

Influência da tensão e da distância de trabalho na produção de nanofibras de acetato de celulose para aplicação em Engenharia de Tecidos

Influence of voltage and work distance in the production of cellulose acetate nanofibers for application in Tissue Engineering

Carolina Righi Araújo¹, Danielle Marra de Freitas Silva Azevedo¹,
Aline Bruna da Silva¹

¹Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, CEFET-MG, Campus I, Departamento de Engenharia de Materiais - DEMAT, Av. Amazonas, 5253, CEP: 30421-169, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil
carolrighi20@gmail.com; daniellemarrazevedo@gmail.com, alinebcefetmg@gmail.com

RESUMO

Mantas de nanofibras de acetato de celulose (NFAC) possuem potencial aplicação como *scaffolds* por combinar elevada área superficial, elevada porosidade e interconexão entre os poros. Além disso, esses materiais também apresentam biodegradabilidade, boas propriedades mecânicas e compatibilidade com tecidos vivos, características essenciais para a aplicação na engenharia de tecidos. O objetivo deste trabalho foi produzir e caracterizar mantas de NFAC pela técnica de eletrospinning, visando investigar a influência dos parâmetros de processamento, tensão elétrica e distância de trabalho, nas características morfológicas das nanofibras. Para isso, foram produzidas mantas de NFAC utilizando soluções poliméricas em uma combinação dos solventes acetona/DMF, na concentração de 12% m/v. A morfologia das mantas de nanofibras obtida foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), a caracterização química foi realizada por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e as propriedades térmicas investigadas por análise termogravimétrica (TGA). As NFAC produzidas apresentaram estrutura morfológica no formato cilíndrico e alongado com diâmetro no intervalo de 154 a 185 nm, contendo contas com dimensões entre 0,5 e 4,0 nm, a depender dos parâmetros de processo utilizados. As NFAC obtidas para a distância de trabalho de 12 cm e tensões de 12 e 15 kV apresentaram maior uniformidade na distribuição dos diâmetros com valor médio de 184 ± 30 nm e com média de 23 ± 1 contas por área.

Palavras-chave: Acetato de Celulose, Eletrospinning, Nanofibras.

ABSTRACT

Cellulose acetate nanofiber (CAN) have great potential for application as *scaffolds*, for combining properties such as high surface area, high porosity and interconnection between poles. In addition, these materials also have biodegradability, good mechanics and compatibility with living tissues, characteristics for the application of tissues in tissue engineering. The aim of the work was to produce and characterize CAN blankets by the electrospinning technique, in order to investigate the influence of processing parameters, the applied voltage and the working distance, on the morphological characteristics of nanofibers. Therefore, CAN blanks were produced using polymeric solutions at a concentration of 12% m/v in a combination of acetone/DMF solvents. The morphology of the nanofiber blankets was analyzed by images of scanning electron microscopy (SEM), the chemical characterization was performed by Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and the thermal properties investigated by thermogravimetric analysis (TGA). The CAN produced showed a morphological structure in a cylindrical and elongated shape with diameters in the range of 154 to 185 nm, containing beads with dimensions between 0.5 and 4.0 nm, depending on the process parameters used. The CAN, obtained for the working distance of 12 cm and voltages of 12 and 15 kV, showed greater uniformity in the distribution of diameters with an average value of 184 ± 30 nm and an average of 23 ± 1 beads per area.

Keywords: Cellulose Acetate, Electrospinning, Nanofibers.

1. INTRODUÇÃO

A engenharia de tecidos é um campo multidisciplinar que envolve conhecimento de diferentes áreas como engenharia de materiais, biologia e medicina, e têm como objetivo desenvolver tecidos e órgãos funcionais em laboratório [1-3]. Um dos princípios da engenharia de tecidos é a utilização de uma estrutura tridimensional que mimetiza fisicamente a matriz extracelular natural (MEC), denominada *scaffold*. Essa estrutura fornece uma matriz temporária para interação e proliferação celular, permitindo a formação de um tecido vivo [2]. Os *scaffolds* produzidos a partir de mantas de nanofibras eletrofiadas apresentam características importantes para a substituição da MEC, tais como, elevada área superficial, elevada porosidade e interligação entre poros, possibilidade de funcionalização e/ou modificação da superfície [3-5]. Devido a essas propriedades, as nanofibras poliméricas também vêm sendo utilizadas com sucesso como materiais para liberação controlada de fármacos e curativos, por exemplo [6]. Os polímeros usados para a produção de *scaffolds* podem ser sintéticos ou naturais, degradáveis ou não, dependendo da finalidade da aplicação [7]. Dentre os polímeros utilizados, destacam-se os polímeros biodegradáveis de origem vegetal ou animal, como o acetato de celulose (AC), o ácido hialurônico, o colágeno, a proteína da seda, a quitosana, o fibrinogênio e o poli (3-hidroxitirato) [8-12].

O acetato de celulose, polímero semissintético, além de ser biodegradável, pode apresentar considerável variação em reatividade química, massa molar e grau de polimerização, o que permite uma ampla gama de aplicações [13, 14]. AC é um éster orgânico com ligação (1 → 4) β (diequatorial) entre cada monômero [15] e as mantas de nanofibras de AC são facilmente processadas pela técnica de eletrofiação [16-19]. Os parâmetros de processamento podem ser controlados para se obter mantas de nanofibras com diferentes propriedades físico-químicas, como morfologia, porosidade, área superficial e resistência mecânica [14]. Os parâmetros utilizados na fabricação das mantas de nanofibras poliméricas pela técnica de eletrofiação são classificados como parâmetros de processo (campo elétrico, distância de trabalho e velocidade de rotação do coletor), parâmetros de solução (viscosidade, concentração do polímero, tensão superficial, vazão da solução, condutividade elétrica da solução e massa molar do polímero) e parâmetros do ambiente (temperatura e umidade relativa) [16-31].

Inúmeros trabalhos na literatura versam sobre a produção de mantas de nanofibras de acetato de celulose (NFAC) pelo método de eletrofiação utilizando diferentes parâmetros de processamento, tais como o uso de diversos solventes e misturas desses, diferentes concentrações da solução polimérica [32-38], tensões elétricas aplicadas e distâncias de trabalho [39-42]. Em relação à influência do solvente e da concentração polimérica na estrutura morfológica das nanofibras de AC pode-se destacar o trabalho de TUNGPRAPA *et al.* [35]. Nesse estudo foram obtidas fibras lisas cujo diâmetro médio variou entre 480 e 1580 nm, a depender da mistura de solventes utilizada. CHRISTOFOROU e DOUMANIDIS [36] analisaram a influência da variação dos parâmetros tensão (5-35 kV) e distância do coletor à ponta (3-15 cm) utilizando acetona como solvente. Esses autores produziram fibras lisas e uniformes com diâmetro no intervalo de 555 a 6600 nm e observaram que ao diminuir a tensão aplicada, a densidade das contas (aglomerados poliméricos) também diminuiu, favorecendo a formação de fibras uniformes. CHRISTOFOROU e DOUMANIDIS [36] concluíram também que o diâmetro médio das fibras diminuiu com o aumento da tensão elétrica e quanto menor a distância de trabalho, maior a probabilidade de formação de fibras mais largas. ANGEL *et al.* [42] relataram que o diâmetro das NFAC foi menor na faixa superior e inferior para o intervalo de tensão aplicada (8-16 kV), bem como na faixa intermediária para distância de trabalho (6-14 cm). Nesse estudo, o diâmetro médio das nanofibras variou de 404 a 1346 nm, e os maiores diâmetros foram observados para altas concentrações de AC (10-15 % m/v).

Recentemente, SOARES *et al.* [38] produziram NFAC puras e incorporadas com o hormônio progesterona utilizando a concentração de 12 % m/v de AC para uma mistura de acetona/DMF (3:1 v/v). As mantas produzidas apresentaram morfologia homogênea, com poucas contas e diâmetro médio de (345 ± 141) nm para uma tensão de 15 kV. Dessa forma, o objetivo do presente trabalho foi avaliar a influência dos parâmetros de processo, tensão elétrica e distância de trabalho, na produção de mantas de nanofibras de acetato de celulose. A mesma concentração de solução polimérica, definida no trabalho realizado por este grupo de pesquisa [38], foi utilizada com variações de tensão elétrica entre 12 a 15 kV e da distância de trabalho de 10 a 14 cm.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

A matéria-prima utilizada para a produção das nanofibras de AC foi o acetato de celulose (massa molar média de 30.000 g.mol⁻¹), produzido pela empresa Sigma-Aldrich. As soluções poliméricas foram preparadas usando os solventes acetona PA ACS (C₆H₆O – massa molar 58,08 g.mol⁻¹, T_{ebulição} = 56,2 °C, constante dielétrica = 20,7) e N,N-Dimetilformamida (DMF) PA (HCON(CH₃)₂ – massa molar 73,09 g.mol⁻¹, T_{ebulição} = 153,5 °C, constante dielétrica = 37), da Dinâmica Química Contemporânea Ltda.

2.2 Produção das nanofibras de AC

As mantas de nanofibras de acetato de celulose (NFAC) foram produzidas por meio da técnica de eletrofição, utilizando o equipamento Nano E-Spinning Unit, da marca NaBond Technologies Co. Alguns parâmetros foram previamente definidos com base no trabalho de SOARES *et al.* [38], dentre eles, a concentração de AC na solução e a proporção entre os solventes. As soluções poliméricas foram preparadas com 12% m/v de acetato de celulose em uma mistura de acetona e DMF na proporção de 3:1 (v/v). As soluções foram homogeneizadas até completa solubilização do polímero, sob agitação magnética, durante duas horas, à temperatura de 25 °C. As soluções foram eletrofiadas utilizando uma seringa plástica de 10 mL contendo uma agulha de diâmetro interno de 0,70 mm, que serviu como eletrodo. As nanofibras foram colhidas durante 60 minutos em um substrato metálico de alumínio posicionado sobre um coletor rotativo (substrato) aterrado. Foram produzidas mantas de nanofibras de AC nas três distâncias de trabalho (10, 12 e 14 cm) e nos quatro valores de tensão (12, 14, 15 e 16 kV).

2.3 Caracterização morfológica das NFAC

A morfologia das amostras foi analisada utilizando um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) modelo SSX-550 da marca SHIMADZU. As mantas de NFAC foram cortadas em pedaços na forma de um quadrado e posicionadas sobre fita de carbono adesivo. Em seguida, uma fina camada de ouro foi depositada com o equipamento QUICK COATER, utilizando uma corrente de 1,0 mA, por 60 segundos. O diâmetro médio das nanofibras foi determinado com auxílio do *software* ImageJ, a partir da realização de 100 medidas de diâmetros para cada amostra. A uniformidade e a homogeneidade das mantas eletrofiadas foram avaliadas por meio da análise da quantidade de contas em cada amostra. Essa análise foi realizada para uma área de $1,85 \times 10^3 \mu\text{m}^2$ nas imagens de MEV.

2.4 Caracterizações físico-química e térmica das NFAC

A matéria-prima acetato de celulose e as mantas de NFAC produzidas foram caracterizadas pela técnica de Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR). O equipamento utilizado para essa análise foi o espectrômetro Thermo Nicolet NEXUS 470. Os espectros de infravermelho foram obtidos com 256 varreduras na região espectral de 4000 a 400 cm^{-1} , com resolução espectral de 4 cm^{-1} .

A análise termogravimétrica (TGA) foi realizada utilizando o equipamento DTG 60 H da marca SHIMADZU. O ensaio foi feito com uma taxa de aquecimento de $10 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, no intervalo de temperatura de $25 \text{ }^\circ\text{C}$ a $900 \text{ }^\circ\text{C}$ e com fluxo de gás nitrogênio de $50 \text{ cm}^3\cdot\text{min}^{-1}$. As curvas de TGA foram feitas com auxílio do *software* Origin 9.0[®].

2. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Caracterização morfológica das NFAC

No presente trabalho dois parâmetros de processo para a fabricação de mantas de nanofibras poliméricas foram investigados, a saber, tensão elétrica e distância de trabalho. Inicialmente avaliou-se a influência da tensão aplicada para uma distância de trabalho fixa. As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura das NFAC produzidas nas tensões de 12, 14, 15 e 16 kV para a distância de trabalho de 10 cm são apresentadas na Figura 1. Também é mostrada a distribuição de diâmetros assim como o diâmetro médio para cada valor de tensão elétrica nessa figura. Pode-se observar que, para todas as tensões aplicadas, as fibras apresentam uma forma cilíndrica e alongada com uma distribuição de diâmetros no intervalo de 10 a 400 nm. À medida que o valor da tensão elétrica aumenta observa-se uma diminuição do diâmetro médio das nanofibras, variando de $(170 \pm 39) \text{ nm}$ para $(157 \pm 36) \text{ nm}$ nas tensões de 12 kV e 15 kV, respectivamente. Entretanto, as fibras sintetizadas na tensão de 16 kV apresentam um valor de diâmetro médio maior, de $172 \pm 34 \text{ nm}$. Acredita-se que, nessa condição, a distância de trabalho não foi suficiente para um maior estiramento da fibra, resultando em um diâmetro maior em relação aos outros valores de tensão aplicada.

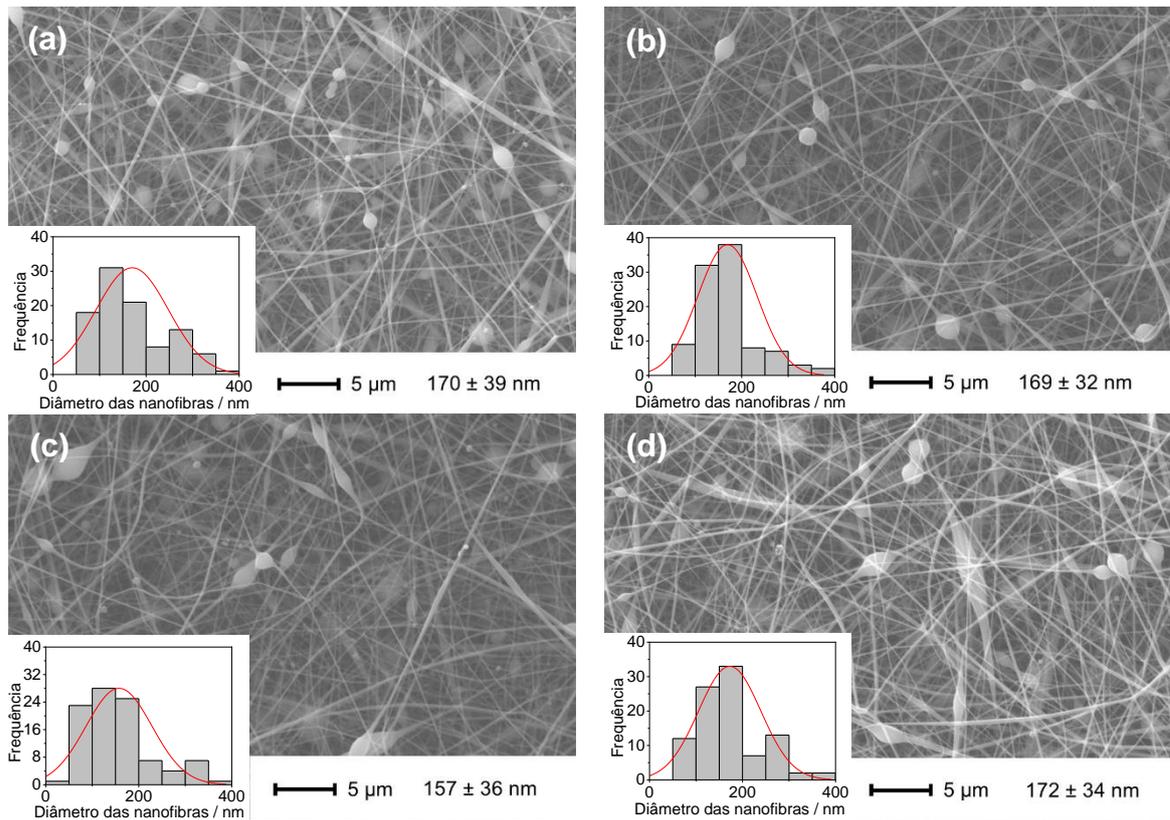


Figura 1: Imagens de MEV e distribuições de diâmetros para NFAC produzidas com distância de trabalho de 10 cm, para valores de tensão de (a) 12 kV, (b) 14 kV, (c) 15 kV e (d) 16 kV.

Para a distância de trabalho de 12 cm, as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura das NFAC produzidas nas tensões de 12, 14, 15 e 16 kV são apresentadas na Figura 2. Para essa distância de trabalho o menor diâmetro das fibras foi observado na tensão de 14 kV.

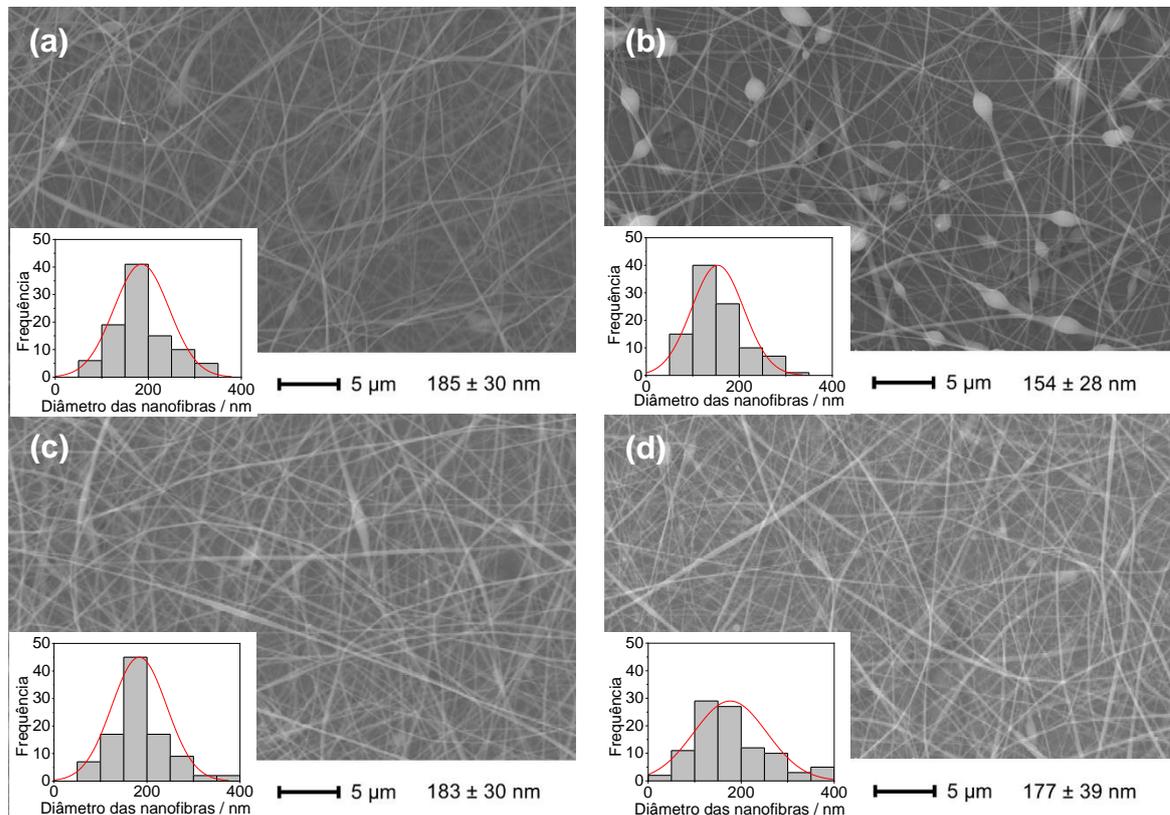


Figura 2: Imagens de MEV e distribuições de diâmetro para NFAC produzidas com distância de trabalho de 12 cm, para valores de tensão de (a) 12 kV, (b) 14 kV, (c) 15 kV e (d) 16 kV.

As imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura das NFAC produzidas nas tensões de 12, 14, 15 e 16 kV para a distâncias de trabalho de 14 cm são apresentadas na Figura 3. Nota-se que, nesta distância, o diâmetro varia de (181 ± 33) nm para (173 ± 29) nm com o aumento da tensão de 12 kV para 16 kV.

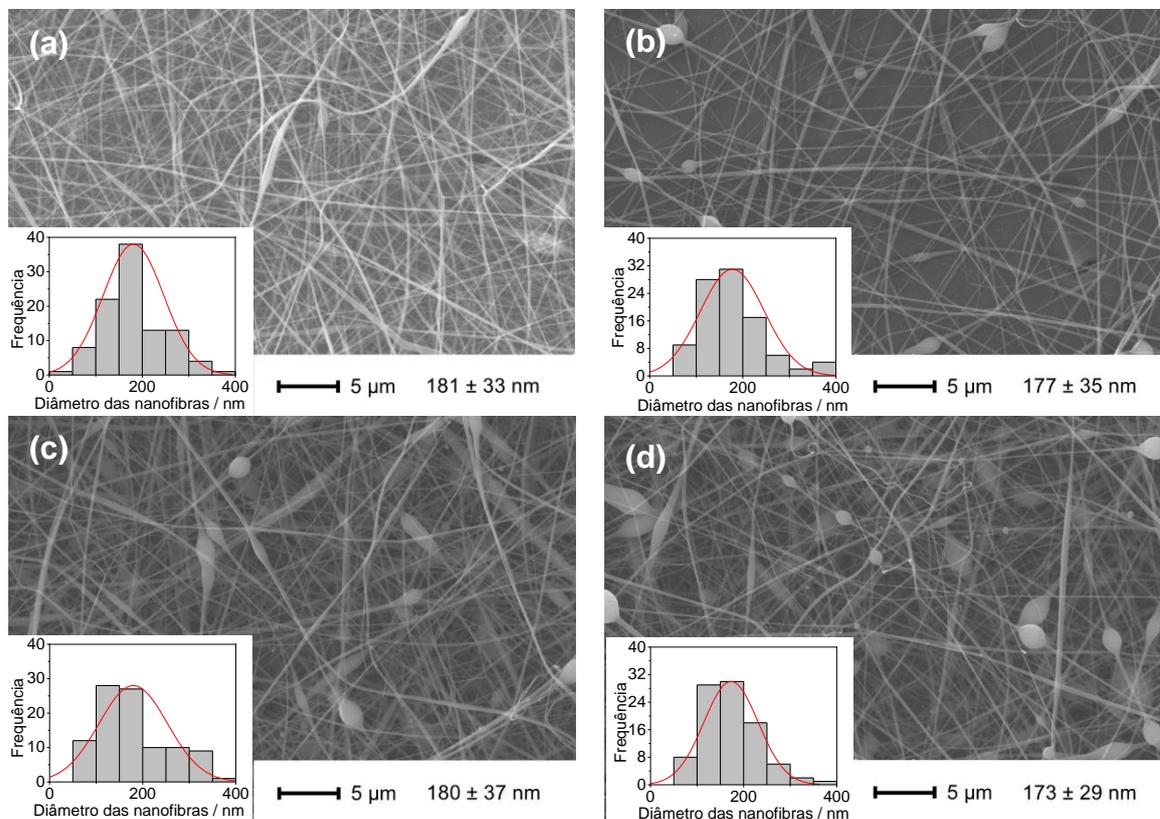


Figura 3: Imagens de MEV e distribuições de diâmetro para NFAC produzidas com distância de trabalho de 14 cm, para valores de tensão de (a) 12 kV, (b) 14 kV, (c) 15 kV e (d) 16 kV.

Os diâmetros médios das NFAC produzidas estão compreendidos entre 154 e 185 nm, uma faixa estreita de distribuição. Todavia, em trabalhos anteriores, o diâmetro médio das NFAC produzidas apresentou uma ampla distribuição, variando da ordem de grandeza nanométrica até micrométrica, a depender dos parâmetros de processo utilizados [35, 38, 42]. Essa diferença pode ser atribuída, pelo menos em parte, à utilização de soluções poliméricas com diferenças concentrações. No trabalho de SOARES *et al.* [38] foram utilizados os mesmos parâmetros experimentais do presente trabalho, inclusive, a concentração da solução polimérica, e o diâmetro médio das NFAC foi de 345 ± 141 nm. Essa discrepância provavelmente está associada ao uso de uma agulha com diâmetro interno maior (0,80 mm) por esses autores o que propiciou a produção de fibras com maiores diâmetros médios. Ademais, observa-se que para uma distância de trabalho fixa, o aumento da tensão elétrica aplicada ocasiona diminuição do diâmetro médio das nanofibras de AC, conforme descrito anteriormente na literatura [39-42]. Este comportamento pode ser explicado pela elevação das forças eletrostáticas e da densidade de cargas devido ao aumento da tensão, o que acelera o jato do polímero, causando assim um estreitamento do diâmetro da fibra [39-42].

A análise da variação da distância de trabalho para uma tensão aplicada fixa na produção das NFAC pode ser feita a partir dos dados sumarizados na Tabela 1. Observa-se que um aumento da distância de trabalho ocasiona aumento no diâmetro médio das fibras produzidas. Assim, fibras produzidas na tensão de 12 kV aumentam o diâmetro de 170 ± 39 nm para 181 ± 33 nm, quando a distância aumenta de 10 para 14 cm. Esse comportamento também foi observado por ANGEL *et al.* [42], no intervalo de tensões fixas de 12 a 15 kV para fibras de AC. Para a tensão de 12 kV, observa-se que o diâmetro médio das fibras aumenta de 700-800 nm para 800-900 nm, quando para a alteração da distância de 10 cm para 14 cm. Para as tensões de 14, 15 e 16 kV, o intervalo de incremento é ainda mais significativo, aumentando de 700-800 nm para 1000-1100 nm, quando se altera a distância de 10 cm para 14 cm. A razão entre a tensão e a distância de trabalho pode ser definida como a força do campo elétrico [43]. Quando ocorre a diminuição da intensidade do campo elétrico devido ao aumento da distância, o estiramento das cadeias poliméricas diminui, ocorrendo a produção de nanofibras com maiores diâmetros. Por outro lado, em altas tensões, o resultado esperado é a produção de fibras com menores diâmetros, considerando que a distância seja suficiente para permitir o maior tempo de voo e, consequentemente,

te, o alongamento da cadeia polimérica. Caso a distância de trabalho seja pequena, o aumento da tensão resultará em um processo de eletrofiacção úmida, no qual não ocorrerá o alongamento substancial do jato para a produção de fibras com diâmetros menores [41-44].

Tabela 1: Diâmetro médio das mantas de nanofibras, número de contas, umidade relativa do ar e temperatura para os diferentes valores de distância de trabalho e de tensão.

DISTÂNCIA DE TRABALHO (cm)	TENSÃO (kV)	DIÂMETRO MÉDIO DAS NANOFIBRAS (nm)	NÚMERO MÉDIO DE CONTAS (± 1)	UMIDADE RELATIVA DO AR ± 2 (%) / TEMPERATURA $\pm 0,5$ ($^{\circ}$ C)
10	12	170 \pm 39	128	57 / 22,1
	14	169 \pm 32	66	58 / 22,5
	15	157 \pm 46	79	55 / 23,0
	16	172 \pm 34	61	55 / 22,9
12	12	185 \pm 30	24	50 / 22,5
	14	154 \pm 28	62	61 / 21,5
	15	183 \pm 30	22	50 / 22,7
	16	177 \pm 39	50	50 / 22,9
14	12	181 \pm 33	13	50 / 23,2
	14	177 \pm 35	34	62 / 21,5
	15	180 \pm 37	54	63 / 21,5
	16	173 \pm 29	46	62 / 21,5

A formação de contas (agregados poliméricos) com diâmetros que variaram entre 0,5 nm e 4,0 nm foi observada em todas as condições de trabalho, mas a condição que apresentou o menor número de contas (13 \pm 1 contas/área) foi tensão de 12 kV e distância de 14 cm. Para a distância de trabalho de 10 cm, observa-se uma diminuição na quantidade de contas formadas à medida que o campo elétrico aumenta. Esse efeito pode ser explicado pelo fato de ocorrer um maior estiramento da solução polimérica em tensões mais elevadas, promovendo uma menor aglomeração, e conseqüentemente, menor números de contas. Por outro lado, para a distância de trabalho de 14 cm, o número de contas aumenta com o aumento da tensão aplicada. Ao se analisar o efeito da tensão aplicada na formação das contas, considerando uma distância de trabalho fixa, observa-se uma diminuição no número de contas à medida que a distância aumenta. Quanto maior a distância de trabalho, maior será o tempo de voo do jato e, conseqüentemente, maior a probabilidade do rompimento da tensão superficial para a formação de fibras e não de contas [24]. ASADIAN *et al.* [45] ao analisar o efeito da variação da distância de trabalho na produção de fibras de proliprolactona em ácido acético e água também observaram uma diminuição no número de contas com o aumento da distância de trabalho.

Conforme pode ser observado na tabela 1, a umidade relativa do ar variou entre 50 e 63% durante a produção das NFAC e não foi observada relação entre esse parâmetro ambiental e a morfologia das mantas de NFAC produzidas. Resultados similares foram encontrados no trabalho de DE VRIEZE *et al.* [19], que produziram NFAC com diâmetros médios inalterados pelas condições de umidade relativa do ar de 45 e 60 %. Ademais, no presente trabalho, a temperatura apresentou variação menor que 2 $^{\circ}$ C nas diferentes condições de trabalho. Não foi observada relação entre a variação desse parâmetro a morfologia das NFAC produzidas. Contudo, é importante salientar que variações maiores de temperatura podem alterar o diâmetro das fibras produzidas, ao alterar a taxa de evaporação do solvente e a viscosidade do polímero, conforme mostrado por DE VRIEZE *et al.* [19]. Ao se comparar a morfologia das NFAC produzidas em diferentes condições de processo, pode-se afirmar que as nanofibras produzidas na distância de trabalho de 12 cm e nas tensões elétricas de 12 e 15 kV apresentam morfologia mais homogênea, com pequeno número de contas e estreita distribuição de diâmetro, com valores médios de 185 \pm 30 nm e 183 \pm 30 nm, respectivamente.

3.2 Caracterizações físico-química e térmica das NFAC

Os espectros FTIR do acetato de celulose em pó (AC) e das mantas de nanofibras de acetato de celulose (NFAC) obtidas para a condição com distância de trabalho de 12 cm e tensão elétrica de 16 kV, são apresentadas na Figura 4.

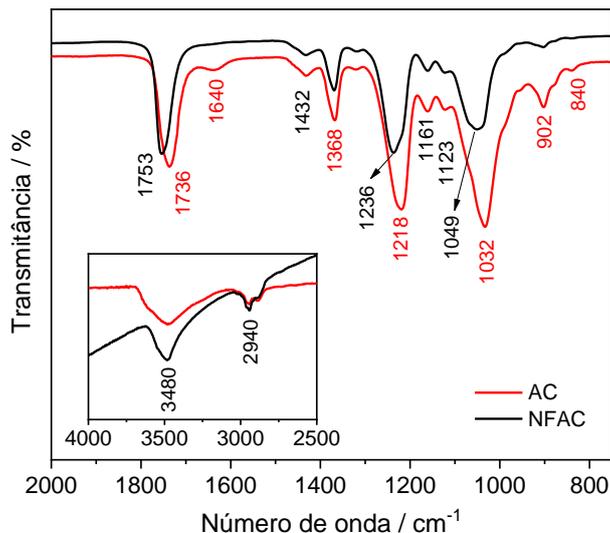


Figura 4: Espectros FTIR do acetato de celulose em pó (AC) e das nanofibras de acetato de celulose.

Uma banda intensa, correspondente ao modo de estiramento da carbonila de éster atribuída à ligação C=O [46], foi observada em torno de 1736 cm^{-1} ($\nu\text{C=O}$). Em 1220 cm^{-1} , observa-se a banda correspondente ao estiramento da ligação acetila ($\nu\text{C-O-C}$), responsável pela ligação entre o grupo celulósico e acetil [47]. A banda em 1032 cm^{-1} ($\nu\text{C-O-C}$) corresponde ao estiramento do grupo C-O e a banda em 902 cm^{-1} a ligação (1 → 4) β (diequatorial) entre cada monômero. Além dessas bandas relatadas, observa-se o modo de deformação simétrica da ligação C-H da celulose em 1368 cm^{-1} ($\delta\text{C-CH}_3$), bem como seus modos de estiramentos simétrico e assimétrico por volta de 2940 cm^{-1} . O espectro FTIR também apresenta uma banda larga referente ao estiramento do OH aproximadamente em 3480 cm^{-1} ($\nu\text{O-H}$) e uma banda referente à deformação do OH por volta de 1640 cm^{-1} ($\delta\text{O-H}$). Esses modos observados são característicos do AC, como visto previamente na literatura [48–53]. Os modos vibracionais das NFAC são similares com os modos da matéria-prima de AC em pó. A maioria dos modos vibracionais estão localizados na mesma posição, exceto os modos de estiramento carbonila de éster atribuída à ligação C=O, do grupo acetila (C-O) e do estiramento do grupo C-O. Observa-se um deslocamento de 17 cm^{-1} para esses modos de 1736 cm^{-1} para 1753 cm^{-1} , de 1218 cm^{-1} para 1236 cm^{-1} e de 1032 para 1049 cm^{-1} , respectivamente [41]. Esses deslocamentos podem ser explicados pelo estiramento das macromoléculas ao longo do eixo da fibra, resultado do processo de eletrofiação [41, 54].

As curvas de TGA e da derivada DTGA do acetato de celulose em pó e das mantas de nanofibras de AC obtidas por eletrofiação são apresentadas nas Figuras 5 e 6, respectivamente.

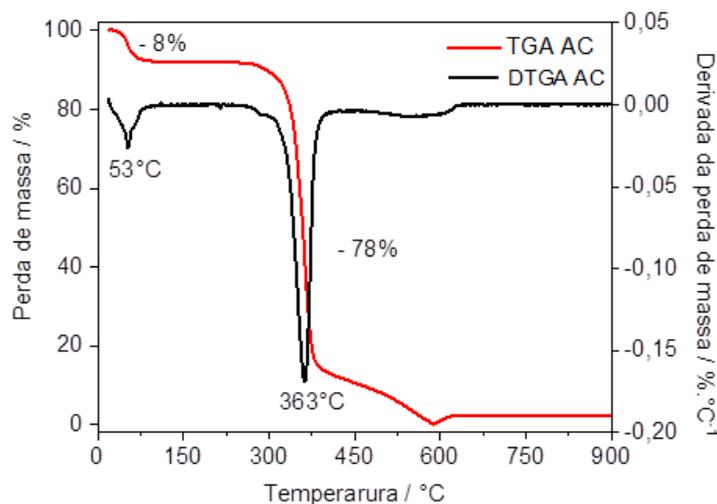


Figura 5: Curvas de TGA e FTGA do AC no intervalo de temperatura de (20 – 900) °C.

O resultado obtido na análise de TGA para o acetato de celulose em pó mostra uma perda de massa de 8% entre o intervalo de temperatura de 25 a 90 °C, que corresponde à evaporação de água residual adsorvida

na amostra [38, 53]. A principal faixa de degradação térmica das cadeias poliméricas do AC ocorre no intervalo de temperatura de 280 e 400 °C, com velocidade máxima de decomposição em 363 °C [55]. Nesse intervalo, ocorre uma perda de massa de 78%, que está associada à cisão da cadeia polimérica e à decomposição dos grupos acetila [56, 57]. O restante da perda de massa pode ser atribuído à carbonização dos produtos degradados a cinzas, que ocorre a partir de 400 °C [58, 59].

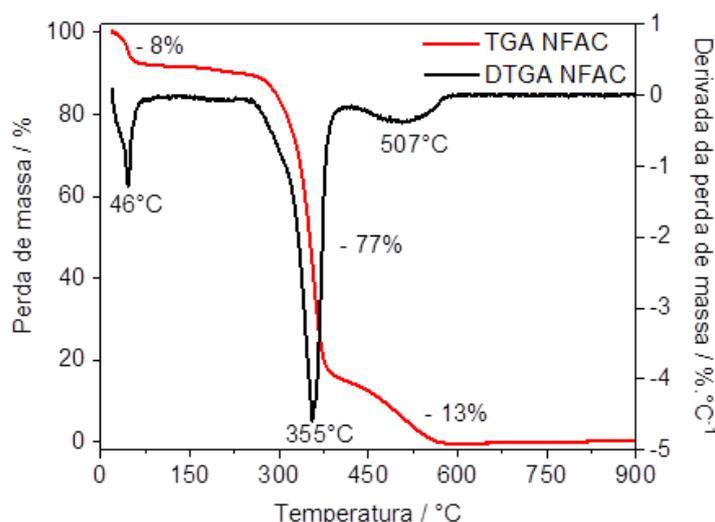


Figura 6: Curvas de TGA e FTGA das NFAC no intervalo de temperatura de (20 – 900) °C.

O comportamento térmico das NFAC analisado por TGA pode ser descrito pela decomposição principal no intervalo de 250 e 440 °C, com máxima velocidade de decomposição registrada em 355 °C. Foi observado a decomposição de 77% do material, que pode ser associado à pirólise da cadeia polimérica, bem como à decomposição dos grupos acetila [56, 57]. A decomposição de 13% observada em 507 °C, pode ser atribuída à carbonização dos produtos degradados a cinzas, que ocorre a partir de 450 °C [58, 59]. Adicionalmente, foi observado uma variação de massa de aproximadamente de 8% para a temperatura de 46 °C, essa variação pode ser atribuída à evaporação dos solventes remanescentes nas mantas eletrofiadas e de moléculas de água na NFAC.

3. CONCLUSÕES

Nanofibras de acetato de celulose foram produzidas pela técnica de eletrofiação na concentração de 12 % m/v de AC em solução de acetona/DMF na proporção de 3:1 v/v, variando-se os parâmetros de processo tensão aplicada e distância de trabalho. As mantas de nanofibras de acetato de celulose foram formadas por nanofibras de formato cilíndrico, alongado e superfície lisa. Foram obtidas mantas de nanofibras com diâmetro médio variando de 154 a 185 nm, faixa estreita de distribuição de diâmetros. As NFAC obtidas para a distância de trabalho de 12 cm e tensões de 12 e 15 kV apresentaram maior uniformidade na distribuição dos diâmetros com valor médio de 184 ± 30 nm e com média de 23 ± 1 contas por área. Os resultados alcançados mostram que um controle rigoroso dos parâmetros, em especial da tensão aplicada, é fundamental para a obtenção de mantas de nanofibras de AC mais homogêneas.

4. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CEFET-MG, pela bolsa de mestrado concedida. Ao técnico Jorge W. Barbosa, pelo auxílio com as análises de MEV, aos professores Roberto L. Moreira e Rodrigo G. Lacerda, pelo auxílio nas análises de FTIR e TGA, respectivamente.

5. BIBLIOGRAFIA

- [1] DUTTA, R. C., DEY, M., DUTTA, A. K. *et al.*, “Competent processing techniques for scaffolds in tissue engineering”, *Biotechnology Advances*, v. 35, n. 2, pp. 240-250, 2017.
- [2] TAN, J. T., SALTZMAN, W. M., “Biomaterials with hierarchically defined micro- and nanoscale structure”, *Biomaterials*, v. 25, pp. 3593–3601, 2004.
- [3] KENRY e LIM, C. T., “Nanofiber technology: current status and emerging developments”, *Progress in Polymer*

Science, v. 70, pp. 1-17, 2017.

- [4] LI, Z., RAMAY, H. R., HAUCH, K. D. *et al.*, “Chitosan-alginate hybrid scaffolds for bone tissue engineering”, *Biomaterials*, v. 26, n. 18, pp. 3919-3928, 2005.
- [5] MUZZARELLI, R. A. A., MATTIOLI-BELMONTE, M, TIETZ, C. *et al.*, “Stimulatory effect on bone formation exerted by a modified chitosan”, *Biomaterials*, v. 15, n. 13, pp. 1075-1081, 1994.
- [6] LANGELAAN, M. L. P., BOONEN, K. J. M., POLAK, R. B. *et al.*, “Meet the new meat: tissue engineered skeletal muscle”, *Trends Food Science Technology*, v. 21, n. 2, pp. 59-66, 2010.
- [7] BOLDRIN, L., MALERBA, A., VITIELLO, L. *et al.*, “Efficient delivery of human single fiber-derived muscle precursor cells via biocompatible scaffold”, *Cell Transplant.*, v. 17, n. 5, pp. 576-584, 2008.
- [8] ALMANY, L. e SELIKTAR, D., “Biosynthetic hydrogel scaffolds made from fibrinogen and polyethylene glycol for 3D cell cultures”, *Biomaterials*, v. 26, n. 15, pp. 2467-2477, 2005.
- [9] BHARDWAJ, N. e KUNDU, S.C., “Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique”, *Biotechnology Advances*, v. 28, pp. 325-347, 2010.
- [10] PRABHAKARAN, M. P., VATANKHAH, E. e RAMAKRISHNA, S., “Electrospun Aligned PHBV / Collagen Nanofibers as Substrates for Nerve Tissue Engineering”, *Biotechnology and Bioengineering*, v. 110, n. 10, pp. 2775-2784, 2013.
- [11] YOO, H. S., LEE, E. A., YOON, J. J. *et al.*, “Hyaluronic acid modified biodegradable scaffolds for cartilage tissue engineering”, *Biomaterials*, v. 26, pp. 1925-1933, 2005.
- [12] PEZZIN, S. H., OLALLA, Á. S., TORRES, E. G. *et al.*, “Preparação de membranas de PHB por eletrofição e caracterização para aplicações em engenharia tecidual Preparation of PHB membranes by electrospinning and characterization for tissue engineering applications”, *Revista Matéria*, v. 23, n. 8, 2018.
- [13] EDGAR, K. J., “Cellulose Esters, Inorganic” In: *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*, v. 9, New York, Ed. Wiley, 2004.
- [14] KONWARH, R., KARAK, N., MISRA, M., “Electrospun cellulose acetate nanofibers: The present status and gamut of biotechnological applications”, *Biotechnology Advances*, v. 31, n. 4, pp. 421-437, 2013.
- [15] PULS, J., WILSON, S. A., HÖLTER, D. “Degradation of Cellulose Acetate-Based Materials: A Review”, *Journal of Polymers and the Environment*, v. 19, n. 1, pp. 152-165, 2011.
- [16] DRAGULESCU-ANDRASI, S. J., MA, Z., AYERS, D.C. *et al.*, “Electrospun polysaccharide fiber meshes supporting the chondrogenic differentiation of human bone marrow stromal cells”, In: *Abstracts of Papers, 236th ACS National Meeting*, p. CARB-048, Filadélfia, EUA, Aug. 2008.
- [17] THENMOZHI, S., DHARMARAJ, N., KADIRVELU, K. *et al.*, “Electrospun nanofibers: New generation materials for advanced applications”, *Materials Science and Engineering: B*, v. 217, pp. 36-48, 2017.
- [18] SILL, T. J. e VON RECUM, H. A., “Electrospinning: Applications in drug delivery and tissue engineering”, *Biomaterials*, v. 29, pp. 1989-2006, 2008.
- [19] DE VRIEZE, S., VAN CAMP, T., NELVIG, A. *et al.*, “The effect of temperature and humidity on electrospinning”, *Journal of Materials Science*, v. 44, n. 5, pp. 1357-1362, 2009.
- [20] KI, C. S., BAEK, D. H., GANG, K. D. *et al.*, “Characterization of gelatin nanofiber prepared from gelatin-formic acid solution”, *Polymer*, v. 46, n. 14, pp. 5094-5102, 2005.
- [21] GOMES, D. S., DA SILVA, A. N. R., MORIMOTO, N. I. *et al.*, “Characterization of an electrospinning process using different PAN/DMF concentrations”, *Polímeros*, v. 17, n. 3, pp. 206-211, 2007.
- [22] LIU, G., GU, Z., HONG, Y. *et al.*, “Electrospun starch nanofibers: Recent advances, challenges, and strategies for potential pharmaceutical applications”, *Journal of Controlled Release*, v. 252, n. 28, pp. 95-107, 2017.
- [23] COSTA, R. G. F., OLIVEIRA, J. E., DE PAULA, G. F. *et al.*, “Eletrofição de Polímeros em solução: Parte I: Fundamentação Teórica”, *Polímeros*, v. 22, n. 2, pp. 170-177, 2012.
- [24] FONG, H., CHUN, I., RENEKER, D. H., “Beaded nanofibers formed during electrospinning”, *Polymer*, v. 40, n. 16, pp. 4585-4592, 1999.
- [25] LEE, K. H., KIM, H. Y., LA, Y. M. *et al.*, “Influence of a mixing solvent with tetrahydrofuran and N,N-dimethylformamide on electrospun poly(vinyl chloride) nonwoven mats”, *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, v. 40, n. 19, pp. 2259-2268, 2002.
- [26] LEE, K. H., KIM, H. Y., BANG, H. J. *et al.*, “The change of bead morphology formed on electrospun polystyrene fibers”, *Polymer*, v. 44, n. 14, pp. 4029-4034, 2003.
- [27] CENGIZ, F. e JIRSAK, O., “The effect of salt on the roller electrospinning of polyurethane nanofibers”, *Fibers Polymer*, v. 10, n. 2, pp. 177-184, 2009.
- [28] JACOBS, V., ANANDJIWALA, R., MAAZA, M., “The Influence of Electrospinning Parameters on the Structural Morphology and Diameter of Electrospun Nanofibers”, *Journal of Applied Polymer Science*, v. 115, n. 5, pp. 3130-3136, 2009.
- [29] GUERRINI, L. M., BRANCIFORTI, M. C., BRETAS, R. E. S. *et al.*, “Eletrofição do poli (álcool vinílico) via solução aquosa”, *Polímeros*, v. 16, n. 4, pp. 286-293, 2007.
- [30] KIM, S. J., LEE, C. K., KIM, S. I., “Effect of ionic salts on the processing of poly(2-acrylamido-2-methyl-1-propane sulfonic acid) nanofibers”, *Journal of Applied Polymer Science*, v. 96, n. 4, pp. 1388-1393, 2005.
- [31] MOGHE, A. K., HUFENUS, R., HUDSON, S. M. *et al.*, “Effect of the addition of a fugitive salt on electrospinnability

- of poly(ϵ -caprolactone)", *Polymer*, v. 50, n. 14, pp. 3311–3318, 2009.
- [32] LIU, H. Liu e HSIEH, Y., "Ultrafine Fibrous Cellulose Membranes from Electrospinning of Cellulose Acetate", *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, v. 40, n. 18, pp. 2119–2129, 2002.
- [33] CELEBIOGLU, A. e UYAR, T., "Electrospun porous cellulose acetate fibers from volatile solvent mixture", *Materials Letters*, v. 65, n. 14, pp. 2291–2294, 2011.
- [34] MEHRABI, F., SHAMSPUR, T., MOSTAFAVI, A. et al., "Synthesis of cellulose acetate nanofibers and its application in the release of some drugs", *Nanomedicine Research Journal*, v. 2, n.3, pp. 199–207, 2017.
- [35] TUNGPRAPA, S., PUANGPARN, T., WEERASOMBUT, M. et al., "Electrospun cellulose acetate fibers : effect of solvent system on morphology and fiber diameter", *Cellulose*, v. 14, pp. 563–575, 2007.
- [36] CHRISTOFOROU, T. e DOUMANIDIS, C., "Biodegradable Cellulose Acetate Nanofiber Fabrication via Electrospinning", *Journal. Nanoscience and Nanotechnology*, v. 10, n. 9, pp. 6226–6233, 2010.
- [37] LEE, H., NISHINO, M., SOHN, D. et al., "Control of the morphology of cellulose acetate nanofibers via electrospinning," *Cellulose*, v. 25, n. 5, pp. 2829–2837, 2018.
- [38] SOARES, G. O. do N., MACHADO, R. R. L., DINIZ, M. M. et al., "Electrospun progesterone-loaded cellulose acetate nanofibers and their drug sustained-release profiles," *Polymer Engineering & Science*, v. 60, n. 12, pp. 3231–3243, 2020.
- [39] KERWALD, J., FIDELIS, C., JUNIOR, D. M. et al., "Cellulose-based electrospun nanofibers : a review," *Cellulose*, v. 29, pp. 25–54, 2022.
- [40] WU, J, QUAN, Z, ZHANG, H. et al., "Electrospun cellulose acetate nanofiber upscaling with a metal plate needleless spinneret," *Materials Reserach Express*, v. 6, 2019.
- [41] CZAPKA, T., WINKLER, A. e MALISZEWSKA, I., "Fabrication of Photoactive Electrospun Cellulose Acetate Nanofibers for Antibacterial Applications", *Energies*, v. 14, n. 9, pp. 2598, 2021.
- [42] ANGEL, N., GUO, L., YAN, F. et al., "Effect of processing parameters on the electrospinning of cellulose acetate studied by response surface methodology", *Journal of Agriculture and Food Research*, v. 2, pp. 18–22, 2020.
- [43] KONG, L. e ZIEGLER, G. R., "Quantitative relationship between electrospinning parameters and starch fiber diameter", *Carbohydrate Polymers*, v. 92, n. 2, pp. 1416–1422, 2013.
- [44] SUKIGARA, S., GANDHI, M., AYUTSEDE, J. et al., "Regeneration of Bombyx mori silk by electrospinning . Part 2 . Process optimization and empirical modeling using response surface methodology", *Polymer*, v. 45, pp. 3701–3708, 2004.
- [45] ASADIAN, M., RASHIDI, A., MEHRJOO, M. et al., "Nanofiber protein adsorption affected by electrospinning physical processing parameters", *Journal of Iranian Chemical Society*, v. 12, pp. 1089–1097, 2015.
- [46] MAJUMDER, S., MATIN, A., SHARIF, A. et al., "Understanding solubility , spinnability and electrospinning", *Buletin of Materials Science*, v. 42, n. 171, 2019.
- [47] CAO, Y., WU, J., MENG, T. et al., "Acetone-soluble cellulose acetates prepared by one-step homogeneous acetylation of cornhusk cellulose in an ionic liquid 1-allyl-3-methylimidazolium chloride (AmimCl)", *Carbohydrate Polymers*, v. 69, n. 4, pp. 665–672, 2007.
- [48] CERQUEIRA, D. A., "Síntese e caracterização de misturas poliméricas contendo acetato de celulose : aproveitamento de resíduos da cana-de-açúcar", Tese de D.Sc., Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, Minas Gerais, MG, Brasil, 2009.
- [49] CANDIDO, R. G., GODOY, G. G., GONÇALVES, A. R., "Characterization and application of cellulose acetate synthesized from sugarcane bagasse", *Carbohydrate Polymers*, v. 167, pp. 280–289, 2017.
- [50] SILVA, V. L., "Aproveitamento sustentável do bagaço de cana de açúcar para obtenção do acetato de celulose", Tese de M.Sc., Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN, Brasil, 2014.
- [51] FEI, P., LIAO, L., CHENG, B. et al., "Quantitative analysis of cellulose acetate with high degree of substitution by FTIR and its application", *Analytical Methods*, v. 9, n. 43, pp. 6194–6201, 2017.
- [52] BRITES, M. D. E. M., "Desenvolvimento de membranas de nanofibras a base de acetato de celulose do bagaço de cana-de-açúcar produzidas por eletrofiação para a incorporação de enzimas", Tese de M.Sc., Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil, 2015.
- [53] SANTOS, A. E. A., SANTOS, F.V., FREITAS, K.M. et al., "Cellulose acetate nanofibers loaded with crude annatto extract : Preparation , characterization , and in vivo evaluation for potential wound healing applications", *Materials Science Engineering: C*, v. 118, pp. 111322, 2021.
- [54] WANASEKARA, N. D., MICHUD, A., ZHU, C. et al., "Deformation mechanisms in ionic liquid spun cellulose fibers," *Polymer*, vol. 99, pp. 222–230, 2016.
- [55] BONZANINI, R. Bonzanini e GONÇALVES, C., "Preparação e Caracterização de Compósitos acetato de celulose/argila", In: *Anais do 8º Congresso Brasileiro de Polímeros*, pp. 701–703, Águas de Lindóia, São Paulo, SP, Brasil, Nov. 2005.
- [56] ARTHANAREESWARAN, G., THANIKAIVELAN, P., SRINIVASN, K. et al., "Synthesis, characterization and thermal studies on cellulose acetate membranes with additive", *European Polymer Journal*, v. 40, n. 9, pp. 2153–2159, 2004.
- [57] RODRIGUES, G., MONTEIRO, D.S., MEIRELES, C.S. et al., "Synthesis and characterization of cellulose acetate produced from recycled newspaper", *Carbohydrate Polymers*, v. 73, n. 1, pp. 74–82, 2008.
- [58] LUCENA, M. C. C., ALENCAR, A. E. V., MAZZETO, S. E. et al., "The effect of additives on the thermal



degradation of cellulose acetate,” *Polymer Degradation and Stability.*, v. 80, n. 1, pp. 149–155, 2003.

[59] HANNA, A. A., BASTA, A. H., EL-SAIED, H. *et al.*, “Thermal properties of cellulose acetate and its complexes with some transition metals,” *Polymer Degradation and Stability.*, v. 63, n. 2, pp. 293–296, 1999.

ORCID

Carolina Righi

<https://orcid.org/0000-0003-1373-2860>

Danielle Marra de Freitas Silva Azevedo

<https://orcid.org/0000-0001-6463-7842>

Aline Bruna da Silva

<https://orcid.org/0000-0001-8448-9373>