

PRODUÇÃO DE NANOFIBRAS DE ZEÍNA POR ELECTROSPINNING

TAIANE CORREA MIRAPALHETE¹; LUCIANA PRIETTO²; MARIANA DIAS ANTUNES²; JARINE AMARAL DO EVANGELHO²; ALVARO RENATO GUERRA DIAS²; ELESSANDRA DA ROSA ZAVAREZE³

¹Universidade Federal de Pelotas 1 – tainemirasvp@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – lucianaprietto@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – mariidasantunes@hotmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – jarineamaral@hotmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – argd@zipmail.com.br

³Universidade Federal de Pelotas – elessadrad@yahoo.com.br

1. INTRODUÇÃO

Electrospinning é um método simples para a fabricação de fibras de polímero em nano e micro escala. É um processo direto, que envolve o emprego de campo elétrico para aplicar continuamente uma solução polimérica a partir de uma agulha de seringa em direção a um coletor. Com o aumento da tensão a força eletrostática induz a formação de um cone de Taylor e um jato de polímero é dispersado a partir da agulha. A medida que o jato se desloca em direção ao coletor, o solvente é evaporado e o emaranhamento entre as cadeias do polímero permite a formação das fibras. Como resultado, fibras ultrafinas são recolhidas como uma membrana sobre a placa coletora (FERNANDEZ, TORRES-GINER e LAGARON, 2009; SHEN et al., 2011). As principais vantagens desse tipo de membrana com relação a outros produtos como filmes e espumas está na sua elevada relação de área de superfície/volume, elevada porosidade, boas propriedades mecânicas, além de permitir o transporte de compostos bioativos pela incorporação na solução polimérica antes do processo de *electrospinning* (FIGUEIRA et al., 2016; MORAIS et al., 2010). O desenvolvimento de nanofibras por *electrospinning* tem sido relatado com o emprego de diversos polímeros, podendo ser utilizado poli(ácido) lático, zeína, nylon, entre outros.

O objetivo deste trabalho foi desenvolver nanofibras de zeína utilizando *electrospinning* e avaliar as membranas formadas quanto a morfologia.

2. METODOLOGIA

2.1 Preparo da solução polimérica para produção de nanofibras

Zeína na concentração de 30 % (p/v) foi preparada, pela dissolução do polímero em etanol 75 % (v/v), sob agitação magnética durante 2 h. As soluções foram caracterizadas quanto a viscosidade aparente em viscosímetro digital Brookfield com spindle nº18 (Model DV – II, USA) e condutividade utilizando um condutivímetro portátil (Medidor CON500 de condutividade em $\mu\text{S}/\text{cm}$ & mS/cm). Posteriormente as soluções foram utilizadas para estiramento das fibras em *electrospinning*.

2.2 Parâmetros do electrospinning

Um *electrospinning* em escala laboratorial, constituído de fonte de alta tensão (0-30 kV, Instor, Inglaterra), bomba de infusão (kdScientific, Modelo 200, Inglaterra) e coletor de alumínio, foram utilizados para elaboração das nanofibras. Seringas plásticas de 1 mL com orifício de saída igual a 0,7 mm foram carregadas com solução polimérica de zeína e acopladas a bomba de infusão. A solução

polimérica foi depositada sobre o coletor através da combinação da taxa de alimentação igual a 1 mL/h, tensão de 19 kV sobre orifício metálico de saída da solução e distância do coletor de 16 cm. O coletor foi coberto com papel alumínio para facilitar a retirada das nanofibras para posterior análise.

2.3 Caracterização das fibras

A morfologia das nanofibras foi analisada em Microscópico Eletrônico de Varredura (MEV) (Jeol, JSM-6610LV, USA). As fibras foram recortadas e fixadas em *stubs* com auxílio de uma fita dupla face e cobertas com ouro utilizando um metalizador (Sputtering, Deston Vacuum Deskv, USA). As imagens foram feitas sob tensão de aceleração igual a 10 kV e amplidades de 1000 e 6000 vezes. A partir das imagens obtidas no MEV, 50 fibras foram medidas com auxílio do programa *ImageJ*. A distribuição do diâmetro das fibras nas amostras foi expressa graficamente pela frequência relativa na ordem de 100 nm. O diâmetro médio das fibras foi calculado pela equação (1) que expressa o diâmetro médio de Sauter, (FOUST et al., 1980).

$$D_{\text{Sauter}} = \frac{1}{\sum \frac{x_i}{D_{mi}}} \quad \text{Eq. (1)}$$

Onde D_{Sauter} representa o diâmetro médio de Sauter; x_i representa a frequência relativa entre a classe de diâmetros adotada (%) e o D_{mi} representa o diâmetro médio aritmético entre a classe de diâmetros adotada na distribuição de frequência.

2. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A solução de zeína apresentou viscosidade aparente e condutividade elétrica igual a $123,4 \pm 5,7$ cP e $192,3 \pm 11,0$ $\mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$, respectivamente. A viscosidade da solução desempenha papel importante na formação de nanofibras por *electrospinning* devido ao emaranhamento entre as cadeias de polímeros estabilizar o jato, impedindo a formação de partículas, e permitindo a formação de fibras contínuas. Assim como a viscosidade, a condutividade elétrica também desempenha um papel fundamental na formação de fibras por *electrospinning*. Geralmente, as proteínas em solução produzem íons, que são responsáveis pela condutividade elétrica da solução, permitindo que o jato migre do orifício de saída até o coletor (COSTA et al., 2012).

A Figura 1 mostra as imagens das fibras de zeína obtidas no MEV (1000 e 6000 x). Podemos observar que ocorreu a formação de fibras contínuas, com superfícies lisas, não havendo fragmentação ou formação de bolhas.

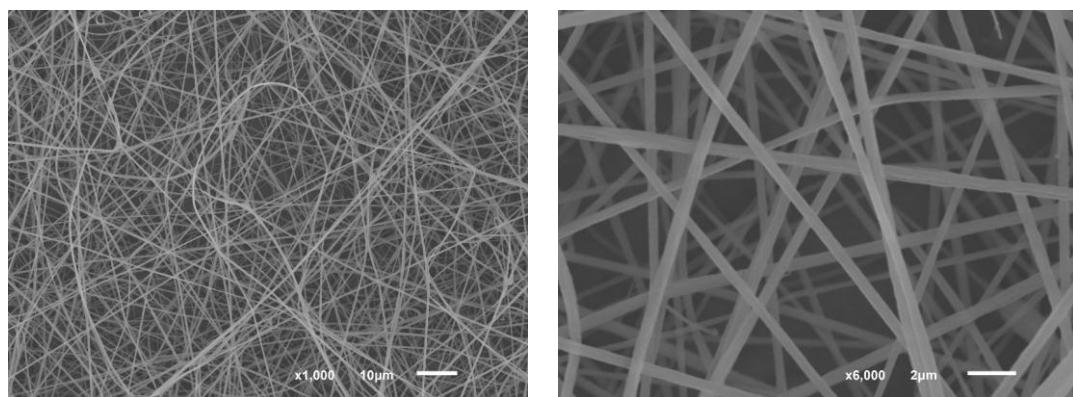


Figura 1. Imagens das fibras de zeína obtidas no MEV (A) amplificação 1000 x, (B) amplificação 6000 x.

A Figura 2 apresenta a distribuição de frequência dos diâmetros das fibras.

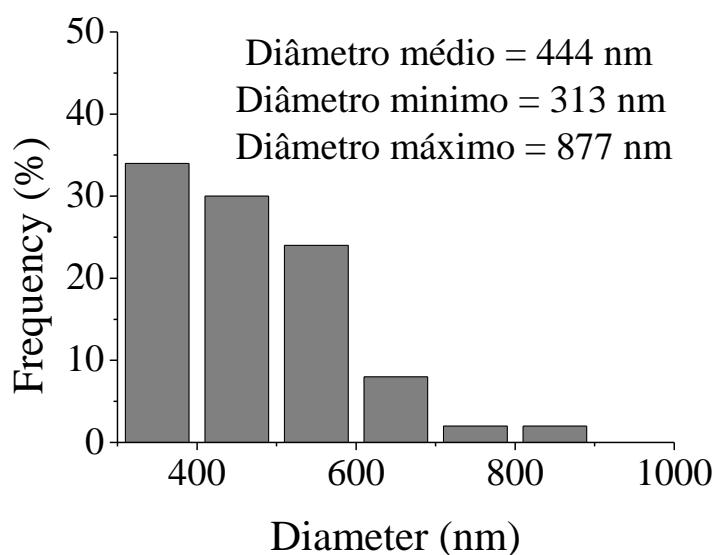


Figura 2. Distribuição de frequência dos diâmetros das fibras

O diâmetro médio das fibras foi 444 nm, de acordo com Costa et al. (2012), nanofibras de diferentes materiais poliméricos na ordem de 50 a 500 nm têm mostrado resultados promissores para aplicação em diversas áreas, devido aos efeitos da escala nano. Neo et al. (2013) desenvolveram fibras de zeína 25% pura e com ácido gálico, e obtiveram fibras com diâmetros médios variando na ordem de 327 a 387 nm, inferiores aos encontrados nesse trabalho. A principal influência sobre o diâmetro das fibras está na concentração da solução, quanto menor a concentração menor o diâmetro das fibras obtidas. Além disso, os diâmetros das fibras produzidas por *electrospinning* podem ser manipulado pela modificação das propriedades de solução (tipo de polímero, condutividades elétrica, viscosidade, entre outros) ou pelos parâmetros do processo (taxa de alimentação, distância do coletor, voltagem aplicada entre outros) (WONGSASULAK et al., 2007).

As características das nanofibras obtidas nesse trabalho permite verificar sua possibilidade de aplicação em diversas áreas. Importante ressaltar que este trabalho está em andamento, na qual primeiramente busca-se produção de nanofibras, em trabalhos futuros pretende-se desenvolver aplicações em especial na área de embalagens para alimentos.

3. CONCLUSÕES

A partir da solução polimérica de zeína foi possível obter fibras contínuas, com superfícies lisas, sem fragmentação ou formação de bolhas, utilizando a técnica de *electrospinning*, com taxa de alimentação de 1 mL/h, 16 cm de distância do coletores e tensão aplicada igual a 19 kV.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- COSTA, R. G. F.; OLIVEIRA, J. E.; PAULA, G. F.; PICCIANI, P. H. S.; MEDEIROS, E. S.; RIBEIRO, C.; MATTOSO, L. H. C. Eletrofiliação de Polímeros em Solução. Parte I: Fundamentação Teórica. **Polímeros**, v. 22, n. 2, p. 170-177, 2012.
- FERNANDEZ, A.; TORRES-GINER, S.; LAGARON, J. M. Novel route to stabilization of bioactive antioxidants by encapsulation in electrospun fibres of zein prolamine. **Food Hydrocolloids**, v. 23, n. 5, p. 1427–1432, 2009.
- FIGUEIRA, F. S.; JULIANA; G. G.; COSTA, J. A. V.; MORAIS, M. G.; MORAES, C. C.; KALIL, J. S. Production of Nanofibers Containing the Bioactive Compound C-Phycocyanin. **Journal of Nanoscience and Nanotechnology**, v. 16, n. 1, p. 944-949, 2016.
- MORAIS, M. G.; STILLINGS, C.; DERSCH, R.; RUDISILE, M.; PRANGE, P.; COSTA, J. A. V.; WENDORFF, J. Preparation of nanofibers containing the microalga Spirulina (Arthospira). **Tecnologia Bioresource**, v. 101, n. 8, p. 2972-2876, 2010.
- NEO, Y. P.; RAY, S.; JIN, J.; GIZDAVIC-NIKOLAIDIS, M.; NIEUWOUDT, M. K.; LIU, D.; QUEK, S. Y. Encapsulation of food grade antioxidant in natural biopolymer by electrospinning technique: A physicochemical study based on zein-gallic acid system. **Food Chemistry**, v. 136, p. 1013–1021, 2013.
- SHEN, X.; YU, D.; ZHU, L.; BRANFORD-WHITE, C.; WHITE, K.; CHATTERTON, N. P. Electrospun diclofenac sodium loaded Eudragit® L 100–55 nanofibers for colontargeted drug delivery. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 408, n. 1–2, p. 200–207, 2011.
- WONGSASULAK, S.; KIT, K. M.; MCCLEMENTS, D. J.; YOOVIDHYA, T.; WEISS, J. The effect of solution properties on the morphology of ultrafine electrospun egg albumen-PEO composite fibers. **Polymer**, v. 48, p. 448–457, 2007.