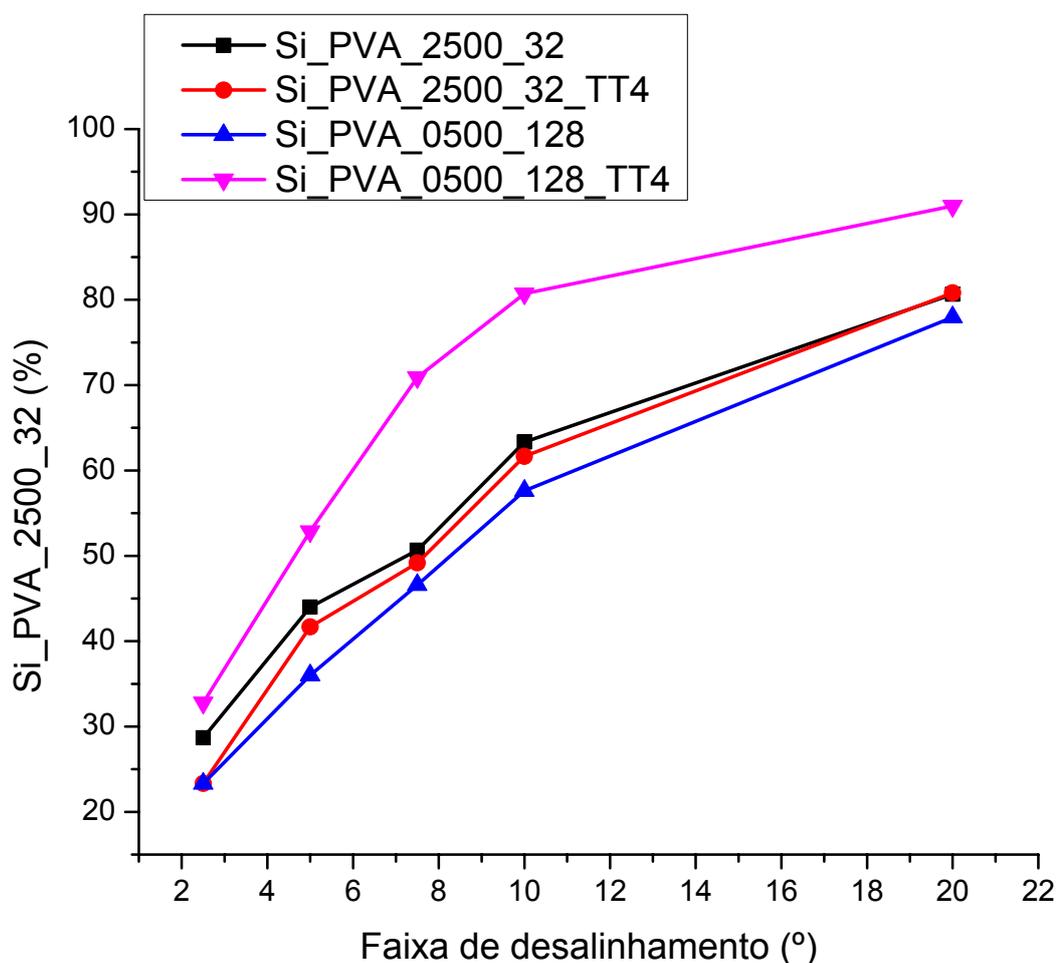


Figura 31 – Gráfico comparativo entre nanofibras híbridas de SiO₂/PVA alinhadas e nanofibras de SiO₂ que acumula a porcentagem de fibras pertencente a cada faixa de desalinhamento; tempos de fiação de 32 minutos e rotações de 500 e 2500 rpm; os valores das abcissas correspondem a faixa que vai do valor negativo ao positivo.

Nota-se que a amostra “Si_PVA_0500_128_TT4” foi a que apresentou maior percentual de alinhamento em todas as faixas de desalinhamentos estudadas, e sua

equivalente híbrida a que apresentou o pior alinhamento. Já as fibras obtidas em alta rotações e com baixo tempo de fiação apresentaram comportamentos bem similares, em que a amostra de nanofibras híbridas apresentou desempenho um pouco melhor do que sua equivalente calcinada.

Fibras poliméricas de PVA em água foram produzidas e alinhadas com o auxílio do coletor rotativo. A Figura 32 apresenta micrografias de nanofibras de PVA obtidas usando o coletor rotativo. As Figuras 32 (A), (B) e (C) mostram as nanofibras de PVA 15 % em H₂O produzidas em 5 minutos de fiação e coletadas no coletor rotativo nas rotações de 500, 1500 e 2500 rpm, respectivamente. Já as Figuras 32 (D), (E) e (F) mostram as nanofibras de PVA 15 % em H₂O produzidas em 15 minutos de fiação e coletadas no coletor rotativo nas rotações de 500, 1500 e 2500 rpm, respectivamente. No geral, observa-se que as nanofibras apresentam-se contínuas, lisas e alinhadas.

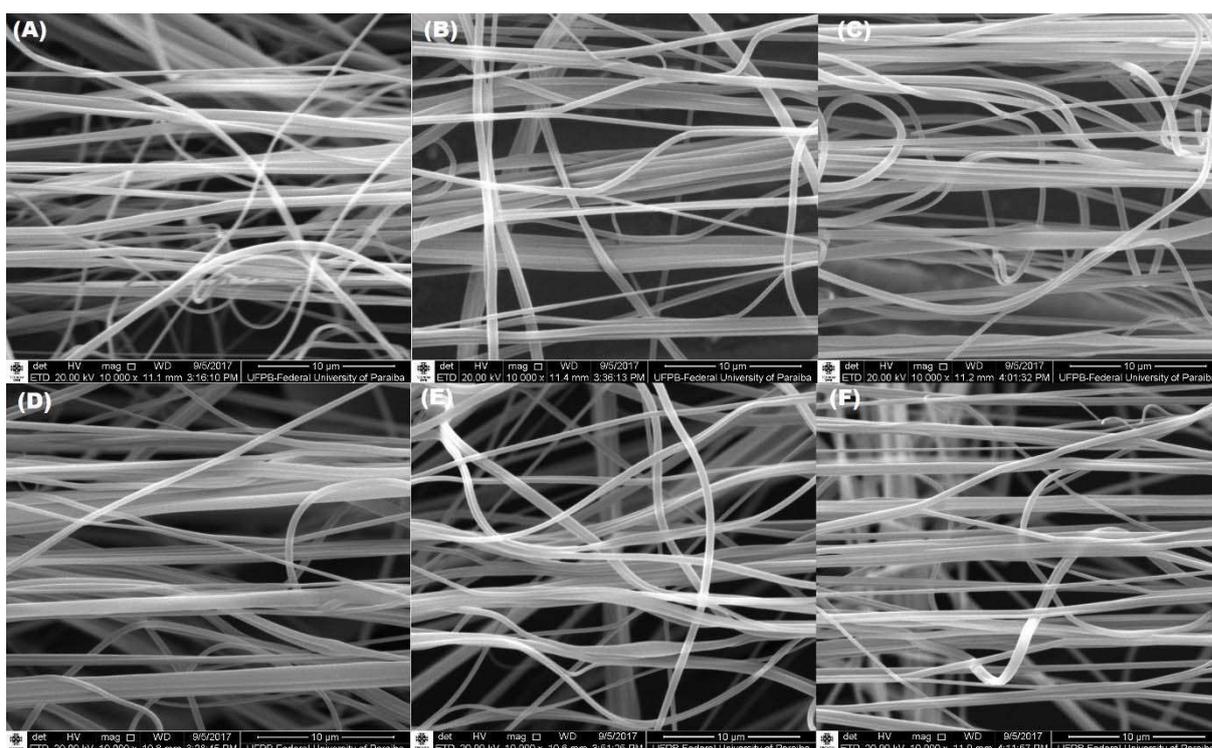


Figura 32 - Fibras de PVA 15% wt. em H₂O produzidas em 5 minutos com rotação do coletor de 500 (A), 1500 (B) e 2500 (C) rpm; e em 15 minutos com rotação do coletor de 500 (D), 1500 (E) e 2500 (F) rpm

Observa-se então que o coletor rotativo é capaz de produzir nanofibras poliméricas de PVA alinhadas. Nota-se que, apesar de algumas das nanofibras estarem desalinhadas, grande parte delas se mostram alinhadas em uma direção.

Como pode ser visto na Figura 32, as fibras obtidas neste trabalho se encontram orientadas e esticadas. Uma avaliação quantitativa foi realizada para identificar o grau de alinhamento de uma dessas fibras, essa foi a que apresentou melhor resultado entre as demais e por isso seu grau de alinhamento está exposto na Figura 34.

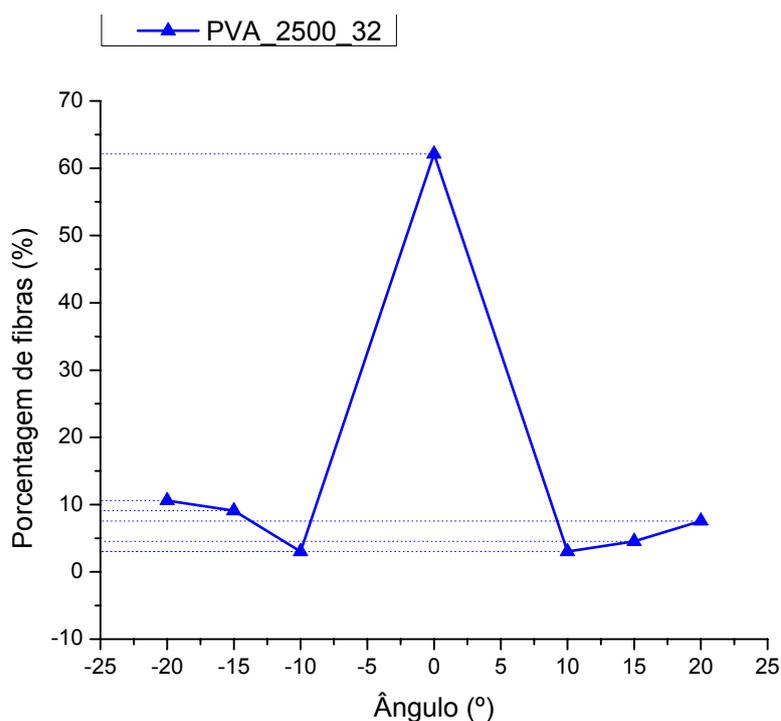


Figura 33 – Gráfico comparativo não cumulativo das porcentagens de fibras alinhadas com destaque para a faixa de -10 e 10 graus para as amostras de nanofibras poliméricas de PVA alinhadas para o tempo de fiação de 32 minutos e rotação de 2500 rpm;

Comparando-se os resultados obtidos em nanofibras híbridas e sílica, as nanofibras poliméricas produzidas em PVA têm potencial para apresentar um bom grau de alinhamento, podendo assim o coletor ser aplicado para esse fim.

5 CONCLUSÃO

Conclui-se a partir dos resultados apresentados:

- que o coletor desenvolvido foi bem sucedido no alinhamento de nanofibra poliméricas, híbridas e de sílica;
- os melhores alinhamentos em nanofibras são produzidos pelo coletor rotativo utilizando determinadas combinações dos parâmetros de rotação e tempo de fiação, evidenciando o caráter interrelacionado entre parâmetros de fiação e desempenho do coletor;
- nas melhores condições uma grande quantidade de nanofibras seguiu uma mesma direção dentro de uma faixa de desvio angular, e para uma faixa de -20° a 20° , cerca de 80% das nanofibras compostas dos materiais estudados se dispuseram alinhadas. Para uma faixa de -10° e 10° , essa porcentagem diminui e fica entre 60 e 65 %;
- as nanofibras híbridas e cerâmicas apresentaram-se mais alongadas do que as nanofibras de PVA que apresentaram-se ligeiramente onduladas;
- a espessura da manta de fibras depositadas na superfície de coleta influencia no alinhamento final obtido.
- quando da produção de mantas finas utilizando um coletor de tiras tem-se resultados satisfatórios para altas rotações, porém o acúmulo de fibras na superfície de coleta faz com que o grau de alinhamento caia com o passar do tempo, principalmente para altas rotações;
- quando há acúmulo de fibras depositadas na superfície de coleta o coletor de tiras para a se comportar como um coletor do tipo tambor.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Variar o diâmetro do coletor e espaço entre as tiras e avaliar a qualidade do alinhamento produzido utilizando o coletor rotativo como descrito nessa pesquisa;
- Variar o uso de solventes mais e menos voláteis na produção de nanofibras alinhadas de PVA e PVP em SBS utilizando o coletor rotativo;
- Variar o uso de precursores cerâmicos buscando a produção de diferentes nanofibras cerâmicas alinhadas em SBS utilizando o coletor rotativo;
- Adaptação do coletor para fiar nanofibras alinhadas diretamente na superfície de membranas para filtração recobrimo-as com mantas de nanofibras alinhadas em SBS com coletor rotativo para purificação de água;
- Adaptação do coletor para fiar nanofibras alinhadas diretamente sobre a superfície de sensores de gás utilizando SBS com coletor rotativo.

7 REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

- AB KADIR, R.; LI, Z.; SADEK, A. Z.; ABDUL RANI, R.; ZOOLFAKAR, A. S.; FIELD, M. R.; OU, J. Z.; CHRIMES, A. F.; KALANTAR-ZADEH, K. Electrospun Granular Hollow SnO₂ Nanofibers Hydrogen Gas Sensors Operating at Low Temperatures. **The Journal of Physical Chemistry C**, v. 118, n. 6, p. 3129–3139, 2014.
- ABDUL RANI, R.; ZOOLFAKAR, A.; OU, J.; FIELD, M.; AUSTIN, M. W.; KALANTAR-ZADEH, K. “Nanoporous Nb₂O₅ hydrogen gas sensor”, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 176, 149 - 156. **Sensors and Actuators B Chemical**, 2014.
- AFSHARI, M. **Electrospun nanofibers**. [s.l: s.n.].
- ALFARO DE PRÁ., M. A.; RIBEIRO-DO-VALLE, R. M.; MARASCHIN, M.; VELEIRINHO, B. Effect of collector design on the morphological properties of polycaprolactone electrospun fibers. **Materials Letters**, v. 193, p. 154–157, 2017.
- AMINI, A. R.; LAURENCIN, C. T.; NUKAVARAPU, S. P. Bone Tissue Engineering: Recent Advances and Challenges. **Critical Reviews™ in Biomedical Engineering**, v. 40, n. 5, p. 363–408, 2012.
- ARUNA, S. T.; BALAJI, L. S.; KUMAR, S. S.; PRAKASH, B. S. Electrospinning in solid oxide fuel cells – A review. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 67, p. 673–682, 2017.
- BAZBOUZ, M. B.; STYLIOS, G. K. Alignment and optimization of nylon 6 nanofibers by electrospinning. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 107, n. 5, p. 3023–3032, 2008.
- CHEN, P.-C.; SHEN, G.; ZHOU, C. Chemical Sensors and Electronic Noses Based on 1-D Metal Oxide Nanostructures. **IEEE Transactions on Nanotechnology**, v. 7, p. 668–682, 2008.
- CHRONAKIS, I. S. **Micro- and Nano-fibers by Electrospinning Technology**. [s.l: s.n.].
- COSTA, D. L.; LEITE, R. S.; NEVES, G. A.; SANTANA, L. N. DE L.; MEDEIROS, E. S.; MENEZES, R. R. Synthesis of TiO₂ and ZnO nano and submicrometric fibers by solution blow spinning. **Materials Letters**, v. 183, p. 109–113, 2016.
- COSTA, R. G. F.; OLIVEIRA, J. E. DE; PAULA, G. F. DE; MEDEIROS, E. S. DE; RIBEIRO, C.; MATTOSO, L. H. C.; PICCIANI, P. H. DE S. Eletrofição de Polímeros em Solução. Parte I: Fundamentação Teórica. **Polímeros**, v. 22, p. 170–177, 2012a.
- COSTA, R. G. F.; OLIVEIRA, J. E. DE; PAULA, G. F. DE; MEDEIROS, E. S. DE;

- RIBEIRO, C.; MATTOSO, L. H. C.; PICCIANI, P. H. DE S. Eletrofiação de Polímeros em Solução. Parte II: Aplicações e Perspectivas. **Polímeros**, v. 22, p. 178–185, 2012b.
- CUI, Q.; DONG, X.; WANG, J.; LI, M. Direct fabrication of cerium oxide hollow nanofibers by electrospinning. **Journal of Rare Earths**, v. 26, n. 5, p. 664–669, 2008.
- DING, B.; WANG, M.; WANG, X.; YU, J.; SUN, G. Electrospun nanomaterials for ultrasensitive sensors. **Materials Today**, v. 13, n. 11, p. 16–27, 2010.
- DOLEZ, P. I. Nanomaterials Definitions, Classifications, and Applications. In: **Nanoengineering: Global Approaches to Health and Safety Issues**. QC, Canada: Elsevier B.V., 2015. p. 3–40.
- DRIVE, C. **Nanomaterials, Nanotechnologies and Design**. [s.l.] Elsevier, 2009. v. 27
- FARIAS, R. M. C.; MENEZES, R. R.; MEDEIROS, E. S.; OLIVEIRA, J. E. Fibras e nanofibras de mullita: Uma breve revisão. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 10, p. 1–11, 2015a.
- FARIAS, R. M. D. C.; MENEZES, R. R.; OLIVEIRA, J. E.; DE MEDEIROS, E. S. Production of submicrometric fibers of mullite by solution blow spinning (SBS). **Materials Letters**, v. 149, n. 3, p. 47–49, 2015b.
- FEE, T.; SURIANARAYANAN, S.; DOWNS, C.; ZHOU, Y.; BERRY, J. Nanofiber alignment regulates NIH3T3 cell orientation and cytoskeletal gene expression on electrospun PCL+gelatin nanofibers. **PLoS ONE**, v. 11, n. 5, p. 1–12, 2016.
- GOU, Y.; LIU, C.; LEI, T.; YANG, F. 1Dqrilehu Doljqphqw Gxulqj Hohfwurvsllqqlqj Hiihfwv Ri Froohfwru Vwuxfwxuhv Dqg Jryhuqlqj Sdudphwhuv. n. October, p. 62–65, 2014.
- HENCH, L. L. Chronology of Bioactive Glass Development and Clinical Applications. **New Journal of Glass and Ceramics**, v. 03, n. 02, p. 67–73, 2013.
- HERNANDEZ-GRANADOS, M. G. A.; AZAEL, C. G.; DE, M. Mesoporous titania nanofibers by solution blow spinning. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, p. 0–1, 2016.
- JIN, G.; HE, R.; SHA, B.; LI, W.; QING, H.; TENG, R.; XU, F. Electrospun three-dimensional aligned nanofibrous scaffolds for tissue engineering. **Materials Science and Engineering: C**, p. #pagerange#, 2018.
- KATTA, P.; ALESSANDRO, M.; RAMSIER, R. D.; CHASE, G. G. Continuous

electrospinning of aligned polymer nanofibers onto a wire drum collector. **Nano Letters**, v. 4, n. 11, p. 2215–2218, 2004.

KIM, J. I.; HWANG, T. I.; AGUILAR, L. E.; PARK, C. H.; KIM, C. S. A Controlled Design of Aligned and Random Nanofibers for 3D Bi-functionalized Nerve Conduits Fabricated via a Novel Electrospinning Set-up. **Scientific Reports**, v. 6, n. March, p. 1–12, 2016.

KISELEV, P.; ROSELL-LLOMPART, J. Highly aligned electrospun nanofibers by elimination of the whipping motion. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 125, n. 3, p. 2433–2441, 2012.

KRISHNAN, V.; LAKSHMI, T. Bioglass: A novel biocompatible innovation. **Journal of advanced pharmaceutical technology & research**, v. 4, n. 2, p. 78–83, 2013.

LEE, C. H.; SHIN, H. J.; CHO, I. H.; KANG, Y. M.; KIM, I. A.; PARK, K. D.; SHIN, J. W. Nanofiber alignment and direction of mechanical strain affect the ECM production of human ACL fibroblast. **Biomaterials**, v. 26, n. 11, p. 1261–1270, 2005.

LEI, T.; PENG, Q.; CHEN, Q.; XIONG, J.; ZHANG, F.; SUN, D. Alignment of electrospun fibers using the whipping instability. **Materials Letters**, v. 193, n. January, p. 248–250, 2017.

LI, D.; WANG, Y.; XIA, Y. Electrospinning of polymeric and ceramic nanofibers as uniaxially aligned arrays. **Nano Letters**, v. 3, n. 8, p. 1167–1171, 2003.

LI, D.; WANG, Y.; XIA, Y. Electrospinning Nanofibers as Uniaxially Aligned Arrays and Layer-by-Layer Stacked Films. **Advanced Materials**, v. 16, n. 4, p. 361–366, 2004.

LI, D.; XIA, Y. Electrospinning of nanofibers: Reinventing the wheel? **Advanced Materials**, v. 16, n. 14, p. 1151–1170, 2004.

LI, L.; KANG, W.; ZHAO, Y.; LI, Y.; SHI, J.; CHENG, B. Preparation of flexible ultra-fine Al₂O₃ fiber mats via the solution blowing method. **Ceramics International**, v. 41, n. 1, p. 409–415, 2014.

LI, L.; KANG, W.; ZHUANG, X.; SHI, J.; ZHAO, Y.; CHENG, B. A comparative study of alumina fibers prepared by electro-blown spinning (EBS) and solution blowing spinning (SBS). **Materials Letters**, v. 160, p. 533–536, 2015.

LI, Z.; ZHANG, J. WEI; YU, L. GUI; ZHANG, J. WEI. Electrospun porous nanofibers for electrochemical energy storage. **Journal of Materials Science**, v. 52, n. 11, p. 6173–6195, 2017.

LIU, J.; LIN, D. Y.; WEI, B.; MARTIN, D. C. Single electrospun PLLA and PCL

polymer nanofibers: Increased molecular orientation with decreased fiber diameter. **Polymer**, v. 118, p. 143–149, 2017.

LIU, M.; SONG, F.; SHEN, X.; ZHU, Y. Effects of strontium silicate on structure and magnetic properties of electrospun strontium ferrite nanofibers. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, v. 56, n. 1, p. 39–46, 2010.

MA, J.; HE, X.; JABBARI, E. Osteogenic differentiation of marrow stromal cells on random and aligned electrospun Poly(l-lactide) nanofibers. **Annals of Biomedical Engineering**, v. 39, n. 1, p. 14–25, 2011.

MALWAL, D.; GOPINATH, P. Fabrication and applications of ceramic nanofibers in water remediation: A review. **Critical Reviews in Environmental Science and Technology**, v. 46, n. 5, p. 500–534, 2016.

MEDEIROS, E. L. G.; BRAZ, A. L.; PORTO, I. J.; MENNER, A.; BISMARCK, A.; BOCCACCINI, A. R.; LEPRY, W. C.; NAZHAT, S. N.; MEDEIROS, E. S.; BLAKER, J. J. Porous Bioactive Nanofibers via Cryogenic Solution Blow Spinning and Their Formation into 3D Macroporous Scaffolds. **ACS Biomaterials Science & Engineering**, v. 2, n. 9, p. 1442–1449, 2016.

MEDEIROS, E. S.; GLENN, G. M.; KLAMCZYNSKI, A. P.; ORTS, W. J.; MATTOSO, L. H. C. Solution blow spinning: A new method to produce micro- and nanofibers from polymer solutions. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 113, n. 4, p. 2322–2330, 2009a.

MEDEIROS, E. S.; GLENN, G. M.; KLAMCZYNSKI, A. P.; ORTS, W. J.; MATTOSO, L. H. C. Solution blow spinning: A new method to produce micro- and nanofibers from polymer solutions. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 113, n. 4, p. 2322–2330, 2009b.

NER, Y.; ASEMOTA, C.; OLSON, J. R.; SOTZING, G. A. Nanofiber alignment on a flexible substrate: Hierarchical order from macro to nano. **ACS Applied Materials and Interfaces**, v. 1, n. 10, p. 2093–2097, 2009.

OLIVEIRA, J. E.; MORAES, E. A.; COSTA, R. G. F.; AFONSO, A. S.; MATTOSO, L. H. C.; ORTS, W. J.; MEDEIROS, E. S. Nano and submicrometric fibers of poly(D,L-lactide) obtained by solution blow spinning: Process and solution variables. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 122, n. 5, p. 3396–3405, 2011.

OLIVEIRA, J. E.; MORAES, E. A.; MARCONCINI, J. M.; MATTOSO, L. H. C.; GLENN, G. M.; MEDEIROS, E. S. Properties of poly(lactic acid) and poly(ethylene oxide) solvent polymer mixtures and nanofibers made by solution blow spinning.

- Journal of Applied Polymer Science**, v. 129, n. 6, p. 3672–3681, 2013.
- OLIVEIRA, J. E.; MORAES, E. A.; MEDEIROS, E. S.; MATTOSO, L. H. C. **Fiação por Sopro em Solução: Um Novo Método para produção de nanofibras de poli(óxido etileno)**. Simpósio Paulista de Nanotecnologia. **Anais...**Bauru, SP.: 2010
- PELIPENKO, J.; KOCBEK, P.; KRISTL, J. Critical attributes of nanofibers: Preparation, drug loading, and tissue regeneration. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 484, n. 1-2, p. 57–74, 2015.
- PONTELLI, G. C.; BERGMANN, C. P.; BERUTTI, F. A. **Obtenção por electrospinning e caracterização da microestrutura e da atividade catalítica de fibras submicrométricas de óxido de cério dopadas com cobre**. [s.l.] Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2011.
- PORTELA, P. M. D.; ROCHA, J. G. V.; MÉNDEZ, S. L. **Montagem e Automatização de um Sistema de Electrospinning**. [s.l.] Universidade do Minho, 2010.
- RAMASESHAN, R.; SUNDARRAJAN, S.; JOSE, R.; RAMAKRISHNA, S. Nanostructured ceramics by electrospinning. **Journal of Applied Physics**, v. 102, n. 11, p. 1–17, 2007.
- RUTLEDGE, G. C.; FRIDRIKH, S. V. Formation of fibers by electrospinning. **Advanced Drug Delivery Reviews**, v. 59, n. 14, p. 1384–1391, 2007.
- SABBATIER, G.; ABADIE, P.; DIEVAL, F.; DURAND, B.; LAROCHE, G. Evaluation of an air spinning process to produce tailored biosynthetic nanofibre scaffolds. **Materials Science and Engineering C**, v. 35, n. 1, p. 347–353, 2014.
- SAHAY, R.; THAVASI, V.; RAMAKRISHNA, S. Design modifications in electrospinning setup for advanced applications. **Journal of Nanomaterials**, v. 2011, 2011.
- SAIZ, E.; ZIMMERMANN, E. A.; LEE, J. S.; WEGST, U. G. K.; TOMSIA, A. P. Perspectives on the role of nanotechnology in bone tissue engineering. **Dental Materials**, v. 29, n. 1, p. 103–115, 2013.
- SAKAMOTO, F. C. **Obtenção e caracterização de filmes de PHB utilizando a técnica de solution blow spinning**. [s.l.] Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, 2013.
- SCHAWALLER, D.; CLAUS, B.; BUCHMEISER, M. R. Ceramic filament fibers - A review. **Macromolecular Materials and Engineering**, v. 297, n. 6, p. 502–522, 2012.
- SHI, D.; GUO, Z.; BEDFORD, N. **Nanomaterials and Devices**. [s.l.] Elsevier, 2015.

- SILVA, T. H.; ELVIS, J.; OLIVEIRA, D.; SOUTO, E. Obtenção de micro e nanofibras de PVC pela técnica de Fiação por Sopro em Solução PVC micro and nanofibers produced via Solution Blow Spinning. **Polímeros**, v. 25, n. 2, p. 229–235, 2015.
- SORAYANI BAFQI, M. S.; BAGHERZADEH, R.; LATIFI, M. Nanofiber alignment tuning: An engineering design tool in fabricating wearable power harvesting devices. **Journal of Industrial Textiles**, v. 47, n. 4, p. 535–550, 2017.
- SUN, B.; LONG, Y. Z.; ZHANG, H. D.; LI, M. M.; DUVAIL, J. L.; JIANG, X. Y.; YIN, H. L. Advances in three-dimensional nanofibrous macrostructures via electrospinning. **Progress in Polymer Science**, v. 39, n. 5, p. 862–890, 2014.
- TAMURA, T.; KAWAKAMI, H. Aligned electrospun nanofiber composite membranes for fuel cell electrolytes. **Nano Letters**, v. 10, n. 4, p. 1324–1328, 2010.
- THENMOZHI, S.; DHARMARAJ, N.; KADIRVELU, K.; KIM, H. Y. Electrospun nanofibers: New generation materials for advanced applications. **Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology**, v. 217, p. 36–48, 2017.
- THOMAS, P. S.; GUERBOIS, J. P.; RUSSELL, G. F.; BRISCOE, B. J. FTIR study of the thermal degradation of poly(vinyl alcohol). **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 64, n. 2, p. 501–508, 2001.
- VENUGOPAL, J. R.; LOW, S.; CHOON, A. T.; KUMAR, A. B.; RAMAKRISHNA, S. Nanobioengineered electrospun composite nanofibers and osteoblasts for bone regeneration. **Artificial Organs**, v. 32, n. 5, p. 388–397, 2008.
- VIMAL, S. K.; AHAMAD, N.; KATTI, D. S. A simple method for fabrication of electrospun fibers with controlled degree of alignment having potential for nerve regeneration applications. **Materials Science and Engineering C**, v. 63, p. 616–627, 2016.
- WANG, G.; YU, D.; KELKAR, A. D.; ZHANG, L. Electrospun nanofiber: Emerging reinforcing filler in polymer matrix composite materials. **Progress in Polymer Science**, v. 75, p. 73–107, 2017.
- WANG, Y.; GAO, R.; WANG, P. P.; JIAN, J.; JIANG, X. L.; YAN, C.; LIN, X.; WU, L.; CHEN, G. Q.; WU, Q. The differential effects of aligned electrospun PHBHHx fibers on adipogenic and osteogenic potential of MSCs through the regulation of PPAR γ signaling. **Biomaterials**, v. 33, n. 2, p. 485–493, 2012.
- XIE, J.; MACEWAN, M. R.; SCHWARTZ, A. G.; XIA, Y. Electrospun nanofibers for neural tissue engineering. **Nanoscale**, v. 2, n. 1, p. 35–44, 2010.

- XIE, J.; MACEWAN, M. R.; WILLERTH, S. M.; LI, X.; MORAN, D. W.; SAKIYAMA-ELBERT, S. E.; XIA, Y. Conductive Core-Sheath Nanofibers and Their Potential Application in Neural Tissue Engineering. **Advanced Functional Materials**, v. 19, n. 14, p. 2312–2318, 2009.
- XU, Z.; MAHALINGAM, S.; ROHN, J. L.; REN, G.; EDIRISINGHE, M. Physicochemical and antibacterial characteristics of pressure spun nylon nanofibres embedded with functional silver nanoparticles. **Materials Science and Engineering: C**, v. 56, p. 195–204, 2015.
- XUE, J.; XIE, J.; LIU, W.; XIA, Y. Electrospun Nanofibers: New Concepts, Materials, and Applications. **Accounts of Chemical Research**, v. 50, n. 8, p. 1976–1987, 2017.
- YANG, F.; MURUGAN, R.; WANG, S.; RAMAKRISHNA, S. Electrospinning of nano/micro scale poly(l-lactic acid) aligned fibers and their potential in neural tissue engineering. **Biomaterials**, v. 26, n. 15, p. 2603–2610, 2005.
- YIN, Z.; CHEN, X.; CHEN, J. L.; SHEN, W. L.; HIEU NGUYEN, T. M.; GAO, L.; OUYANG, H. W. The regulation of tendon stem cell differentiation by the alignment of nanofibers. **Biomaterials**, v. 31, n. 8, p. 2163–2175, 2010.
- YUAN, H.; ZHOU, Q.; ZHANG, Y. Improving fiber alignment during electrospinning. In: **Electrospun Nanofibers**. [s.l.] Elsevier, 2017. p. 125–147.
- ZARBIN, A. J. G. QUÍMICA DE (NANO)MATERIAIS Aldo J. G . Zarbin. v. 30, n. 6, p. 1469–1479, 2007.
- ZHAO, Y.; HE, X.-L.; LI, J.-P.; JIA, J.; GAO, X.-G. Enhanced Gas Sensing Properties of Aligned Porous SnO₂ Nanofibers. **Chinese Physics Letters**, v. 29, n. 7, p. 070701, 2012a.
- ZHAO, Y.; HE, X.-L.; LI, J.-P.; JIA, J.; GAO, X.-G. Enhanced Gas Sensing Properties of Aligned Porous SnO₂ Nanofibers. **Chinese Physics Letters**, v. 29, n. 7, p. 070701, 2012b.

8 APÊNDICE

• Apêndice A

Tabela A. Tabela com principais dados das peças produzidas utilizadas na montagem do coletor rotativo.

Nome	Quantidade	Massa	Processo	Material
Base para motor	1	325,0 g	Furação	Barra oca seção quadrada
Barra de aço grande	2	2 x 480 g	Furação	Barra seção retangular
Barra de aço apoio	1	150 g	Furação	Barra seção retangular
Barra de aço apoio cortada	1	55 g	Corte e Furação	Barra seção retangular
Barra aço interna	1	65 g	Furação	Barra seção retangular
Barra aço inferior	1	25 g	Furação	Barra seção retangular
Cantoneira de fixação	1	90 g	Furação	Cantoneira
Cantoneira de apoio	1	70 g	Corte e Furação	Cantoneira
Disco de sustentação coletor tiras	2	30 g	Usinagem e Furação	Tarugo de PP
Disco sustent. coletor tub.	2	45 g	Usinagem e Furação	Tarugo de PP
Disco aço sustent. tiras	2	60 g	Furação	Disco de aço
Pé base p/ coletor	4	20 g	Furação e Acabamento	Tarugo de PP
Bucha apoio motor	1	50 g	Furação e Usinagem	Tarugo de aço

Bucha apoio rolamento	1	40 g	Furação e Usinagem	Tarugo de aço
Barra fixação rolamento	1	280 g	Corte, Usinagem e Furação	Barra de alumínio
Aste aço coletor tiras	3	55 g	Usinagem	Barra de aço seção circular
Chaveta	2	2 g	Acabamento	Barra de aço

Tabela B. Tabela com principais dados das peças adquiridas utilizadas na montagem do coletor rotativo.

Peça	Tipo	Dimensões
Parafuso	Allen	4 x 15 mm
Parafuso	Sextavado	1/4 x 1. 1/4 pol
Parafuso	Sextavado	1/4 x 1 pol
Parafuso	Sextavado	1/4 x 5/8 pol
Parafuso	Estrela	2,5 x 6 mm
Porca	Sextavado	1/4 pol
Arruela	Simples	1/4 pol