## $R_{evista} B_{rasileira de} F_{isica} T_{ecnológica} A_{plicada, v.2, n.2, dezembro de 2015.$

## Desenvolvimento de um Sistema *Blow-Spinning* de baixo custo para obtenção de microfibras e nanofibras poliméricas e compósitas

# Desarrollo de um sistema *Blow-Spinning* de bajo costo: colección de microfibra y el polímero nanofibras y compuesta

## Development of a System Blow-Spinning Low Cost: Collection of Microfibre Polimers and Composite

<sup>1</sup>Cícero R. Cena; Gustavo S. Larios; Marcos R.R. Bica; Thalita A. Canassa; Gustavo Q. Freitas; Guilherme B. Torsoni

**Resumo:** Neste trabalho, apresentamos a construção e utilização de um equipamento de baixo custo para obtenção de micro e nanofibras. Em ensaios iniciais realizados com este equipamento foram obtidos resultados promissores para produção de microfibras, nanofibras poliméricas e compósitos. Nestes ensaios foram investigadas a formação de nanofibras de Poli(vinil álcool) e do Poli(vinil pirrolidona), além de microfibras compósitos de polímero e nanopartículas cerâmicas. As nanofibras poliméricas foram caracterizadas quanto sua morfologia, forma e diâmetro, revelando uma morfologia e diâmetro médio distintos para cada sistema estudado. Análises dos espectros no infravermelho das fibras poliméricas revelaram a presença das típicas bandas observadas para os polímeros comerciais. As microfibras compósitos foram investigadas com base em imagens de microscopia eletrônica, tais imagens possibilitaram avaliar a dispersão da fase cerâmica na matriz. A dispersão observada foi regular e as microfibras que formam a matriz apresentaram uma morfologia também irregular, com diversos pontos de fusão e descontinuidade.

Palavras-chave: microfibras; nanofibras; Blow-spinning; experimentos de baixo custo.

**Resumen:** Este trabajo presenta la construcción y el uso de un equipo de bajo costo para la obtención de micro y nanofibras. Los ensayos iniciales con el dispositivo fue posible obtener resultados prometedores para la producción de microfibras y nanofibras. En estos ensayos se investigó la formación de nanofibras de poli (alcohol vinílico) y poli (vinil pirrolidona), y microfibra de material compuesto de polimero, y nanopartículas de cerámica. Nanofibras poliméricas se caracterizan por su morfología, forma y diámetro, revelando una morfología distinta. Análisis de los espectros infrarrojos de fibras poliméricas, reveló la presencia de bandas típicas observadas para los polímeros comerciales. El compuesto de microfibras se investigó sobre la base de imágenes de microscopía electrónica, esas imágenes han permitido evaluar la dispersión de la fase cerámica en la matriz. La dispersión observada era regular y las microfibras que forman la matriz también tenían una morfología irregular, con diferentes puntos de fusión.

Palabras clave: microfibras; nanofibras; Blow-spinning; experimentos de bajo costo.

**Abstract:** In this paper, we presents the construction and use of a low cost equipment for obtaining micro- and nanofibers using the blow-spinning technique. Initial studies showed that was possible to obtain promising results for the production of polymeric nanofibers and composite microfibers. In these assays, was investigated the formation of nanofiber Poly (vinyl alcohol) (PVA) and poly (vinyl pyrrolidone), and microfiber composite of Poly (vinyl pyrrolidone) (PVP) with ceramic nanoparticles. The samples were characterized by their morphology, shape and diameter, revealing a distinct morphology and average diameter for each system studied. Analyzes of the infrared spectra of polymeric fibers, revealed the presence of typical bands, suggesting no changes in its chemical nature due to processing. The composite microfibers were also investigated, by using backscattered electron detector, to evaluate the dispersion of the ceramic phase in the matrix. The observed dispersion was regular and the microfiber matrix showed an irregular morphology.

Key-words: Microfibers; Nanofibers; Blow-spinning; Low-cost experiments.

<sup>1</sup>Doutor em Ciências dos Materiais pela UNESP, Ilha Solteira-SP; docente no IFSP-Instituto Federal de São Paulo, Rua Pedro Cavalo 709, Birigui – SP, CEP16201-407, Brasil, e-mail: <u>cena@ifsp.edu.br</u>

#### 1. Introdução

A técnica de *Blow-Spinning* foi inicialmente reportada por Medeiros *et al.* (2009) como uma alternativa a já bem estabelecida técnica de *electrospinning* (BHARDWAJ & KUNDU, 2010) para a produção de fibras poliméricas. Com a vantagem de apresentar uma taxa de produção de fibras (medida pela injeção de solução) muitas vezes maior, baixo custo de produção e fácil implementação, não sendo necessária a aplicação de altos campos elétricos, fato esse que abre a possibilidade de deposição de fibras sobre qualquer tipo de alvo (OLIVEIRA *et al*, 2011).

O Poli(vinil Pirrolidona) – PVP, tem sido extensivamente empregado na produção de fibras via *electrospinning*, embora exista grande aplicação deste polímero o mesmo sempre atua com um papel secundário sendo associado com outros sistemas poliméricos, materiais biofuncionais ou cerâmicos, poucos estudos são dedicados a fibras de PVP puro (CENA *et al*, 2012). O PVP apresenta boa adesão e propriedades de complexação, baixa toxicidade química, alta higroscopicidade, excelente compatibilidade físico-química, biocompatibilidade e boa solubilidade em água e vários solventes orgânicos (CHUANGCHOTE, SAGAWA & YOSHIKAVA, 2009). Outro material de interesse com alto potencial em aplicações tecnológicas é o Niobato de Chumbo - PN, apresentando propriedades ferroelétricas e comportamento dielétrico de grande interesse para produção de materiais compósitos. Neste trabalho, apresentamos a confecção de um aparelho de baixo custo para obtenção de micro e nanofibras poliméricas e estudamos a obtenção de fibras compósitos contendo o PVP como fase polimérica e grãos de PN como fase cerâmica. Avaliamos a obtenção de fibras pela técnica de *Blow-spinning* e estudamos as amostras obtidas em termos de sua morfologia, diâmetro de fibras obtidas e dispersão de fases.

#### 2. Material e métodos

## 2.1. A Montagem do Aparato

A configuração básica do aparato empregado na técnica de blow-spinning envolve basicamente cinco elementos, a saber: (i) um compressor de ar; (ii) um regulador de pressão; (iii) uma bomba de injeção; (iv) um bico de extrusão e (v) um coletor. De modo geral a montagem do aparato experimental é relativamente simples, suas partes podem ser facilmente adquiridas comercialmente, entre as partes que constituem o aparato destacamos a bomba de injeção, com um custo que pode representar aproximadamente cerca de 75% do valor total do equipamento. A Figura 1(a) ilustra o projeto desenvolvido, em nosso laboratório, para a confecção de uma bomba de injeção de baixo custo utilizando materiais simples e de fácil acesso. Neste aparato uma base metálica, com 35 cm de comprimento por 10 cm de largura, foi utilizada para fixação das demais peças. Os eixos da bomba, eixo principal e eixo guia, foram fixos à base utilizando dois suportes metálicos em "L", como eixo principal foi empregado uma barra rosqueada de 5 mm de diâmetro e passo de 2 mm, e como eixo guia utilizamos uma barra metálica lisa. O eixo principal (barra rosqueada) foi fixo em seus extremos por intermédio de rolamentos, garantindo um movimento livre de giro, e preso ao eixo de um motor passo bipolar de 12V por um engate de plástico rígido. Para o suporte da seringa foi confeccionado uma base tipo trapézio, com cava em "V" na base menos superior, para facilitar o posicionamento e fixação da mesma. Uma barra funciona como um "gatilho", sendo responsável por empurrar o embolo da seringa. Este gatilho de acrílico possui movimento bidirecional, conforme o sentido de giro posto no motor.



Figura 1. Equipamento de *Blow-spinning*. (a) Projeto para confecção da Bomba de Injeção. (b) Aparato experimental completo, onde pode-se visualizar no item (1) o controle de velocidade e sentido de giro do motor, (2) o motor de passo, (3) o eixo principal,(4) a seringa de injeção, (5) o bico de injeção e em (6) o controlador de pressão do gás. Fonte: Próprio autor.

A **Figura1(b)** ilustra o aparato experimental construído com seus constituintes principais. O controle do sistema foi realizado utilizando-se uma placa de controle para motor de passo adquirida comercialmente, **Figura 1(b)** item (1), com esta placa foi possível regular o sentido de giro do motor e sua velocidade de rotação em até 9 velocidades diferentes. Um controlador de pressão de gás, **Figura 1(b)** item (6), preso junto à base do equipamento, permitiu regular a pressão de gás e com isso a velocidade de fluxo de ar que o compressor envia para o bico de injeção. O aparato foi montado de uma forma compacta a fim de que

todas as peças serem de fácil manuseio e baixo custo. Os materiais utilizados na construção do sistema apresentado na Figura 1(b) estão descritos na Tabela 1 abaixo.

Materiais	Emprego
Conector união em "T" de 6 mm	Utilizados para acoplamento de todas as peças e para a passagem de gás, parte constituinte central do bico de injeção por onde será produzido as fibras.
Conector tampão para linha de gás, conexão 6 mm – 2 unid	Os conectores foram utilizados para o bloqueio de gás de uma das extremidades e o outro foi perfurado de forma que o ar passe em torno da agulha que leva a solução polimérica.
Motor de passo bipolar, marca Nema 17, modelo 42BYGHW609 com 4kgf de torque	O motor proporcionava um torque na barra rosqueada a fim de mover o gatilho que pressionava a seringa.
Placa comercial para acionamento do motor de passo	Através da placa era possível controlar a velocidade de rotação do motor e o seu sentido de giro.
Agulha Tuohy 18G – 10 cm	Injeção da solução polimérica.
Regulador de pressão de ar Mini ¼" RP-1000	Tem como emprego regular o fluxo de gás que passa pelo conector T. Este fluxo é responsável pelo estiramento da solução polimérica e formação das fibras.
Mangueira de Poliuretano 6 mm	Conecta o compressor de ar até o regulador de pressão e deste ao conector T.
Fontos Drómaio outor	

Tabela1. Lista de materiais utilizados para construção do equipamento.

Fonte: Proprio autor.

## 2.2. O Controlador do Motor de Passo

O motor de passo é acionado por um circuito eletrônico comercial, composto por um microcontrolador AT89c2051, um display de 7 segmentos, um chip de drive de corrente, botões para configuração e uma entrada para programação e acionamento via controle remoto. O circuito de controle deve ser alimentado por uma tensão elétrica em corrente contínua entre 4 e 6 V, e intensidade de corrente de 500 mA. A placa possui ainda uma programação para 9 velocidades diferentes.

O sistema funciona como drive para motores de passo modelo unipolar, com tensão elétrica de funcionamento entre 3 e 24 V e aplicação de corrente contínua. Há uma dependência inversa entre velocidades e torque do motor, ou seja, quanto maior a velocidade menor é o torque desenvolvido, e quanto maior o torque exigido maior a corrente elétrica fornecida, de modo que pode ser desejável a instalação de um sistema de arrefecimento da placa para não causar danos aos circuitos eletrônicos. A programação da placa se dá por meio dos botões *A* e *B*, **Figura 2**, que determinam o aumento ou diminuição da velocidade angular que o motor de passo desenvolverá. A cada acionamento de um dos botões é apresentado no display a velocidade programada.



Figura 2: Controlador do motor de passo, adquirido comercialmente. Fonte: Adaptado pelo autor.

Para que o motor entre em movimento, são utilizados os botões C e D, de modo que o eixo do motor gire em sentido horário ou anti-horário. Ao pressionar o botão uma vez, o motor inicia o funcionamento, quando pressionado novamente, o motor para o funcionamento. Todas as funcionalidades realizáveis pelos botões podem ser feitas também pelo controle remoto que acompanha a placa.

## 2.3. Princípio de Produção de Fibras pela Técnica de Blow-spininng

O bico de extrusão foi construído com os itens descrito na **Tabela 1**, envolvendo basicamente uma agulha metálica (canal interno) para a passagem de solução e conectores plásticos de linha de gás (bico e canal externo). Este bico está descrito esquematicamente na **Figura 3**, e consiste basicamente em duas agulhas concêntricas, itens (1) e (4) da **Figura 3**, pelas quais são ejetados simultaneamente: ar ou outro gás (sobre alta pressão) pelo canal externo (6) e solução polimérica (7) pelo canal interno (1). A solução polimérica é injetada com uma taxa constante por uma agulha (canal interno). Uma gota de solução é formada na ponta da agulha e devido à ação de forças de arraste, originadas da diferença de pressão causada pelo fluxo de ar, esta é esticada dando origem a um jato. O jato expelido da ponta da agulha é acelerado até um coletor, durante o processo de "voo" o solvente é parcialmente ou totalmente evaporado dando origem a fibras poliméricas (CENA, 2013; MEDEIROS *et al*, 2009).



Figura 3. Bico de injeção: (1) Agulha; (2) Conector de gás tipo "T"; (3) Conector tampão; (4) Conector tampão perfurado para passagem da agulha e gás sob pressão; (5) Mangueira de injeção de gás; (6) Fluxo de gás (setas verdes); (7) Solução polimérica (setas vermelhas). Fonte: Próprio autor.

### 2.4 Produção e Caracterização das Amostras

O Poli(vinil pirrolidona) PVP -  $(C_6H_9NO)_n$ , peso molecular médio de 360.000 (Sigma-Aldrich), foi dissolvido em álcool etílico  $(C_2H_6O)$  (Impex), na concentração de 0,08 g/mL. Uma solução cristalina e incolor de PVP foi obtida após 30 min de agitação constante em temperatura ambiente. A solução de Poli(vinil álcool) PVA -  $(C_2H_4O)_x$  (Dinâmica Química Ltda), de baixo peso molecular e grau de hidrólise, foram obtidas por dissolução do PVA em água deionizada sob agitação constante por 12h em temperatura ambiente, com posterior adição de 20% em volume de álcool etílico, atingindo uma concentração final de 0,08 g/mL. Após os primeiros testes de obtenção de fibras poliméricas, na solução de PVP foi disperso 0,2505 g de Niobato de Chumbo (PbNb<sub>2</sub>O<sub>6</sub>), obtido previamente por reação do estado sólido convencional tratado termicamente em 700°C/2,5h, objetivando a obtenção das fibras compósitos.

As propriedades reológicas das soluções foram estudadas com base no comportamento da viscosidade das soluções em função da temperatura e taxa de cisalhamento. As medidas foram realizadas em um reômetro rotativo da Brokfield (modelo DV-II+Pro), com simetria de cilindros concêntricos.

Os ensaios para deposição das fibras foram realizados utilizando o equipamento desenvolvido em nosso laboratório nas seguintes configurações: seringa hipodérmica de 5mL, velocidade de injeção de 3,94 cm/min, pressão do ar de 120 kPa, agulha protuberada (distância entre a ponta da agulha por onde sai a solução e a ponta do bico de ejeção de ar) em

2 mm e a 30 cm de altura. As fibras produzidas foram depositadas sobre uma folha de Teflon posicionada 40 cm à frente da agulha, sendo coletadas e armazenadas para análise.

A morfologia das fibras foi observada utilizando um microscópio eletrônico de varredura (MEV) das ZEISS, modelo EVO-LS15. Foram obtidas imagens utilizando o detector de elétrons secundários (SE) e de elétrons retroespalhados (EBSD). Estudos de difração de raios X (DRX) foram realizados para caracterização da fase cerâmica da amostra em um difratômetro da Rigaku DMAX Ultima +, utilizando radiação CuK<sub> $\alpha$ </sub> de ~1,542Å, operando com 40kV, 20 mA, passo de 0,02° e varredura de 20-60°. As fibras poliméricas foram caracterizadas por espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), em um espectrômetro Nicolet Nexus 670, utilizando a técnica de reflexão, as medidas foram realizadas na faixa de 400-4000cm<sup>-1</sup>, posicionando apropriadamente a manta fibrosa obtida no aparato de reflexão.

#### 3. Resultados

O estudo do comportamento reológico da solução é um dos parâmetros mais importantes a ser avaliado no processamento de fibras pela técnica de blow-spinning. Uma vez que a técnica exige do fluido o estiramento de fibras, devido à ação de forças externas, em regime de escoamento constante. Neste trabalho avaliamos o comportamento da viscosidade do fluido em função da temperatura e da taxa de cisalhamento para o PVA e o PVP. Os resultados para ambos mostraram um decaimento do tipo exponencial no valor da viscosidade com o aumento da temperatura, este comportamento está correlacionado a energia de ativação do fluxo, ou seja, barreira energética que deve ser vencida para que ocorra o escoamento. Por outro lado, os resultados obtidos para o comportamento da viscosidade em função da taxa de cisalhamento, medida em temperatura ambiente, mostram que não há variação significativa no valor de viscosidade da solução, típico de um fluído newtoniano, resultados não mostrados neste trabalho, isto implica que a resposta do fluido, as condições de processamento, permanece constante durante todo o processo (CENA, 2013; MCKEE et al, 2004). As soluções de PVA exibiram uma viscosidade média de aproximadamente 412 cP, enquanto que as soluções de PVP exibiram uma viscosidade média em torno de 379 cP, ambas medidas em temperatura ambiente de 26 °C, em torno da qual foram realizadas a obtenção das fibras analisadas.

A Figura 4 ilustra as imagens de MEV observadas para as fibras de PVA e PVP, obtidas conforme descrito anteriormente. As fibras de PVA, Figura 4 (a), apresentaram uma estrutura lisa e não homogênea, inúmeros pontos elipsoidais (ou contas, do inglês *beads*) (FONG, CHUNG & RENEKER, 1999) foram identificados ao longo das fibras, a ocorrência destes pontos está associada a tensão superficial do fluido, que tende a minimizar a área superficial de um líquido devido à interação entre moléculas das camadas internas e moléculas das camadas mais externas que formam a superfície, fazendo com que ocorra uma espécie de gota ao longo da fibra (CENA, 2013). A ocorrência destes pontos pode ser alterada pela mudança na concentração da solução ou modificações na natureza do solvente, de modo a minimizar a tensão superficial e facilitar a evaporação do solvente, e consequente secagem da fibra, logo após ao seu estiramento. Por outro lado, a presença de tais estruturas pode ser de interesse ou requerida em algum tipo de aplicação, como por exemplo, para encapsular alguma substância (nanopartículas, *drug delivers*, entre outros) (DOSHI & RENEKER, 1995).



Figura 4: Imagens de MEV para fibras de (a) PVA e (b) PVP. Fonte: Próprio autor.

Fibras obtidas de PVP, ilustradas na **Figura 4** (**b**), apresentaram uma morfologia lisa e homogênea, livre de pontos, entretanto em alguns pontos de contato entre fibras foi observado a fusão das mesmas, provavelmente devido à baixa taxa de evaporação de solvente. Comparativamente, podemos observar que o número de fibras produzidas de PVP foi superior a de PVA, é recomendável que o polímero utilizado para produção de fibras tenha um peso molecular elevado (BHARDWAJ & KUNDU, 2010; WANNATONG, SIRIVAT & SUPAPHOL, 2004), pois a formação de fibras é facilitada para moléculas maiores, o PVA empregado em nossos estudos possui baixo peso molecular, isto dificultou a formação de fibras. Análises dos histogramas de distribuição de frequência de diâmetro para os dois sistemas revelaram que as fibras de PVP possuem uma larga dispersão em relação ao valor do diâmetro de fibra, exibindo uma distribuição do tipo bimodal, a primeira centrada em torno de 800 nm e a segunda em torno de 1,5 µm de diâmetro, enquanto que as fibras de PVA exibiram uma distribuição monomodal em torno de 400 nm de diâmetro.

Os espectros de infravermelho obtidos para as fibras de PVA e PVP estão ilustrados na **Figura 5**. A presença das bandas típicas do PVA (em torno de:  $3273 \text{ cm}^{-1}$  atribuída ao estiramento -OH, 2914 cm<sup>-1</sup> atribuída ao estiramento -CH<sub>2</sub>, 1087 cm<sup>-1</sup> atribuída ao estiramento C-O) (PARANHOS, 2007) e do PVP (em torno de:  $3437 \text{ cm}^{-1}$  atribuída ao estiramento -OH, 1250 cm<sup>-1</sup> atribuída ao estiramento C-N, 1650 cm<sup>-1</sup> atribuída ao estiramento C=O, 1405 2 2876 cm<sup>-1</sup> atribuída ao estiramento C-H) (SARAVANAN *et al*, 2011).



Fonte: Próprio autor.

Na literatura, é comum encontrarmos a inserção de fases cerâmicas que possuem propriedades de interesse em diversas aplicações tecnológicas em matrizes poliméricas, visando a obtenção de compósitos que congreguem as propriedades de ambos os materiais para as mais diversas aplicações (LI & XIA, 2004). Usualmente estes compósitos são produzidos empregando pós cerâmicos na escala de micro ou nanômetros, assim sua inserção e dispersão em matrizes poliméricas ocorre sem grandes preocupações com relação a dimensões envolvidas, pois as matrizes possuem usualmente dimensões bem maiores que as dos pós. Entretanto, neste trabalho as fibras poliméricas produzidas pela técnica de *blow-spinning* possuem diâmetro limitado, na ordem de poucos micrômetros, enquanto que a dimensão das partículas cerâmicas utilizadas estão na ordem de centenas de nanômetros. Logo, torna-se interessante avaliar a possibilidade de obtenção de fibras compósitos. O pó cerâmico utilizado para obtenção dos compósitos foi investigado por DRX, o resultado apresentado na **Figura 6**, evidenciou a coexistência das fases Pb<sub>1.5</sub>Nb<sub>2</sub>O<sub>6.5</sub> e PbNb<sub>2</sub>O<sub>6</sub> (PN).

Os resultados de DRX foram comparados com padrões do ICSD (Inorganic Crystal Structure Database), a fase indexada PN - PbNb<sub>2</sub>O<sub>6</sub> foi comparada ao padrão referente à carta 24855 (MAHE, 1967), que possui sistema cristalino tetragonal e pertence ao grupo espacial R3mH, enquanto que a fase Pb<sub>1,5</sub>Nb<sub>2</sub>O<sub>6,5</sub> representada nos difratogramas pelo símbolo (#) foi comparada com o padrão referente a carta 17038 (BERNOTAT-WULF & HOFFMANN, 1982), que possui haja cúbico e pertence ao grupo espacial Fb3m. Análise da morfologia da amostra tratada indicou a formação de pequenas partículas de formato aproximadamente esférico exibindo diâmetro médio em torno de 300 nm.



Figura 6. Caracterização da amostra cerâmica por difração de raios-X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV), *inserida* na figura, o símbolo (#) representa a fase Pb<sub>1,5</sub>Nb<sub>2</sub>O<sub>6,5</sub> e os planos cristalinos indexados no padrão de difração representa a fase PbNb<sub>2</sub>O<sub>6</sub>. Os resultados de DRX foram comparados com padrões da base de dados do ICSD (Inorganic Crystal Structure Database). Fonte: Próprio autor.

As fibras produzidas com inserção do pó cerâmico, estão ilustradas na **Figura 7**, estas apresentam uma estrutura do tipo contínua, lisa e não homogêneas, com pontos de fusão entre fibras em contato, conforme pode ser observado na **Figura 7** (a). A **Figura 7** (b) ilustra a mesma região observada com o detector de elétrons retro espalhados do MEV, nesta imagem fica evidenciado a dispersão praticamente uniforme da fase cerâmica (pontos claros) por toda a região analisada. Este fato é muito interessante do ponto de vista de preparação e dispersão de fase cerâmica em compósitos poliméricos, assim as fibras obtidas apresentam material cerâmico disperso por toda sua estrutura.



Figura 7. Imagens de diferentes morfologias obtidas pela técnica de Blow-spinning: (a) Imagem obtida no detector SE do aglomerado de fibras de PVP, (b) Imagem de EBSD evidenciando a dispersão da fase cerâmica PN nas fibras de PVP; (c) Fusão entre fibras de PVP e fase cerâmica embebida, detalhe do aglomerado da fase cerâmica PbNb<sub>2</sub>O<sub>6</sub>. Fonte: Próprio autor.

A Figura 7 (c) evidencia um ponto de fusão entre fibras, este fenômeno comum ocorre quando não há completa evaporação do solvente durante a deposição das fibras, nesta figura foi possível observar ainda um aglomerado cerâmico da fase cerâmica PN. O aglomerado da fase cerâmica PN apresentou-se como uma aglomeração de inúmeros grãos menores da cerâmica, com formato aproximadamente esférico e com dimensões da ordem de 300 nm.

#### 4. Conclusões

A construção de um aparato de baixo custo para a produção de fibras PVP pela técnica *Blow-spinning* foi realizada com sucesso, as fibras foram produzidas e analisadas por DRX e MEV e como resultado foi observado fibras poliméricas de diferentes morfologias e diferentes diâmetros, apresentando potencial para as mais diversas aplicações de interesse.

Por outro lado, fibras compósito contínuas e não homogêneas foram obtidas com maior dificuldade, apresentando uma difícil estabilização do jato e consequente formação de

fibras, fato este possivelmente devido a carga de pó cerâmico presente em solução que alterou as propriedades da solução precursora e a obtenção de fibras, a dispersão da fase cerâmica pela amostra foi uniforme.

## 5. Informações complementares sobre os coautores:

**Cícero Rafael Cena** (**Cena**, **C.R.**): Doutor em Ciências dos Materiais (UNESP), docente no IFSP – Instituto Federal de São Paulo, campus Birigui-SP, Brasil. <u>crcena@yahoo.com..br</u>

**Gustavo Sander Larios (Larios, G.S.):** Discente do 3° ano do curso de licenciatura em Física do IFSP - Instituto Federal de São Paulo, campus Birigui-SP, Brasil. <u>gustavo.sander.larios@yahoo.com.br</u>

Marcos Roberto Ruybal Bica (Bica, M.R.R.): Especialista em Engenharia Mecatrônica (UNESP), docente no IFSP - Instituto Federal de São Paulo, campus Birigui-SP, Brasil. <u>mr.bica@ifsp.edu.br</u>

**Thalita Antoniassi Canassa (Canassa, T.A.):** Mestranda no Programa de Pós-graduação em Biofísica na UNESP- Universidade Estadual Paulista, campus São José do Rio Preto-SP, Brasil. <u>thantoniassi@yahoo.com.br</u>

**Gustavo Quereza de Freitas (Freitas, G.Q.):** Mestre em Ciências dos Materiais (UNESP), docente no IFGoiano - Instituto Federal Goiano, campus Rio Verde-GO, Brasil. <u>gustavoquereza@yahoo.com.br</u>

**Guilherme Botega Torsoni (Torsoni, G.B.):** Doutor em Ciências dos Materiais (UNESP), técnico de Laboratório na UEMS – Universidade Estadual do Mato Grosso do Sul, campus Dourados-MS, Brasil. <u>gbtorsoni@yahoo.com.br</u>

## 6. Referências Bibliográficas

BERNOTAT-WULF, H.; HOFFMANN, W. Die Kristallstrukturen der Bleiniobate vom Pyrochlor-typ. Zeitschrift fuer Kristallographie, v. 158, p. 101-117, 1982.

BHARDWAJ, N.; KUNDU, S.C. Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique. Biotechnology Advances. v. 28, p. 325-347, 2010.

CENA, C.R. **Obtenção e caracterização de fibras poliméricas e cerâmicas dela técnica de "Blow-spinning"**. 2013. 135 f. Tese (doutorado em Ciências dos Materiais) – Departamento de Física e Química, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira-SP, 2013.

CENA, C.R.; CARVALHO, C.L.; MALMONGE, J.F.; MALMONGE, J.A.; Influência dos parâmetros de deposição na obtenção de fibras de poli(vinil pirrolidona) pela técnica de blow-spinning. XX CBECiMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Joinville-SC, 2012.

CHUANGCHOTE, S.; SAGAWA, T.; YOSHIKAWA, S. Electrospinning of Poly(vinyl pyrrolidone): Effects of solvents on electrospinnability for the fabrication of Poly(p-phenylenevinylene) and TiO<sub>2</sub>Nanofibers. Journal of Applied Polymer Science, v. 114, p. 2777-2791, 2009.

DOSHI, J; RENEKER, D. H. Electrospinning process and applications of electrospun fibers. Journal of Eletrostatics, Amsterdam, v. 35, n. 2-3, p. 151-160, 1995.

FONG, H.; CHUN, I.; RENEKER, D. H. **Beaded nanofibers formed during electrospinning**. Polymer, Oxford, v. 40, n. 16, p. 4585-4592, 1999

LI, D; XIA,Y. Direct fabrications of composite and ceramic hollow nanofibers by electrospinning. Polymer, Oxford, v.40, n.16, p.4585-4592, 1999.

MAHE, R. Etude structurale du metaniobate de plomb rhomboedrique. II. Positions des atomes. Bulletin de la Societe Chimique de France, p.1879-1884, 1967.

MCKEE, M. G.; WILKES, G. L.; COLBY, R. H.; LONG, T. E. Correlations of solution rheology with electrospun fiber formation of linear and branched polyesters. Macromolecules, Washington, v. 37, n. 5, p. 1760-1767, 2004.

MEDEIROS, E.S.; GLENN, G.M.; KLAMCZNSKI, A.P.; ORTS, W.J.; MATTOSO, L.H.C. Solution Blow Spinning: A new method to produce micro- and nanofibers from polymer solutions. Journal of Applied Polymer Science, v. 113, p. 2322-2330, 2009.

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

SARAVANAN, L.; DIWAKAR, S.; MOHANKUMAR, R.; PANDURANGAN, A.; JAYAVEL, R. Synthesis, structural and optical properties of PVP encapsulated CdS nanoparticles. Nanomater. Nanotechnol., v.1, n.2, pp.42-48, 2011.

WANNATONG, L.; SIRIVAT, A.; SUPAPHOL, P. Effects of solvents on electrospun polymeric fibers: preliminary study on polystyrene. Polymer International, Sussex, v. 53, n. 11, p. 1851-1859, 2004.

.....

Artigo recebido para avaliação em 11/10/2015 e aceito para publicação em 22/12/2015.