



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0903844-2 B1



(22) Data do Depósito: 15/06/2009

(45) Data de Concessão: 02/03/2021

(54) Título: MÉTODO E APARELHO PARA PRODUZIR MANTAS DE MICRO E/OU NANOFIBRAS A PARTIR DE POLÍMEROS

(51) Int.Cl.: D01D 5/00; D01F 6/10; D01F 6/14; D01F 6/16; D01F 6/18; (...).

(73) Titular(es): EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA.

(72) Inventor(es): LUIZ HENRIQUE CAPPARELLI MATTOSO; ELITON DE SOUTO DE MEDEIROS.

(57) Resumo: MÉTODO E APARELHO PARA PRODUZIR MANTAS DE MICRO E/OU NANOFIBRAS A PARTIR DE POLÍMEROS, SEUS USOS E MÉTODO DE REVESTIMENTO A presente invenção refere-se a aparelho e método para produzir não-tecidos de nanofibras a partir de polímeros. O método para a produção de não-tecidos de micro e/ou nanofibras a partir de polímeros compreende utilizar elementos de eletrofiação e de fiação por jatos de ar em alta velocidade. O aparelho apresentado para a produção de não-tecidos de micro e/ou nanofibras a partir de polímeros compreende uma fonte de gás comprimido, um regulador de pressão, uma seringa hipodérmica com bomba para controle da taxa de injeção das soluções poliméricas, um aparelho de pulverização e um coletor com velocidade de rotação preferencialmente controlada. A tecnologia apresentada de produção de não-tecidos de micro e/ou nanofibras é capaz de produzir micro e nanofibras com diâmetros similares às produzidas por eletrofiação, inclusive em escala industrial. A invenção compreende, ainda, o uso dos não-tecidos de nanofibras na pulverização de tecidos vivos e como revestimento de materiais.

“MÉTODO E APARELHO PARA PRODUZIR MANTAS DE MICRO E/OU NANOFIBRAS A PARTIR DE POLÍMEROS”

CAMPO DA INVENÇÃO

[01] Esta invenção refere-se à produção de mantas de micro e/ou nanofibras, particularmente a um método e aparelho para produzir mantas de micro e/ou nanofibras a partir de polímeros. O método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras a partir de polímeros compreende utilizar elementos de ambas as tecnologias de eletrofiação e de fiação por sopro tal como, jatos de gás comprimido em alta velocidade. Adicionalmente, refere-se a presente invenção ao uso das mantas de micro e/ou nanofibras ora obtidos.

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

[02] A tecnologia de produção de nanofibras tem recebido atenção especial devido às propriedades únicas que as nanofibras possuem comparadas às fibras com diâmetros maiores elaboradas a partir dos mesmos materiais. Diminuindo o diâmetro das fibras à nanoescala, é possível aumentar significativamente a superfície de volume com melhoria no isolamento térmico e sonoro. Além disso, há um aumento da capacidade de retenção de líquidos e mudanças na textura e na aparência.

[03] As nanofibras podem ser compostas por vários polímeros, de origem sintética ou natural, e podem ser utilizadas para finalidades médicas, tais como suportes para tecidos, liberação controlada de medicamentos, e como curativos para regeneração de pele. Aplicações importantes para micro e nanofibras têm sido identificadas também em produtos não medicinais, como filtros de ar, vestuários de proteção, sensores, eletrônicos e matrizes para imobilização de catalisadores, aplicações militares e em utensílios de limpeza.

[04] A maior parte das nanofibras são produzidas por fiação a quente, eletrofiação, ou por jatos de ar quente em alta velocidade.

[05] A tecnologia de fiação a quente (“*melt spinning*”) envolve direcionar vertentes do polímero fundido para reduzir o diâmetro da fibra e induzir a orientação das cadeias poliméricas. Uma das limitações da fiação a quente é que a mesma está restrita a materiais viscoelásticos, que podem suportar os esforços desenvolvidos durante o processo. O diâmetro das fibras feitas por este processo é normalmente superior a 2 μm .

[06] Uma variação da fiação quente para produzir nanofibras é o processo Ilhas no mar (“*islands-in-the-sea*”), no qual várias matrizes individuais de um componente polimérico são produzidas dentro de uma única vertente maior de um segundo componente polimérico. As fibras bicomponentes são degradadas ao mesmo tempo utilizando equipamentos especializados. Uma variação deste processo que exige apenas equipamentos de extrusão de rosca dupla utiliza dois polímeros imiscíveis. A principal limitação desta técnica é a necessidade de solventes para remover o componente “mar” e do número limitado de materiais poliméricos que podem ser tratados desta maneira.

[07] Uma técnica convencionalmente utilizada para a produção de nanofibras poliméricas é a eletrofiação (“*electrospinning*”). A eletrofiação consiste na aplicação de forças eletrostáticas e de arraste na solução polimérica para a formação de nanofibras. O processo inclui um eletrodo conectado a uma fonte de alta tensão positiva (ou negativa) inserida na solução polimérica contida em um tubo capilar. Inicialmente, a solução é mantida pela sua tensão superficial na forma de uma gota na extremidade do capilar. Com o aumento da tensão elétrica, a superfície da gota se alonga para formar um cone (cone de Taylor). Quando as forças eletrostáticas superam a tensão superficial, um jato carregado da solução na extremidade do cone é ejetado. Durante a trajetória do jato, o solvente evapora e o polímero solidifica-se, formando uma manta micro e/ou nanofibrilar que se deposita em um coletor metálico com aterramento. Variáveis podem influenciar na obtenção de nanofibras através deste processo, tais como a concentração polímero/solvente, tensão elétrica aplicada na solução, adição de sal na solução, vazão de alimentação (saída da solução do capilar) e distância de trabalho (entre a

extremidade do capilar até o coletor). A técnica de eletrofiação produz nanofibras com diâmetros na faixa de 40 nm a 2 µm. Apesar de a eletrofiação ser considerada a técnica com maior potencial para a produção em grande escala, a baixa eficiência na produção de fibras ainda é considerada sua maior limitação. Do mesmo modo, os solventes compatíveis com a eletrofiação são limitados pela sua constante dielétrica. O processo de eletrofiação foi patenteado em 1902, por J. F. Cooley (US692631) e W. J. Morton (US705691). Desenvolvimentos adicionais para fabricação de fios têxteis foram feitos por Anton Formhals a partir de 1934 (US1975504 e US2349950).

[08] A fiação de solução (“*solution spinning*”) é um dos métodos mais antigos para a produção de nanofibras. Este processo inclui fiação úmida e fiação seca. Em ambos os métodos, uma solução polimérica viscosa passa através de orifícios finos dispostos sequencialmente e o solvente é posteriormente removido para produzir as fibras, que são subsequentemente estiradas para a diminuição do seu diâmetro e para conferir orientação a fim de aumentar a sua resistência. Na fiação seca, a solução polimérica é empurrada através de uma fiação dentro de uma coluna aquecida chamada de torre de fiação, na qual a solução polimérica é solidificada através da evaporação do solvente. Na fiação úmida, a fiação é colocada em um banho químico no qual o polímero é precipitado por diluição ou reação química para formar as fibras.

[09] Outra técnica convencionalmente utilizada para a produção de nanofibras poliméricas é a fiação por jatos de ar quente em alta velocidade (“*melt blowing*”). A fiação por jatos de ar em alta velocidade é um processo de produção de fibras diretamente de polímeros, através da alta velocidade de um jato de gás ou de outra força adequada para atenuar os filamentos. O processo pode ser controlado para produzir fibras com diâmetros variando de 1 a 50 µm. Carl Freudenberg depositou um pedido de patente descrevendo este processo em 1965 (US3379811). O processo de jato de gás quente em alta velocidade também está descrito nas patentes US3276944 e US3650866, dentre outras. Uma das limitações da

tecnologia de jatos de ar quente em alta velocidade é que a mesma está limitada ao uso de polímeros termoplásticos.

[010] O documento de patente W02005033381 relata um método para eletrofiação compreendido pelas etapas de forçar uma solução polimérica através de uma fiação, numa primeira direção no sentido de um coletor situado a uma distância da primeira fiação e, simultaneamente, soprar um gás através de orifícios que sejam concêntricamente dispostos em volta da fiação. O método deste documento utiliza eletrofiação com jato de gás, além de haver uma força eletrostática entre o bico e o injetor. Na presente invenção, o processo não utiliza a eletrofiação ou tipos de força ou diferencial de força eletrostática.

[011] Os documentos de patentes CN101068956, US2005067732, W02006071977 e W02006071976 utilizam a eletrofiação para produzir nanofibras poliméricas. Nas técnicas descritas nestes documentos o jato de gás é um componente auxiliar. Na presente invenção, o sopro é o componente fundamental.

[012] O documento de patente W02005073442 descreve uma tecnologia de eletrofiação melhorada para a produção contínua de nanofibras poliméricas a partir da fiação eletrostática com auxílio de injetores de ar que direcionam e formam as nanofibras. Além de utilizar a eletrofiação, o método e o aparelho apresentados neste documento utilizam forças eletrostáticas.

[013] Outros documentos de patentes que descrevem tecnologias de eletrofiação incluem, não se limitando a, W02008062784, US2008122142, W02005042813, W02005024101 e JP2008031624.

[014] A contribuição da produção de nanofibras para o crescimento do mercado de fibras depende do desenvolvimento de novas tecnologias, em especial do desenvolvimento de processos de produção em grande escala.

[015] A presente invenção descreve um processo inédito para fiação por jato de gás, compreendido por utilizar elementos de ambas as tecnologias, de eletrofiação

e de jato de gás quente em alta velocidade. As nanofibras produzidas na presente invenção apresentam o mesmo diâmetro das fibras produzidas por eletrofiação.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

[016] A presente invenção refere-se a um aparelho e método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras a partir de polímeros, utilizando elementos de ambas as tecnologias de eletrofiação e de fiação por sopro tal como, por jatos de gás comprimido em alta velocidade.

[017] Uma concretização da presente invenção compreende um método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras a partir de uma solução de polímeros, caracterizado pelo fato de ser pela injeção de jatos de ar cisalhantes, utilizando um gradiente/diferencial de pressão e compreender:

- Bombear através de pelo menos um bico interno uma solução polimérica, que compreende pelo menos um polímero dissolvido em pelo menos um solvente;
- Passar um gás comprimido em alta velocidade através de um bico externo para direcionar a produção das fibras; e
- Recolher as fibras poliméricas fiadas em um coletor.

[018] Outra concretização envolve um aparelho para produzir mantas de micro e/ou nanofibras a partir de soluções de polímeros, o qual compreende:

- uma fonte (1) de gás comprimido;
- um dispositivo regulador de pressão;
- um dispositivo recipiente com vazão controlada;
- um dispositivo para controle (3) da taxa de injeção das soluções poliméricas;
- um aparelho de pulverização (4); e
- um coletor (5).

[019] Ainda outra concretização da invenção envolve o uso de manta de micro e/ou nanofibras produzidas de acordo com o método ora também objeto da

presente concretização na pulverização de materiais selecionados dentre o grupo de tecidos vivos, *in situ*, ou quaisquer outros tecidos biológicos e não biológicos, ou quaisquer tipos de materiais de quaisquer formas, tamanhos e constituição química, meios de filtração, membranas em geral, sensores, sistemas de liberação controlada de drogas ou quaisquer outras substâncias, produção de fios/cordões micro e nanoestruturados, utensílios de limpeza, em roupas impermeáveis/protetoras contra agentes químicos, biológicos, para suporte de crescimento de células; uso em vestimentas médicas (*wound dressing*) protetoras contra infecções, queimaduras, antirradiação, e ainda, o uso em aplicações militares tal como um antirradar para camuflagem militar.

[020] Outra modalidade preferida da presente invenção, refere-se a um novo método para revestimento de produtos, tais como, cerâmico, metálicos, plásticos, borrachosos, fibrosos, tecidos e biológicos; por meio do uso da manta de micro e/ou nanofibras ora obtida.

BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

[021] A Figura 1 apresenta a configuração do aparelho para a fiação em sopro.

[022] A Figura 2 apresenta o desenho do bico utilizado na fiação de soluções poliméricas.

[023] A Figura 3 mostra um esquema ilustrativo da configuração formada pelos bicos concêntricos.

[024] A Figura 4 mostra um esquema ilustrativo da configuração das saídas dos bicos concêntricos.

[025] As Figuras 5A, 5B e 5C ilustram esquematicamente o processo de produção de fibras usando o sistema composto por três bicos.

[026] A Figura 6 apresenta micrografias de soluções de fibras capturadas através de uma câmera de alta velocidade.

[027] A Figura 7 apresenta fibras poliméricas fiadas recolhidas em um coletor cilíndrico rotatório também utilizado para coletar fibras eletrofiadas.

[028] A Figura 8 apresenta fotografias mostrando a viabilidade de pulverização de fibras diretamente sobre tecidos vivos.

[029] A Figura 9 apresenta fibras porosas produzidas pela técnica de fiação por sopro a partir de uma solução polimérica. Escala = 5 μm .

[030] A Figura 10 apresenta fios das fibras produzidas.

[031] A Figura 11 apresenta uma micrografia de MEV de nanofibras de PLA com cerca de 40 nm de diâmetro. Escala = 500 nm.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[032] A presente invenção refere-se a um aparelho e a um método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras a partir de uma solução de polímeros. O método para a produção de mantas de micro e/ou nanofibras a partir de uma solução de polímeros compreende utilizar elementos de eletrofiação e de fiação por sopro a partir de uma solução polimérica (*solution blow spinning*) com jatos de gás comprimido em alta velocidade.

[033] No intuito de facilitar o entendimento da tecnologia descrita, o termo gás ora utilizado deve ser entendido como a generalização do uso de jatos de ar, oxigênio, gás carbônico, nitrogênio, argônio, butano e suas misturas.

[034] A tecnologia apresentada de produção de mantas de micro e/ou nanofibras é capaz de produzir nano e microfibras com diâmetros similares às produzidas por eletrofiação, inclusive em escala industrial.

[035] “Nanofibras” são fibras com diâmetros muitíssimo menores do que as fibras convencionais, com diâmetros inferiores a 0,5 μm . As nanofibras mais comuns têm diâmetros de 50 a 300 nanômetros. Outros termos utilizados como sinônimos de nanofibras são: micro-denier, sub μm e superfina.

[036] “Poli (ácido láctico)” ou “PLA” é um poliéster compostável e biodegradável derivado de recursos renováveis. É considerado um polímero de grande interesse tecnológico devido às suas aplicações no campo ambiental, como plástico biodegradável, e na área biomédica, como material biocompatível.

[037] “Polimetilmetacrilato” ou “PMMA” é um polímero obtido por polimerização, em suspensão em água, do monômero de metilmetacrilato (éster metacrílico). Possui excelente resistência química, boa resistência mecânica (flexão e tração), excelente brilho superficial, transparência, passível de composições-blendas com outros polímeros, facilidade de pigmentação, excelente nível de resistência térmica, dureza superficial, baixa absorção de umidade, baixa contração pós-moldagem e variedade de níveis de fluidez. O PMMA pode ser utilizado como implantes em cirurgias, como chapas, modelagem, pó de extrusão, resinas de revestimento, polímeros de emulsão, fibras, tintas e filmes.

[038] “Polivinil álcool” ou “PVA” é uma resina sintética solúvel em água. O PVA tem sido amplamente utilizado em fibras, adesivos, emulsificantes, em aplicações na indústria têxtil e de papel, como protetor de colóide, na obtenção de membranas anfifílicas para imobilização de enzimas e na obtenção do poli(vinil butiral). Mais recentemente, o PVA tem sido utilizado como carreador de medicamento, devido às suas propriedades de degradabilidade e não toxidez. Algumas aplicações visam alterar a permeabilidade a gases, aumentar a processabilidade e a resistência térmica, a capacidade de estabilização de dispersões, a biocompatibilidade, a permeabilidade e a biodegradabilidade.

[039] O “poliestireno” ou “PS” é um polímero obtido através da polimerização do estireno, em massa ou em solução. O poliestireno é um termoplástico, derivado do petróleo, que se caracteriza por sua clareza brilhante, sua dureza, sua facilidade de processamento e seu baixo custo.

[040] A “polianilina” ou “PAni” é um cátion polimérico com propriedades de permeabilidade seletiva de ânions, quando em seu estado oxidado é protonada. É um polímero condutor que tem se destacado devido a sua excelente estabilidade

química no estado dopado (pHs baixos) em condições ambientais, facilidade de polimerização e dopagem, ampla faixa de condutividade elétrica e baixo custo, apresentando grandes possibilidades de aplicações.

[041] O termo manta ora aqui como usado, deve ser também entendido como película, revestimento, membranas ou ainda como qualquer outro termo que possa ser utilizado nesse sentido.

[042] O método de fiação por sopro da presente invenção compreende utilizar um dispositivo com vazão controlada, tal como uma seringa (2) e capaz de ser alimentado com uma solução polimérica. Referido dispositivo com vazão controlada está acoplado a um dispositivo de bombeamento, ou seja, a uma bomba de seringa (3) que promove a injeção da solução polimérica de um aparelho, ora também objeto da presente concretização, que consiste de bicos concêntricos por onde a solução polimérica é bombeada enquanto um fluxo de gás constante e em alta velocidade é injetado direcionando a produção das micro e nanofibras.

[043] O processo descrito na presente invenção e ora esquematicamente mostrado nas Figuras 5A, 5B e 5C, demonstra ser um método simples para a produção de mantas de micro e nanofibras. O processo faz uso do Princípio de Bernoulli no qual alterações na pressão são convertidas em energia cinética, ou seja, conforme a alta pressão (P_1) do fluxo de gás é externada pelo bico externo (Fig. 2), a pressão diminui rapidamente. Dessa forma, cria-se uma região de baixa pressão (P_2) devido à geometria do bico (Fig. 2), aumentando a energia cinética do fluxo e resultando em um aumento na velocidade do gás, de maneira a auxiliar a retirada da solução polimérica do cone.

[044] Este aumento na velocidade promove uma queda da pressão no centro do jato (P_2), criando uma força motriz que é responsável pela aceleração da solução polimérica.

[045] A alta velocidade do gás também provoca a ruptura da interface gás/solução que é responsável pela deformação da solução polimérica ao sair do interior do bico externo em forma cônica. Quando a tensão superficial é superada

por estas forças, finos feixes da solução polimérica são ejetados em direção a um coletor (5), o qual pode ser provido ou não de rotação. Para a presente concretização, foi preferencialmente utilizado um coletor (5) rotatório provido de um controlador de velocidade de rotação. Adicionalmente, referido coletor (5) compreende virtualmente qualquer material destinado a esta finalidade, inclusive tecidos biológicos vivos. Durante o jato, o solvente evapora rapidamente desses feixes formando as fibras poliméricas que se acumulam no coletor (5). Para a presente invenção, o referido coletor (5) pode ser selecionado dentre o coletor rotacionado ou estacionário.

[046] Na presente invenção as nanofibras são produzidas por jatos de ar cisalhantes que são injetados paralelamente ou fazendo um ângulo de 0° a 80° em relação ao polímero (Fig. 2) e utilizam um gradiente/diferencial de pressão.

[047] Quando não há gás fluindo através da cobertura do bico, uma gotícula convexa da solução polimérica tipicamente é formada no interior do bico, conforme ilustrado na Figura 2 (linha tracejada).

[048] Quando o fluxo do ar no bico exterior for iniciado, uma região de baixa pressão é desenvolvida próximo ao orifício do bico interno (Fig. 2). A zona de baixa pressão (P_2) pode ainda ser verificada na bomba de seringa (3), ora simplesmente denominado como bomba de injeção.

[049] Fotomicrografias revelam que teias de soluções poliméricas são ejetadas a partir da região apical do cone para o coletor (5). A Figura 4 mostra o esquema de entradas (E1 e E2) e saídas (S1, S2 e S3) do aparelho de pulverização (4).

[050] As teias foram consistentemente atiradas para o coletor (5) devido à combinação da zona de baixa pressão e ao cisalhamento na interface gás/solução (Fig. 6). Tal como acontece na eletrofiação, a razão entre o volume das vertentes conjugada com a alta turbulência do ar causa a evaporação do solvente até o momento de a fibra atingir o coletor (5).

[051] Mais especificamente, na Figura 6 a imagem (A) mostra que a região de baixa pressão na extremidade do bico interno forma uma solução polimérica em forma de cone. As imagens (B), (C) e (D) mostram a ampliação da região enquadrada por linhas tracejadas, onde jatos da solução polimérica formados próximo do cone podem ser visualizados fluindo na direção do coletor (5).

[052] Os polímeros que podem ser utilizados na presente invenção incluem, mas não estão limitados a, do grupo poli(ácido láctico) (PLA), polimetilmetacrilato (PMMA), polivinil álcool (PVA), poliestireno (PS) e polianilina (PAni) proteína da seda, gelatina, colágeno, quitosana, polióxietileno (PEO), poli(metacrilato de metila) (PMMA), policaprolactonas (PCL), poliamidas (PA), poli(acrilonitrila) (PAN), poli(etileno tereftalato) (PET), poli(cloreto de vinila) (PVC), poli(vinil pirrolidona) (PVP), poliuretanas (PU), borrachas natural e sintéticas, ou ainda compostos derivados dos mesmos. A tecnologia revelada pela presente invenção permite alternativamente o uso de mais de um polímero em blendas ou estruturas “core/sheath”.

[053] A concentração de polímero na presente invenção pode variar de cerca de 0,1 % a cerca de 70 %, porém tal faixa não é limitativa.

[054] No intuito de propor a harmonização dos termos apresentados na tecnologia desenvolvida, a técnica de fiação por sopro a partir de uma solução polimérica será simplificada referida como fiação em jato de gás ou simplesmente como jato de gás.

[055] A solução técnica de fiação em jato de gás da presente invenção revela-se extremamente útil em aplicações médicas, nas quais mantas de fibras podem ser diretamente aplicadas a culturas de tecidos ou a um tecido vivo, *in situ*, ou quaisquer outros tecidos biológicos e não biológicos (Fig. 8) para uma variedade de procedimentos médicos sem a aplicação, por exemplo, de alta tensão elétrica, como na eletrofiação. Mais especificamente, na Figura 8, a imagem (A) mostra a pulverização em mantas de fibras de PLA revestindo a pele de uma mão e a

imagem (B) mostra a remoção parcial da manta mostrando que um revestimento havia sido formado sobre a pele.

[056] Igualmente, através do controle da umidade relativa do ambiente ao redor onde as fibras estão sendo formadas e da concentração polimérica, é possível produzir fibras porosas com potencial para aplicação em liberação controlada de drogas (Fig. 9). Como ocorre na eletrofiação, a solução técnica de fiação por jato de gás produz múltiplas fibras, o que gera dificuldade para medir o comprimento contínuo de cada fibra. No entanto, algumas fibras isoladas do coletor (5) aparentaram medir vários centímetros de comprimento, sendo possível serem muito maiores, dependendo da forma como forem recolhidas. Este fato possibilita que a tecnologia desenvolvida possa ser utilizada para produzir fios/cordões compostos por nanofibras alinhadas ou não. Aplicações para tais fios podem ser nas indústrias têxtil, militar, e cirúrgica, por exemplo.

[057] Mais especificamente, as mantas micro e nanoestruturadas podem ser destinados à limpeza ou à higiene pessoal, sendo produzidos utilizando as micro e/ou nanofibras ora obtidas pelo método da presente invenção. Adicionalmente, referidos tecidos podem ser submetidos a processos secundários, de modo a se tomarem impermeáveis e servirem como filtros e membranas em geral para agentes químicos e/ou biológicos para diversas aplicações, tais como em equipamentos de proteção individual (EPI) e militar. Para tal aplicação, exemplificadamente, tem-se que se um material absorvedor de ondas (por exemplo, a polianilina), as quais são provenientes de um radar for adicionado ao tecido, este poderá ter aplicações em barreira antirradar servindo de camuflagem a esse tipo de radiação. As mantas de micro e/ou nanofibras podem ainda ser utilizadas em vestimentas médicas (*wound dressing*) protetoras contra infecções e queimaduras.

[058] O processo de fiação em jato apresenta vantagens em relação às outras tecnologias presentes no mercado. As fibras são formadas pela ação de forças físicas, sem utilizar forças de natureza eletrostática. E ainda, apresenta alta

produtividade de fibras (cerca de 10 a 100 vezes mais rápido), além da possibilidade de poder utilizar materiais biológicos no processo. A tecnologia de eletrofiação não permite o uso destes materiais por desnaturá-los, inclusive matando células vivas. A tecnologia apresentada na presente invenção também possui a vantagem de poder ser utilizada para produção de nanofibras *in situ* no corpo, o que não é possível com a tecnologia de eletrofiação.

[059] Outro fator relevante é que polímeros em solventes com baixa constante dielétrica, como clorofórmio, não são adequados para o processo de eletrofiação, mas podem ser utilizados no processo de fiação de solução por jato de gás da presente invenção. Exemplos de solventes que podem ser usados na presente invenção incluem, mas não estão limitados a 1,1,1,3,3,3-hexafluor-2-propanol (HFP), tolueno, clorofórmio, 2,2,2-trifluoretanol (TFE), acetona, água, ácido acético, ácido fórmico, alcoois, dimetil formamida (DMF), tetrahidrofurano (THF), hexafluoroacetona, hexafluoro álcool isopropílico, dimetil formamida (DMF), dimetil acetamida (DMAc), metil etil cetona (MEK), dimetil sulfoxido (DMSO), ciclohexano, etc.

[060] Além disso, os polímeros em solução podem ser carregados com partículas orgânicas e inorgânicas como nanofibras de carbono, nanofibras de celulose, ZrCO_2 , ZnO , CuO , NiO_2 , Mn_3O_4 , etc.

[061] Uma vantagem do método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, ora objeto da presente invenção, consiste no fato de que o solvente não precisa necessariamente ter alta constante dielétrica, já que solventes com constantes dielétricas baixa e intermediária são perfeitamente aceitáveis pelo referido método.

[062] Outra modalidade preferida da presente invenção refere-se a um novo método para revestimento de produtos existentes de diferentes tipos de materiais, tais como, cerâmico, metálicos, plásticos, borrachosos, fibrosos, tecidos e biológicos, por meio da manta de micro e/ou nanofibras ora obtida. Referido revestimento permite a preservação dos materiais revestidos, ou a produção de

novas propriedades dos materiais revestidos, ou a produção de novas propriedades superficiais tais como: aumento da impermeabilidade, aumento da adesividade, aumento das propriedades de barreira, produção de superfície antiaderente, entre outras.

[063] A presente invenção fornece ainda um aparelho (Fig. 1) para a produção de mantas de nanofibras a partir de soluções poliméricas, que compreende uma fonte (1) de gás comprimido, tais como nitrogênio, argônio e ar, um dispositivo regulador de pressão, ora não mostrado nas Figuras que acompanham o presente relatório, um dispositivo recipiente que permita a alimentação de uma solução polimérica com vazão controlada, tal como uma seringa hipodérmica (2), um dispositivo para controle (3) da taxa de injeção das soluções poliméricas, tal como uma bomba de seringa hipodérmica, um aparelho de pulverização (4) e um coletor (5) com velocidade de rotação controlada.

[064] Conforme mostra a Figura 3, o referido aparelho de pulverização é mostrado em detalhes e compreende: entrada (a) e saída (b) das soluções; um primeiro bico (BE), bico externo; um segundo bico (BI), o bico interno; um terceiro bico (BC), o bico localizado ao centro.

[065] Mais especificamente, o aparelho consiste de um bico a partir do qual uma solução polimérica é injetada em um fluxo de gás acelerado. A configuração consiste de uma fonte de gás comprimido (1), equipado com um regulador de pressão, uma seringa hipodérmica (2) preferencialmente de 5 ml, uma bomba de seringa (3) (KD Scientific, EUA) para controlar a taxa de injeção (β) da solução polimérica, um aparelho pulverizador (4) que consiste de bicos concêntricos e um coletor (5), preferencialmente, o referido coletor deve possuir a velocidade de rotação controlada (Fig. 1). O coletor (5) está posicionado preferencialmente a uma distância fixa (6) do bico.

[066] Os bicos concêntricos consistem em uma modificação estrutural dos bicos de modo que estes servem para produzir as fibras compostas por mais de um tipo de material (estrutura *core/sheath*). Mais especificamente, referidos bicos

consistem em um sistema de 3 (três) bicos concêntricos, conforme mostrado na Figura 2 e detalhado a seguir:

- um primeiro bico (BE) localizado mais externamente por onde o gás (ar/fluido) é liberado para a fiação;
- um segundo bico (BI) localizado mais internamente por onde é liberada uma solução polimérica que forma o centro (*core*) das fibras; e
- um terceiro bico (BC) localizado ao centro, denominado como intermediário, por onde sai o polímero que forma a casca (*sheath*) das fibras.

[067] Mais particularmente, o segundo bico, é provido de uma extremidade afinada, a qual facilita o fluxo do fluido de gás sem perturbações no sistema, o que aumenta o cisalhamento e diminui a turbulência do gás na saída.

[068] O processo operacional do aparelho de pulverização (4) é desenvolvido de modo que a solução polimérica é bombeada através de ao menos um bico interno (BI) sob uma pressão de descarregamento na faixa de cerca de 1 a 1000 kPa e a uma taxa de bombeamento variante na faixa de cerca de 1 a 1000 $\mu\text{L}/\text{min}$, variando preferencialmente na faixa de 20 a 200 $\mu\text{L}/\text{min}$ e o gás em alta velocidade (pressurizado) atravessa o ao menos um bico externo (BE) concêntrico, ou seja por meio do primeiro bico (BE) concêntrico por onde passa uma corrente de alta pressão (P_1) (Fig. 2). A pressão do gás pressurizado (p) pode variar na faixa entre 60 a 520 kPa.

[069] Entretanto, qualquer especialista na técnica entende que essa faixa para pressão pode ser maior e/ou menor, dependendo da concentração das soluções poliméricas, da massa molar dos polímeros, do tipo de polímero envolvido, da abertura entre os bicos do sistema de bicos concêntricos.

[070] A tecnologia apresentada de produção de mantas de nanofibras através de fiação em jato produz micro e nanofibras com diâmetros similares às produzidas por eletrofiação e possui grande potencial para a produção em escala industrial.

[071] Adicionalmente, o gás pressurizado ora utilizado no método e no aparelho ora objetos da presente concretização, pode alternativamente, ser submetido a um sistema de aquecimento, de modo a facilitar as etapas do procedimento utilizado na técnica de fiação por sopro para produção de micro e nanofibras quando utilizado solventes de baixa volatilidade.

[072] Referido sistema de aquecimento compreende, pelo menos, uma resistência elétrica e um duto de passagem de fluido aquecido. Contudo, o referido sistema de aquecimento não está limitado a essa configuração descrita. Pode ainda ser provido de qualquer outro sistema capaz de aquecer o gás utilizado no processo de fiação por sopro.

[073] Como mencionado anteriormente, dependendo do diâmetro dessas fibras, é possível uma ampla faixa de aplicações. Por exemplo, quando micro e nanofibras porosas são formadas, as mesmas podem ser usadas em filtros e outros processos de separação, além de processos catalíticos e sensores. O núcleo da fibra poderá ser carregado com uma droga (fármaco) e essas fibras serem usadas para liberação controlada desse fármaco.

EXEMPLO

Materiais:

[074] Amostras de polímeros polivinil álcool, PVA, (97% hidrolisado, $M_w = 5-8 \times 10^4$ g/mol) polimetilmetacrilato, PMMA, ($M_w = 1,2 \times 10^5$ g/mol), e poliestireno, OS, ($M_w = 1,9 \times 10^5$ g/mol) foram adquiridas de Sigma-Aldrich (St. Louis, MO, EUA). Poli (ácido láctico), PLA, (Resina Polilactida 4042D, $M_w = 6,6 \times 10^4$ g/mol) foi adquirido de NatureWorks LLC (Minnetonka, MN, EUA). Polianilina, PANi, foi quimicamente sintetizada de acordo com a metodologia descrita na literatura (Mattoso L. H. C., MacDiarmid, A. G. In Polymeric Materials Encyclopedia Edited by J. C. Salamone, CRC Press, Boca Raton, (1996), pp. 5505-5513; MacDiarmid, A. G., Epstein, A. J. Farad Disc Chem Soc, (1989), pp. 88 a 317).

[075] Os solventes utilizados incluíram 1,1,1,3,3,3-hexafluor-2-propanol (HFP) e tolueno que foram adquiridos de Sigma-Aldrich (St. Louis, MO, EUA) e 2,2,2-trifluoretanol (TFE) que foi adquirido de Alfa Aesar (Ward Hill, MA, EUA).

Métodos:

[076] Aparelho para fiação de solução por jato de gás (*solution blow spinning*):

O aparelho de fiação por sopro de ar utilizado na presente invenção consiste de um bico através do qual uma solução polimérica é injetada/bombeada em um fluxo de gás acelerado. A estrutura consistiu de uma fonte de gás comprimido, equipada com um regulador de pressão, uma seringa hipodérmica preferencialmente de 5ml, uma bomba de seringa (KD Scientific, EUA) para controlar a taxa de injeção (β) das soluções poliméricas, um aparelho pulverizador que se consistiu de bicos concêntricos, e um coletor com velocidade de rotação controlável (Fig. 1). O coletor foi posicionado a uma distância de trabalho fixa do bico. Alternativamente, a distância de trabalho poder ser móvel durante a formação das fibras, de forma que se deseje obter uma teia não-tecida de características mistas. O aparelho pulverizador consistiu de uma forma geral de um bico interno e um bico externo concêntrico (Fig. 2). A solução polimérica foi bombeada através do bico interno e um gás em alta velocidade (pressurizado) passou através do bico externo concêntrico (Fig. 2).

[077] Experimentos: Uma série de experimentos foi realizada por diversos parâmetros de processos utilizando uma solução polimérica consistindo de 10% de PMMA em clorofórmio. Variáveis foram testadas para determinar seu efeito sobre a espessura e morfologia da fibra. Processos em condições padrões incluíram uma taxa de injeção (β) de 20 $\mu\text{l}/\text{min}$, pressão de gás (nitrogênio) (p) de 276 kPa, distância de trabalho de 20 cm, uma distância (d) de 2 mm que o bico interno fica atrás do exterior, e uma concentração de polímero (c) de 10%. O efeito de variáveis individuais foi estudado utilizando condições padrões e modificando apenas uma única variável por vez. O nível de cada variável testada é indicado na Tabela 1 abaixo. Os diâmetros das fibras foram medidos por um

mínimo de 50 fibras para cada variável testada. A morfologia da fibra foi determinada por micrografias de MEV. Soluções (10%) de PLA e PS em TFE e tolueno, respectivamente, também foram preparadas para demonstrar a técnica de fiação de solução por jato de gás com uma variedade de soluções poliméricas.

Tabela 1. Efeito do tratamento de dados variáveis no diâmetro de fibras de PMMA feitas pela técnica fiação de solução por jato de gás. As variáveis incluem taxa de injeção (β), pressão de ar fornecida pelo bico externo (p), distância de trabalho ((WD), ver fig. 1), distância do bico interno (D), e concentração de polímero (c).

β ($\mu\text{L}/\text{min}$)	5	10	20	40	60	80	100
Dia. fibra (μm)	1.22	1.77	2.26	1.39	1.41	1.52	1.01
(padrão)	(0.58)	(1.46)	(1.24)	(0.66)	(0.96)	(0.94)	(0.46)
p (kPa)	69.0	138	276	414	517		
Dia. fibra (μm)	1.32	2.01	2.26	1.59	0.84		
(padrão)	(0.72)	(1.13)	(1.24)	(0.83)	(0.43)		
WD (cm)	7.2	12.5	17	25			
Dia. fibra (μm)	1.57	2.57	2.76	2.48			
(padrão)	(0.73)	(0.87)	(1.64)	(1.48)			
D (mm)	0	1	2	2.6	3	3.5	
Dia. fibra (μm)	3.46	2.43	3.85	2.98	3.04	3.37	
(padrão)	(1.53)	(1.26)	(2.40)	(1.33)	(1.42)	(1.52)	
c (%)	5	10	15				
Dia. fibra (μm)	0.87	3.05	5.19				
(padrão)	(0.39)	(1.71)	(2.54)				

[078] Eletrofiação: Um aparelho de eletrofiação foi criado e as condições foram otimizadas conforme previamente descrito (Medeiros, E. S., Mattoso, L. H. C., Offeman, R. D., Wood, D. F., Orts, W. J. Can. J. Chem., 86 (06), 2008, pp. 590-

599; Medeiros, E. S., Mattoso, L. H. C., Ito, E. N., Gregorski, K. S., Robertson, G. H., Offeman R. D., Wood, D. F., Orts, W. J., Imam, S. H. J. *Biobased Mat. Bioenergy*, 2 (3), 2008, pp. 231-242). As técnicas de eletrofiação e de fiação de solução por jato de gás foram comparadas através da produção de fibras de ambas as técnicas utilizando as mesmas soluções poliméricas. As condições experimentais utilizadas para a eletrofiação de cada sistema polímero/solvente estão listadas na Tabela 2 abaixo. Em cada experimento, foram mantidas constantes a concentração do polímero (10%, w/v), a distância de trabalho (20 cm), e a velocidade de rotação do coletor (800 rpm).

Tabela 2. Condições experimentais utilizadas para produzir eletrofibras e fibras por fiação de solução por jato de gás.

Polímero / solvente	Eletrofiação		Fiação da Solução	
	V (kV)	β ($\mu\text{L}/\text{min}$)	p (kPa)	β ($\mu\text{L}/\text{min}$)
PS / Tolueno	20	6,0	276	20
PLA / TFE	11	5,0	276	20
PLA:PAni (96:04 wt%) / HFP	20	6,0	276	20
PMMA / Clorofórmio	11	5,0	276	20

[079] Imagens das fibras obtidas pela técnica de fiação de solução por jato de gás: Fibras de solução polimérica que foram ejetadas de um bico interno foram fotografadas com uma câmera com obturador evolutivo (Modelo SI1280M-CL, Silicon Imagin, Inc., Costa Mesa, CA, EUA) a 450 quadros por segundo. A câmera foi montada em um estereomicroscópio (Modelo MZ 16 F, Leica Microsystems Ltd, Heerbrugg, Suíça) focado na ponta do bico interno. Um fundo branco e uma fonte de luz de fibra óptica (Modelo MC500, Schott Instruments GmbH, Mainz, Alemanha) promoveu um alto contraste na imagem. A polianilina (PAni) foi misturada com PLA (4:96 % peso) em HFP para melhorar o contraste da imagem, tomando-a mais escura e mais opaca contra o fundo branco.

[080] Microscopia eletrônica de varredura (MEV): As amostras foram fiadas para um coletor rotativo e coletadas para análise por MEV. Amostras para MEV foram recobertas com ouro por 45 s e a morfologia das fibras foi analisada usando um Microscópio Eletrônico de Varredura Hitachi (Modelo S4700, Hitachi High-Technologies, Japan) operado a uma tensão de 2 kV. A espessura da fibra foi mensurada em imagens MEV utilizando software especializado (MeasureIT, versão 5.0, Olympus Soft Imaging Solutions, GmbH).

[081] Resultados: O processo descrito na presente invenção demonstrou ser um método simples para a produção de mantas de micro e nanofibras. O processo fez uso do Princípio de Bernoulli no qual alterações na pressão são convertidas em energia cinética, ou seja, conforme a alta pressão do fluxo de gás sai do bico externo (Fig. 2, P_1), a pressão cai rapidamente (Fig. 2, P_{atm}), aumentando a energia cinética do fluxo e resultando em um aumento na velocidade do gás. Este aumento na velocidade promoveu uma queda da pressão no centro do jato (P_2), criando uma força motriz que é responsável pela aceleração da solução polimérica. A alta velocidade do gás também provocou a ruptura da interface gás/solução que é responsável pela deformação da solução polimérica ao sair do interior do bico em forma cônica. Quando a tensão superficial foi superada por estas forças, finos feixes da solução polimérica foram ejetados em direção ao coletor. Durante o jato, o solvente evaporou rapidamente desses feixes formando as fibras poliméricas que acumularam no coletor. Quando não havia gás fluindo através da cobertura do bico, uma gotícula convexa da solução polimérica foi formada no interior do bico, conforme ilustrado na Figura 2 (linha tracejada). Quando o fluxo do ar no bico exterior foi iniciado, uma região de baixa pressão foi desenvolvida perto do orifício do bico interno (Fig. 2, P_2). A zona de baixa pressão pôde ainda ser verificada na bomba de injeção. Fotomicrografias revelaram que mantas de soluções poliméricas foram ejetadas a partir da região apical do cone para o coletor. As mantas foram consistentemente atiradas para o coletor devido à combinação da zona de baixa pressão e ao corte na interface gás/solução (Fig. 6B-D). Tal como acontece na eletrofiação, a razão entre o volume das vertentes

conjugada com a alta turbulência do gás causou a evaporação do solvente até o momento de a fibra atingir o coletor. Fibras feitas a partir de soluções poliméricas de PMMA, PS, PLA e PLA/PAni utilizando condições padrões acima mencionadas foram prontamente formadas em membranas não-tecidas (Fig. 7) usando um coletor rotativo como mostrado na Figura 1. Na Figura 7, a imagem (A) mostra uma fotografia de uma massa de mantas fibrosas depositadas em um coletor cilíndrico rotatório. A imagem (B) mostra imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) da fibra de polimetilmetacrilato (PMMA), a imagem (C) de poliestireno (PS) e a imagem (D) de poli(ácido láctico) (PLA). Pode ainda ser observado o alinhamento parcial de fibras como consequência de uma rotação dirigida durante a fiação. As imagens estão em uma escala de: (B) 50 μm e (C) e (D) 5 μm . Teias não-teciduais, ou seja, as mantas também foram recolhidas de forma fácil e segura em uma variedade de objetivos, incluindo tecidos vivos (Fig. 8). A técnica de fiação de solução por jato de gás revela-se extremamente útil dentre outras aplicações, em aplicações médicas onde mantas podem ser aplicadas diretamente aos tecidos ou culturas de tecidos vivos para uma variedade de procedimentos médicos sem a aplicação, por exemplo, de alta tensão elétrica, como na eletrofiação. Pelo controle da umidade relativa dos ambientes onde as fibras estão sendo formadas e a concentração do polímero, é possível produzir fibras porosas com potencial de aplicação em liberação controlada de drogas/fármacos (Fig. 9). Tal como acontece na eletrofiação, a técnica de fiação de solução por jato de gás gera múltiplas tranças de fios, que tomou difícil medir o comprimento contínuo de uma dada fibra. No entanto, algumas fibras isoladas do coletor pareceram possuir vários centímetros de comprimento, e é possível que algumas fibras poderiam ser muito maiores, dependendo de como elas forem recolhidas. Por exemplo, fios contínuos de vários centímetros de comprimento foram feitos por posicionamento de uma barreira (por exemplo, um fio) à frente do bico do aparelho para captar as fibras que fluíram do bico para o coletor (Fig. 10). Para a referida figura a imagem (A) mostra fios de PMMA de vários centímetros de comprimento enquanto que a imagem (B) mostra micrografias de

MEV de fios mostrando que se compõem de fibras longas com diâmetros variando de 700 nm até 2 μm . A escala da imagem (A) é de 1 cm e de 200 μm para a imagem (B) (inserindo 20 μm). Foi feita uma comparação direta entre pares de soluções poliméricas que poderiam ser tanto eletrofiadas e fiadas por solução (que tem menos limitações relativas). Os diâmetros de solução e fibras eletrofiadas feitas a partir de 10% de PMMA, PLA, PS e misturas de PLA/PAni foram semelhantes (Tabela 3).

Tabela 3. Comparação de diâmetros de fibras fiadas por solução de micro e nanofibras eletrofiadas utilizando quatro diferentes soluções poliméricas.

Polímero / solvente	Diâmetro da fibra (nm)	
	Fiação de Solução	Eletrofiação
PLA / TFE	80 – 260	90 – 220
PLA: PAni / HFP	140 – 590	130 – 800
PS / Tolueno	220 – 4.400	200 – 1.800
PMMA / Clorofórmio	1.000 – 7.800	1.000 – 5.000

[082] O diâmetro das fibras produzidas pela fiação por jato de gás de soluções contendo PMMA também foram comparáveis aos diâmetros de fibras eletrofiadas de PMMA. Fibras fiadas de soluções de PMMA tinham diâmetros na faixa de 1 a 7,8 μm utilizando condições padrão. Fibras com diâmetros tão pequenos quanto 160 nm foram produzidas para a mesma concentração de polímero quando formadas a 517 kPa. Apesar de o padrão de taxa de injeção usado para a fiação de solução por jato de gás ser de 20 $\mu\text{L}/\text{min}$, taxas de injeção de até 200 $\mu\text{L}/\text{min}$ foram testadas com sucesso. A título de comparação, a taxa de injeção tipicamente utilizada para eletrofiação é apenas 4-10 $\mu\text{L}/\text{min}$, cerca de mais de uma ordem de grandeza mais baixa do que o obtido para a técnica de fiação de solução por jato de gás. As variações nos parâmetros afetaram o diâmetro das fibras, a morfologia, e a facilidade de transformação, embora a taxa de injeção não tenha tido um efeito pronunciado sobre a média de diâmetros das fibras (Tabela 1). No entanto, taxas de injeção de cerca de 60 $\mu\text{L}/\text{min}$, e acima resultaram em fibras que foram mais

consistentes na espessura e taxas de produção de fibras muito mais elevadas. Taxas de injeção abaixo de 20 não tiveram abastecimento suficiente de solução polimérica para o bico e causou apenas um fluxo intermitente no bico.

[083] A pressão de gás (p) teve um efeito relativamente pequeno, mas significativo sobre o diâmetro da fibra. Quando configurações de pressão do ar foram muito baixas, a fibra perdeu velocidade e muitas vezes não teve a força necessária para atingir o alvo. O diâmetro da fibra aumentou com a elevação da pressão do gás de 69 para 276 kPa mas depois diminuiu para pressões superiores. As fibras com diâmetros menores foram produzidas nas maiores pressões testadas (Tabela 1). Como acontece na eletrofiação, deve haver um equilíbrio entre a pressão do gás e a taxa de injeção de polímero para se produzir fibras uniformes e finas pela técnica de fiação de solução por jato de gás. Aumentar a pressão do gás pode levar à formação de fibras com diâmetros irregulares bem como partículas esféricas ligadas às fibras (*beads*). No entanto, ao manter a pressão constante e de adaptação da taxa de injeção mais elevada, o fluxo de gás e a taxa de injeção voltam a ser equilibrados e uniformes, com fibras lisas e sem esferas. A distância de trabalho (WD) não teve um efeito significativo sobre o diâmetro da fibra (Tabela 1). No entanto, este parâmetro foi importante na morfologia da fibra. Quando a WD foi demasiadamente curta, as fibras não tiveram oportunidade suficiente para secar completamente antes de atingir o coletor e simplesmente aderiram a outras fibras, ou, em casos extremos, colidiram imediatamente com outras fibras em um filme. A distância (d) do bico interno além do bico externo (ou protuberância) teve pouco efeito sobre o diâmetro da fibra. No entanto, o processo foi afetado por (d); quando (d) foi zero ou superior a 3 mm, resíduos da solução polimérica foram formados ao redor do bico no seu próprio interior. A acumulação de resíduos exigiu que o processo fosse interrompido momentaneamente para se remover os resíduos em intervalos periódicos. A concentração do polímero na solução teve um efeito significativo no diâmetro da fibra. O aumento da concentração do polímero aumentou o diâmetro da fibra e, inversamente, fibras com diâmetros menores foram obtidas quando concentrações

de polímeros mais baixas foram utilizadas. Por exemplo, quando 5% de poli(ácido láctico) em solução TFE foi fiado (Fig. 11), utilizando as condições normais, foram produzidas fibras com diâmetros de até 40 nm.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras a partir de uma solução de polímeros, caracterizado pelo fato de ser pela injeção de jatos de ar cisalhantes incidentes paralelamente ou em ângulo variando entre 0° e 80° em relação ao polímero, utilizando um gradiente/diferencial de pressão, e compreender:

- (i). prover um aparelho de pulverização constituído por um arranjo de bicos concêntricos, sendo o arranjo formado por pelo menos um bico interno de passagem de solução polimérica e por um bico externo de passagem de ar comprimido;
- (ii). bombear uma solução polimérica, utilizando um dispositivo de controle de vazão acoplado a um dispositivo com controle de taxa de injeção, por através de pelo menos um bico interno do aparelho de pulverização, sendo a solução polimérica compreendendo pelo menos um polímero dissolvido em pelo menos um solvente;
- (iii). utilizando uma fonte de gás comprimido, injetar gás em alta velocidade através do bico externo do aparelho de pulverização para direcionar a produção de fibras; e
- (iv). recolher as fibras poliméricas fiadas pelo aparelho de pulverização em um coletor.

2. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que os polímeros são selecionados a partir do grupo compreendendo poli(ácido láctico), polimetilmetacrilato, polivinil álcool, poliestireno e polianilina, proteína da seda, gelatina, colágeno, quitosana, polóxi-etileno (PEO), poli(metacrilato de metila) (PMMA), policaprolactonas (PCL), poliamidas (PA), poli(acrilonitrila) (PAN), poli(etileno tereftalato) (PET), poli(cloreto de vinila) (PVC), poli(vinil pirrolidona) (PVP), poliuretanas (PU), borrachas natural e sintéticas, ou compostos derivados dos mesmos.

3. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com as reivindicações 1 e 2, caracterizado pelo fato de alternativamente permitir o uso de mais de um polímero em blendas.
4. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que alternativamente permite o uso de mais um polímero com estrutura “core/sheath”.
5. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com as reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que a concentração do polímero pode variar de 0,1% a 70%.
6. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o solvente pode possuir uma constante dielétrica variando entre baixa, intermediária e alta.
7. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que o solvente tem uma constante dielétrica baixa.
8. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que o solvente tem uma constante dielétrica intermediária.
9. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o solvente é selecionado a partir do grupo compreendendo 1,1,1,3,3,3-hexafluor-2-propanol (HFP), tolueno, clorofórmio, 2,2,2-trifluoretanol (TFE), acetona, água, ácido acético, ácido fórmico, álcoois, dimetil formamida (DMF), tetrahidrofurano (THF), hexafluoroacetona, hexafluoro álcool isopropílico, dimetil formamida (DMF), dimetil acetamida (DMAc), metil etil cetona (MEK), dimetil sulfóxido (DMSO) e ciclohexano.
10. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que os polímeros em solução podem ser

carregados com partículas orgânicas e inorgânicas como nanofibras de carbono, nanofibras de celulose, ZrCO_2 , ZnO , CuO , NiO_2 e Mn_3O_4 .

11. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de o gás comprimido ser selecionado a partir do grupo compreendendo ar, nitrogênio, argônio e oxigênio, gás carbônico, butano e suas misturas.

12. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a solução polimérica é descarregada por compressão através do bico interno sob uma pressão de descarregamento na faixa de 1 a 1000 kPa e taxa de bombeamento variante na faixa de 1 a 1000 $\mu\text{l}/\text{min}$.

13. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 11, caracterizado pelo fato de a pressão do gás pressurizado (p) poder variar na faixa entre 60 a 520 kPa e taxa de bombeamento da solução polimérica variar na faixa de 20 a 200 $\mu\text{l}/\text{min}$.

14. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o gás pressurizado pode ser alternativamente submetido a um sistema de aquecimento.

15. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo fato de o sistema de aquecimento compreender pelo menos uma resistência elétrica e um duto de passagem de fluido aquecido.

16. Método para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com as reivindicações 14 e 15, caracterizado pelo fato de que o sistema de aquecimento compreende qualquer sistema capaz de aquecer o gás utilizado no processo de fiação por sopro.

17. Aparelho para produzir mantas de micro e/ou nanofibras a partir de soluções de polímeros conforme o método reivindicado de 1 a 16 caracterizado pelo fato de que compreende:

- (i). uma fonte de gás comprimido (1);

- (ii). um dispositivo regulador de pressão;
- (iii). um dispositivo recipiente com controle de vazão (2);
- (iv). um dispositivo com controle de taxa de injeção das soluções poliméricas (3);
- (v). um aparelho de pulverização (4) constituído por um arranjo de bicos concêntricos, sendo:
 - um bico externo (BE) de passagem de gás comprimido;
 - um bico interno (BI) de passagem de uma solução polimérica formadora do centro (core) da fibra;
 - um bico central (BC), de posição intermediária, de passagem de um polímero formador da casca (sheath) da fibra; e
- (vi). um coletor (5).

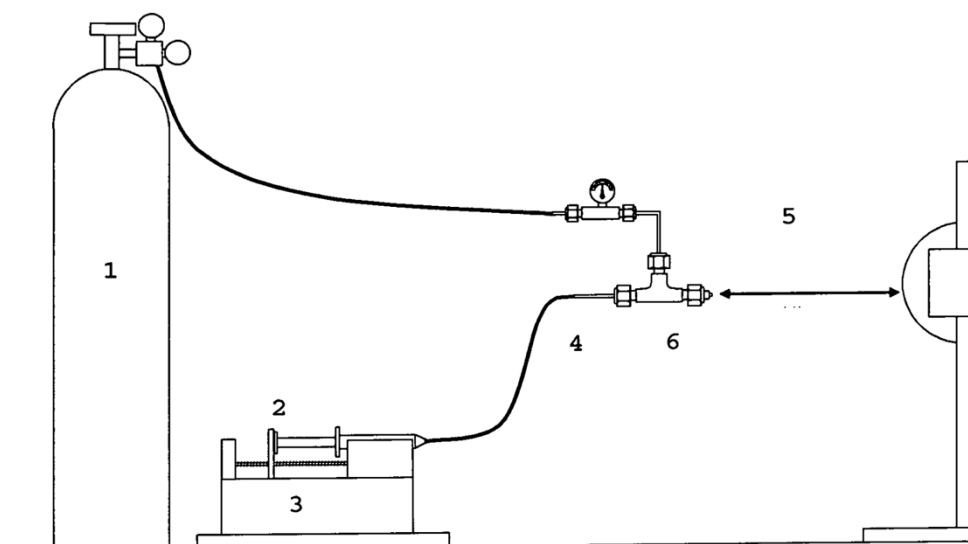
18. Aparelho para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 17, caracterizado pelo fato de que o segundo bico é provido de uma extremidade afinada.

19. Aparelho para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 17, caracterizado pelo fato de o coletor (5) ser selecionado dentre coletor rotacionado ou estacionário.

20. Aparelho para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 19, caracterizado pelo fato de que o coletor (5) selecionado é rotacionado.

21. Aparelho para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado pelo fato de possuir a velocidade de rotação controlada e estar posicionado a uma distância de trabalho fixa (6) do bico externo (BE).

22. Aparelho para produzir mantas de micro e/ou nanofibras, de acordo com a reivindicação 20, caracterizado pelo fato de que alternativamente o coletor (5) está localizado a uma distância de trabalho móvel durante a formação das fibras.

**Fig. 1**

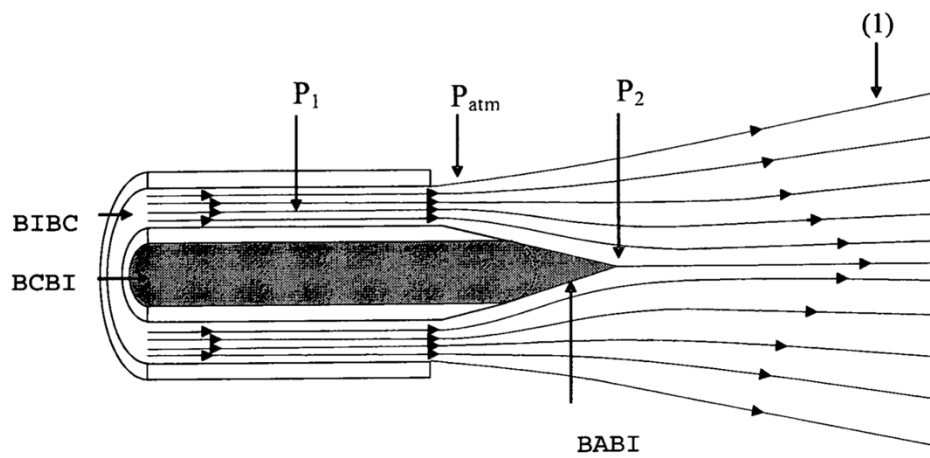


Fig. 2

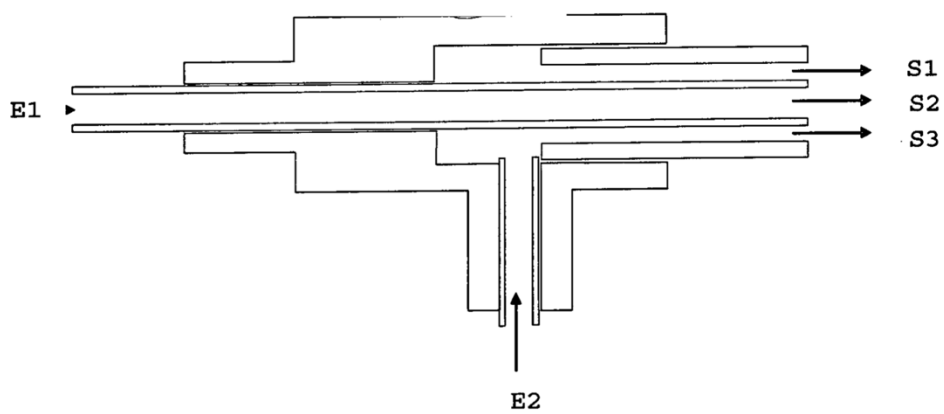


Fig. 3

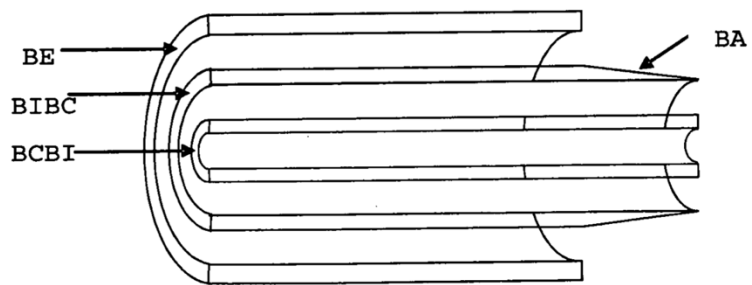
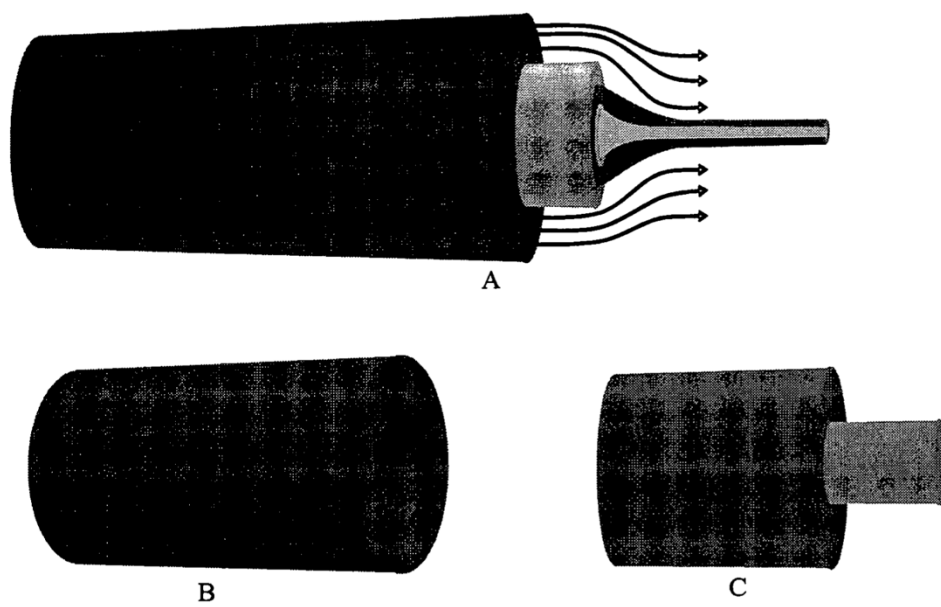
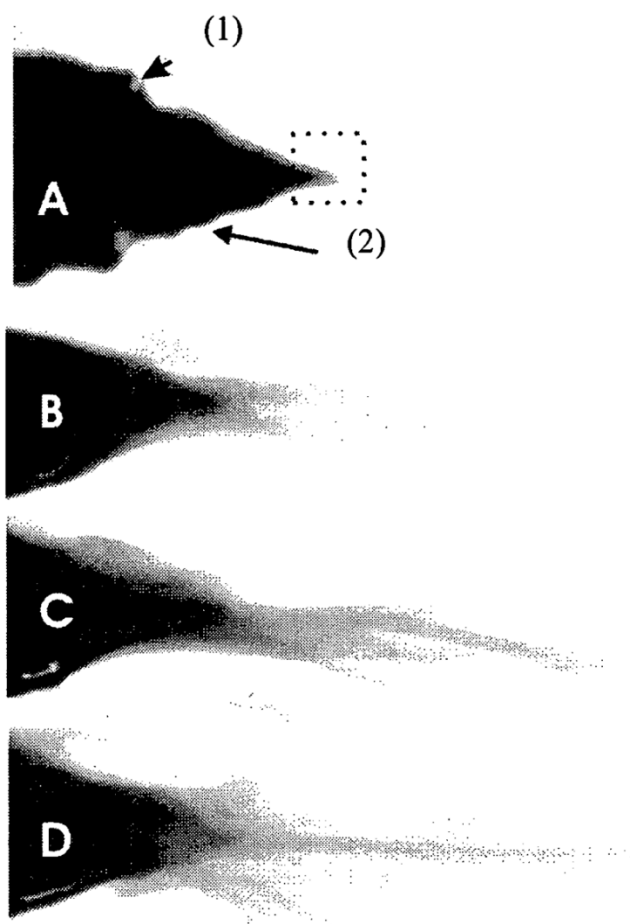


Fig. 4

**Fig. 5**

**Fig. 6**

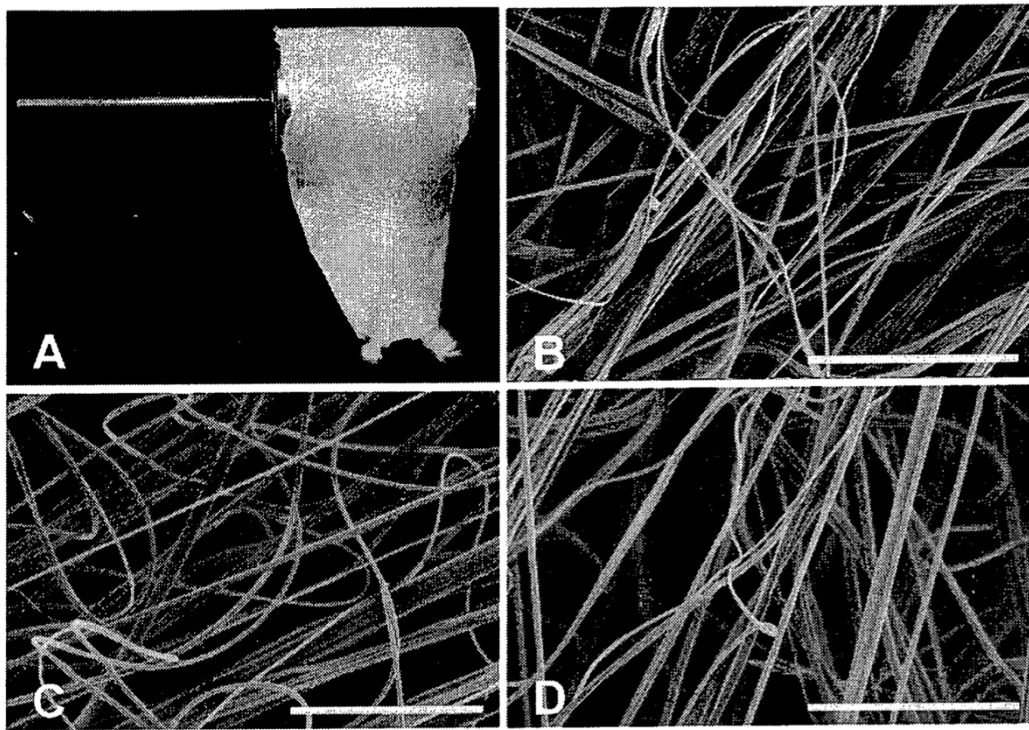


Fig. 7

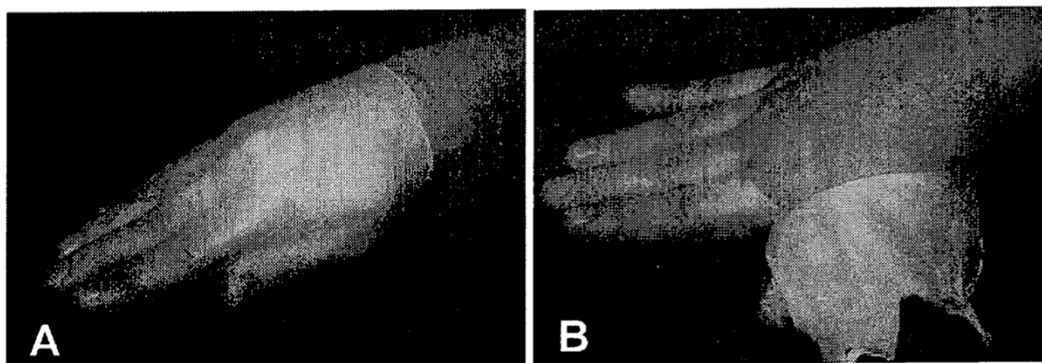


Fig. 8

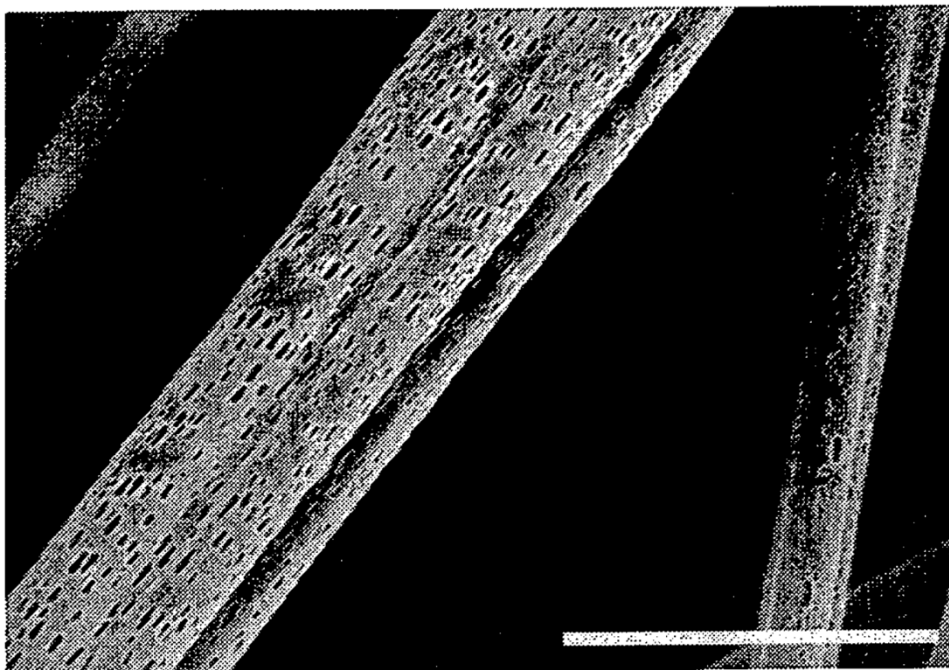


Fig. 9

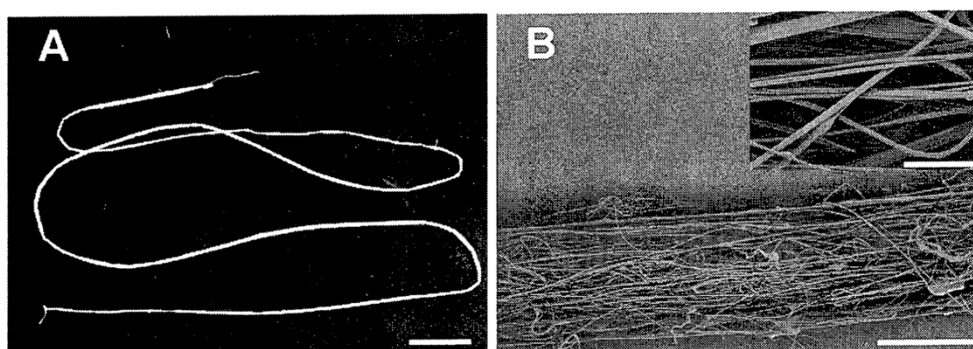


Fig. 10

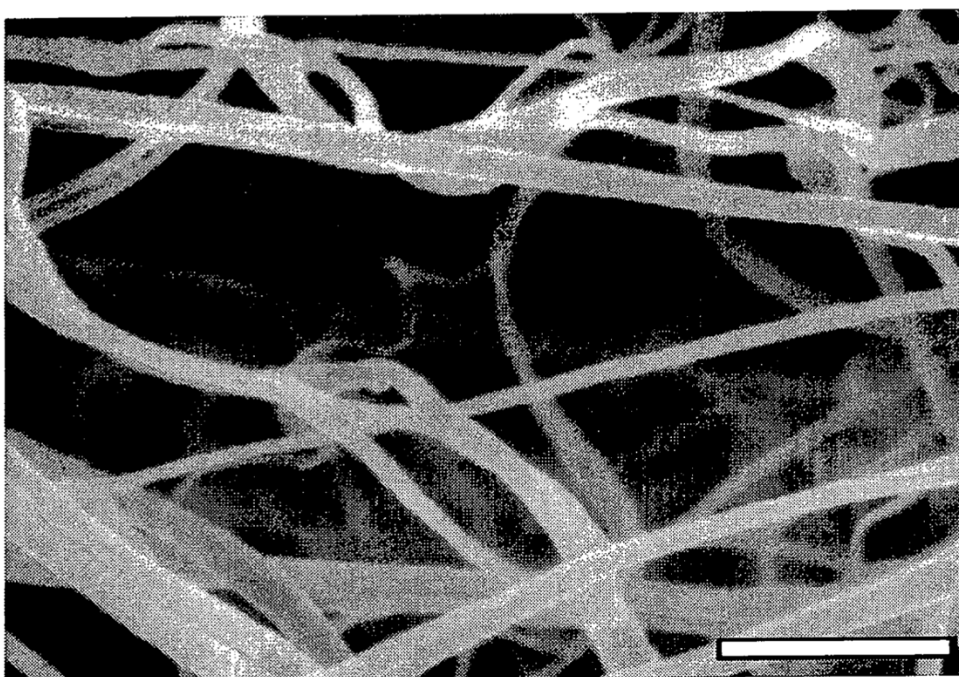


Fig. 11

RESUMO

“MÉTODO E APARELHO PARA PRODUZIR MANTAS DE MICRO E/OU NANOFIBRAS A PARTIR DE POLÍMEROS”

A presente invenção refere-se a aparelho e método para produzir não-tecidos de nanofibras a partir de polímeros. O método para a produção de não-tecidos de micro e/ou nanofibras a partir de polímeros compreende utilizar elementos de eletrofiação e de fiação por jatos de ar em alta velocidade. O aparelho apresentado para a produção de não-tecidos de micro e/ou nanofibras a partir de polímeros compreende uma fonte de gás comprimido, um regulador de pressão, uma seringa hipodérmica com bomba para controle da taxa de injeção das soluções poliméricas, um aparelho de pulverização e um coletor com velocidade de rotação preferencialmente controlada. A tecnologia apresentada de produção de não-tecidos de micro e/ou nanofibras é capaz de produzir micro e nanofibras com diâmetros similares às produzidas por eletrofiação, inclusive em escala industrial. A invenção compreende, ainda, o uso dos não-tecidos de nanofibras na pulverização de tecidos vivos e como revestimento de materiais.