

República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) PI 1005623-8 A2



(22) Data de Depósito: 14/12/2010
(43) Data da Publicação: 09/04/2013
(RPI 2205)

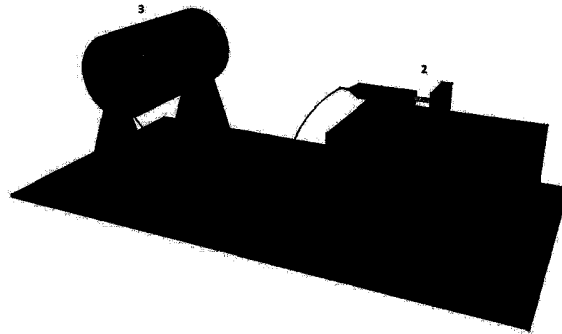
(51) Int.Cl.:
B82Y 40/00
B29C 47/08
D04H 5/08

(54) Título: EQUIPAMENTO E MÉTODO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS E O NÃO-TECIDO OBTIDO

(73) Titular(es): Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRGS

(72) Inventor(es): Annelise Kopp Alves, Carlos Pérez Bergmann, Felipe Amorim Berutti

(57) Resumo: EQUIPAMENTO E MÉTODO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS E O NÃO-TECIDO OBTIDO. A presente invenção é dirigida a um equipamento para obtenção de fibras nanoestruturadas alinhadas de material polimérico, cerâmico ou compósito destes, através do processo de electrospinning e de um coletor especialmente projetado para que as fibras sejam alinhadas, O presente invento também revela o método para produção dessas fibras, bem como o não-tecido oriundo desse equipamento e do processo realizado pelo mesmo.



EQUIPAMENTO E MÉTODO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS E O NÃO-TECIDO OBTIDO

Campo da invenção

A presente invenção é dirigida a um equipamento para obtenção de fibras nanoestruturadas, através do processo de *electrospinning* adaptado para este equipamento, feitas de material polimérico, cerâmico ou de um compósito destes, cuja orientação das fibras obtidas é alinhada, permitindo, portanto, uma melhor orientação das propriedades dos materiais criados. Revela-se, outrossim, através do presente invento, um método para obtenção das fibras nanoestruturadas por meio do uso de dito equipamento, assim como um não-tecido feito por ditas fibras.

Em particular, a invenção é dirigida a um equipamento de construção simples para obtenção de fibras nanoestruturadas feitas dos materiais acima mencionados, de tal forma que sua obtenção de se de forma alinhada, o que agrega diversas vantagens ao não-tecido obtido.

Estado da técnica

Fibras nanoestruturadas são fibras de material polimérico, cerâmico ou compósito, com diâmetro inferior a 500 nanômetros, mas que apresentam em sua estrutura cristalitos com 50 nanômetros ou menos. Essas fibras tem grande aplicação no campo tecnológico-industrial, haja vista que com a mesmas passou-se a fabricar o que atualmente é chamado de não-tecidos, produto este que ganhou destaque especial nos nichos referentes à engenharia tecidual, fabricação de sensores, sistemas de filtração, e, mais recentemente, no campo de produtos para liberação controlada de fármacos.

As fibras nanoestruturadas são obtidas através de um processo chamado de *electrospinning* ou eletrofiação. O *electrospinning* para produção de fibras nanoestruturadas pode ser concebido da seguinte forma: um fluído polimérico

fundido ou em solução é forçado através de um capilar/agulha, ao qual está ligado um dispositivo que fornece uma voltagem específica, sendo este mesmo dispositivo ligado ao equipamento chamado coletor (normalmente um chapa ou tela metálica), localizado próximo ao capilar, aterrado eletricamente. A tensão eletrostática criada na superfície da gota do fluido polimérico que está na saída do capilar supera a tensão superficial da mesma, ocasionando no estiramento do polímero e na obtenção de fibras de dimensões nanométricas, as quais serão coletadas pelo coletor de forma aleatória.

Os dispositivos coletores usualmente utilizados nos equipamentos de *electrospinning* são formados por uma chapa, tela metálica ou um cilindro rotativo de baixa ou normal rotação.

Tradicionalmente, os equipamentos desenvolvidos para obtenção de fibras nanoestruturadas através do processo de *electrospinning*, como revelam as patentes norte-americanas US20020089094, US20040094873, US20090189318 e US20050287239, permitem a produção de mantas poliméricas compostas por fibras nanoestruturadas aleatoriamente orientadas, sob um substrato posicionado em frente ao sistema coletor.

Até então os equipamentos desenvolvidos para contemplarem o processo de *electrospinning* utilizavam fibras poliméricas apenas, fabricadas usualmente a partir de um líquido composto por um solvente (água, etanol, clorofórmio, entre outros), um polímero disperso neste líquido (polivinilálcool-PVA, polivinilpirrolidona-PVP, polivinilbutiral-PVB, poliuretano-PU, entre muitos outros). Uma lista não exaustiva de compostos poliméricos que podem ser utilizados pode ser vista na patente norte-americana US20020090725.

Não obstante, recentemente através do processo de *electrospinning* também

foi possível obter fibras nanoestruturadas cerâmicas aleatoriamente orientadas. Tais fibras são produzidas de maneira semelhante às fibras poliméricas, mas neste caso adiciona-se ainda um sal orgânico ou inorgânico à composição, contendo íons capazes de gerar, após o devido tratamento térmico, fibras cerâmicas usualmente na forma de óxidos. A patente norte-americana US20100075835 já nos revelou fibras cerâmicas produzidas dessa maneira.

Não obstante este fértil estado da técnica, até o presente momento não fora revelado equipamento e método para produção de fibras nanoestruturadas, poliméricas ou cerâmicas através do processo de *electrospinning*, cuja orientação das fibras fosse alinhada. A coleta aleatória de fibras reveladas pelo estado da técnica impede que o usuário do equipamento controle integralmente a morfologia do material formado. Ademais, essa forma randômica pela qual o material composto pelas fibras nanoestruturadas é originado faz com que os não-tecidos obtidos possuam algumas falhas, geradas pelas sobreposições e entrelaçamentos dos fios, o que geram contos e espaços vazados indesejados nos não-tecidos resultantes.

Descrição resumida da invenção

A invenção em tela é dirigida a um equipamento de obtenção de fibras nanoestruturadas, por meio do processo de *electrospinning*, capaz de obter fibras ordenadas de forma alinhada, permitindo ao usuário o controle da morfologia do material formado. O presente invento permite que sejam usadas fibras poliméricas, cerâmicas, ou até mesmo um compósito destas.

É também objeto desta invenção um método para obtenção de fibras nanoestruturadas, feitas dos compostos acima citados, ordenadas de forma alinhada e como distintas propriedades. O não-tecido oriundo dessa ordenação alinhada de fibras nanoestruturadas também é objeto do presente invento, haja vista suas

características diferenciadas.

O estado da técnica revelou diversos equipamentos e processos para obtenção de fibras poliméricas ou cerâmicas através de *electrospinning*, mas destas anterioridade nenhuma apresentou um sistema coletor das fibras produzidas capaz de ordenar as mesmas de forma alinhada conforme é proposto no presente invento. Destaque-se que a forma aleatória de coleta das fibras nanoestruturadas não permitia que o usuário da máquina escolhesse a morfologia do material produzido, o que a presente invenção tratou de permitir.

Ademais, o material oriundo da coleta controlada e alinhada das fibras poliméricas, cerâmicas ou de um compósito dessas possui melhor condutividade elétrica e resistência mecânica, diferente daquele material coletado de forma randômica contido no estado da técnica.

Tais vantagens alcançadas pelo presente invento resultam de diversos fatores novos revelados nesta patente, dentre eles destacam-se a configuração diferenciada do equipamento em tela, o qual é composto por um dispositivo coletor giratório cilíndrico que realiza um movimento rotativo contínuo em uma faixa de velocidade específica, o que permite o controle das fibras obtidas.

Outro fator importante para a obtenção de fibras nanoestruturadas poliméricas ou cerâmicas é o controle da vazão do material ejetado pelo capilar, cuja viscosidade também deverá ser controlada a patamares revelados neste invento. No caso específico de fibras cerâmicas, outro fator ganhou destacada atenção pela invenção ora apresentada - a condutividade elétrica destas composições, a qual também deverá respeitar alguns parâmetros estudados e ora revelados.

Por fim, a presente invenção também permitirá a obtenção de fibras nanoestruturadas alinhadas feitas de um compósito de materiais poliméricos e

cerâmicos. Devemos destacar, novamente, que a obtenção de não-tecidos feitos por processo de *electrospinning* com as fibras ordenadas de forma alinhada nunca antes fora revelada.

Descrição do desenho

5 A figura 1 ilustra o equipamento ora revelado, onde é possível visualizar o sistema que fornece a voltagem de alta tensão (1), ligado ao dispositivo de controle de vazão e um capilar (2), bem como ao dispositivo coletor rotativo em formato cilíndrico (3), ligado ao terra do sistema elétrico.

Descrição detalhada da invenção

10 O equipamento objeto da presente invenção, conforme pode ser observado de forma não restritiva pela figura 1, é composto essencialmente por 3 dispositivos principais: um dispositivo de controle e fornecimento de alta tensão (1), o qual é ligado a um capilar localizado na ponta do dispositivo de controle de vazão (2) do composto a ser ejetado e, por fim, por um dispositivo coletor (3) aterrado
15 eletricamente, como terra do dispositivo que fornece e controla a alta tensão (1).

 Os dispositivos (1) e (2) são conhecidos do estado da técnica, haja vista que a grande maioria dos equipamentos de *electrospinning*, conforme delineado pelas patentes apontadas acima, são dotados de um mecanismo fornecedor de alta tensão e de outro dispositivo para controlar e fornecer o composto a ser transformado em
20 fibras nanoestruturadas. Todavia, o dispositivo coletor do presente invento é dotada de total novidade e atividade inventiva frente ao estado da técnica, razão pela qual o mesmo será melhor descrito a seguir.

 Nesse sentido, o dispositivo coletor (3) do presente invento deve ser formado por um cilindro rotativo feito de metal ou de ligas metálicas, que deve ser conectado
25 ao terra do sistema elétrico do presente equipamento de *electrospinning*,

consubstanciado pelo dispositivo (1). Esse dispositivo coletor (3) deve ser instalado a uma distância de 5 a 25cm da ponta do capilar localizado no final do dispositivo de controle de vazão (2), e preferencialmente a uma distância de 10 a 20cm, ou ainda mais preferencialmente a uma distância de 20cm.

5 Com o advento deste dispositivo coletor cilíndrico rotativo (3), permitiu-se a obtenção de fibras nanoestruturadas de forma alinhada, e não mais aleatória como os dispositivos do estado da técnica o faziam. Não obstante, essa forma alinhada pela qual as fibras são coletadas está intimamente ligada ao movimento rotativo contínuo e ininterrupto que o dispositivo coletor (3) foi projetado para executar, que
10 deve ser realizado a uma velocidade igual ou maior que 200 rpm. Coletores estáticos ou que movimentam-se a uma velocidade abaixo deste limite produzem fibras orientadas aleatoriamente, sujeitas a todas aquelas deficiências apontadas anteriormente.

O processo de obtenção de fibras nanoestruturadas alinhadas por meio do
15 *electrospinning*, realizado pelo equipamento ora revelado, também depende do controle do fluxo do material ejetado, feito pelo dispositivo (2). Este material deve, primeiramente, estar na forma fluída, com viscosidade entre 180 e 220 cP, preferencialmente mais próxima de 200 cP.

O material a ser ejetado pelo dispositivo (2) pode ser feito de material
20 polimérico, cerâmico ou um composto desses materiais. Para o caso de materiais que possuam sais, no que refere-se aos materiais cerâmicos ou aos compostos que possuam estes, a condutividade elétrica dos mesmos deve ser inferior à 500 μ S.

Em qualquer um dos casos a velocidade de fluxo ideal para a obtenção de
25 fibras alinhadas deve ficar entre 2,3 e 2,6 mL/h, ou, mais preferencialmente de no máximo 2,5mL/h.

Uma vez coletado o material deste processo, obtém-se um não-tecido caracterizado por ser formado por fibras nanoestruturadas alinhadas, feito de material polimérico ou cerâmico ou ainda de um compósito destes. Portanto, alcançou-se com este invento um produto não-tecido com morfologia controlada, com maior resistência mecânica e maior condutividade, se assim desejado, ausente dos defeitos oriundos da sobreposição e/ou entrelaçamento dos fios coletados.

Para fins de aferição das vantagens ora reveladas, fora realizado um primeiro teste do presente equipamento e do seu processo, o qual segue descrito abaixo.

Exemplo 1

Para este primeiro exemplo fora utilizados 2,5 mL de propóxido de titânio, os quais foram misturados com 2,0 mL de ácido acético glacial. Deixou-se essa mistura em repouso por 15 minutos em local escuro para completar a reação de hidrólise do sal orgânico. Após o repouso, foram adicionados 5mL de solução alcoólica 10% em peso de polivinilpirrolidona, posteriormente deixando esta solução em repouso por 24 horas em local escuro.

Passado o período de repouso, inicia-se o processo de *electrospinning*, utilizando o equipamento ora revelado. Para a formação das fibras orientadas, utilizou-se um capilar com 1,0 mm de diâmetro, uma tensão de 1,0kV/cm e um coletor rotativo com rotação contínua de aproximadamente 200 rpm. O tempo de coleta médio das fibras é de 30 minutos. A vazão do fluido foi de até 2,5 mL/h.

Após a coleta, o material obtido na forma de um não-tecido constituído por fibras alinhadas é seco ao ar por 24 horas e após tratado termicamente em um forno de resistência elétrica. Utilizou-se como parâmetro típico: uma taxa de aquecimento de 1,4°C/min, temperatura de 650°C permanecendo nesta temperatura por 3 horas.

Após o tratamento térmico, obteve-se um não-tecido de óxido de titânio constituído

por fibras alinhadas, conforme desejado.

Deve ficar evidente aos conhecedores da técnica que a presente invenção pode ser configurada de muitas outras formas específicas sem apartar-se do espírito ou do escopo da invenção. Particularmente, deve-se compreender que a invenção
5 pode ser configurada nas formas descritas.

Portanto, os exemplos e configurações presentes devem ser considerados como ilustrativos e não restritivos, e a invenção não deve ser limitada aos detalhes fornecidos neste documento, mas podem ser modificados dentro do escopo e equivalência das reivindicações anexas.

REIVINDICAÇÕES

1. “EQUIPAMENTO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS”

capacitado para o processo de *electrospinning* **caracterizado** por ser composto por um um dispositivo de controle e fornecimento de alta tensão (1), um dispositivo de controle de vazão dotado de um capilar (2) e por um dispositivo coletor (3) aterrado eletricamente, de formato cilíndrico, feito de metais ou ligas metálicas, capacitado para rotacionar continuamente e a uma velocidade alta e por utilizar materiais poliméricos ou cerâmicos ou compósitos destes últimos para a obtenção de fibras nanoestruturadas de forma alinhada.

2. “EQUIPAMENTO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS” de acordo com a reivindicação 1 **caracterizado** pelo dispositivo coletor (3) ser instalado a uma distância de 5 a 25cm da ponta do capilar localizado no dispositivo de controle de vazão (2).

3. “EQUIPAMENTO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS” de acordo com a reivindicação 1 **caracterizado** pelo dispositivo coletor (3) ser instalado preferencialmente a uma distância de 10 a 20cm da ponta do capilar localizado no dispositivo de controle de vazão (2).

4. “EQUIPAMENTO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS” de acordo com a reivindicação 1 **caracterizado** pelo dispositivo coletor (3) ser instalado mais preferencialmente a uma distância de 20cm da ponta do capilar localizado no dispositivo de controle de vazão (2).

5. “EQUIPAMENTO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS” de acordo com as reivindicações anteriores **caracterizado** pelo dispositivo coletor (3) ser capaz de rotacionar continuamente a uma velocidade igual ou maior a 200 rpm.

6. “EQUIPAMENTO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS”

capacitado para o processo de *electrospinning* **caracterizado** por produzir fibras nanoestruturadas de forma controlada alinhada, feitas de material polimérico.

7. “EQUIPAMENTO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS”

capacitado para o processo de *electrospinning* **caracterizado** por produzir fibras nanoestruturadas de forma controlada alinhada, feitas de material cerâmico.

8. “EQUIPAMENTO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS”

capacitado para o processo de *electrospinning* **caracterizado** por produzir fibras nanoestruturadas de forma controlada alinhada, feitas de um compósito de materiais poliméricos e cerâmicos.

9. “PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS”

baseado essencialmente no processo de *electrospinning* **caracterizado** por possuir as seguintes etapas:

a) preparar o material polimérico, formado por um solvente e um polímero disperso no solvente, deixando o mesmo na forma de fluido com uma viscosidade entre 180 e 220 cP;

b) alimentar o dispositivo de controle de vazão (2) com o material polimérico produzido;

c) ligar o dispositivo de controle e fornecimento de alta tensão (1), que estará ligado ao capilar do dispositivo (2), e que utilizará o dispositivo coletor (3) como terra para o sistema elétrico criado pelo mesmo;

d) rotacionar o dispositivo coletor (3) a uma velocidade igual ou superior a 200 rpm de forma contínua e ininterrupta;

d) ejetar o fluido do dispositivo (2) por meio do capilar a uma velocidade de fluxo de 2,3 a 2,6 mL/h;

e) coletar o não-tecido gerado pelas fibras nanoestruturadas alinhadas

preso ao dispositivo coletor (3).

5 **10. “PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS”** de acordo com a reivindicação 9, **caracterizado** por utilizar um material cerâmico ao invés de um material polimérico como fluido, controlando para que a condutividade elétrica do material a ser ejetado seja inferior a 500 μ S.

10 **11. “PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS”** de acordo com a reivindicação 9, **caracterizado** por utilizar ao um compósito de materiais poliméricos e cerâmicos ao invés de um material polimérico como fluido, controlando para que a condutividade elétrica do material a ser ejetado seja inferior a 500 μ S.

12. “PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS” de acordo com as reivindicações 9 a 11, **caracterizado** pela viscosidade do fluido a ser ejetado pelo dispositivo (2) ser preferencialmente de 200cP.

15 **13. “PROCESSO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS NANOESTRUTURADAS”** de acordo com as reivindicação 9, **caracterizado** pela velocidade do fluxo do fluido ejetado pelo dispositivo (2) ser preferencialmente de até 2,5mL/h.

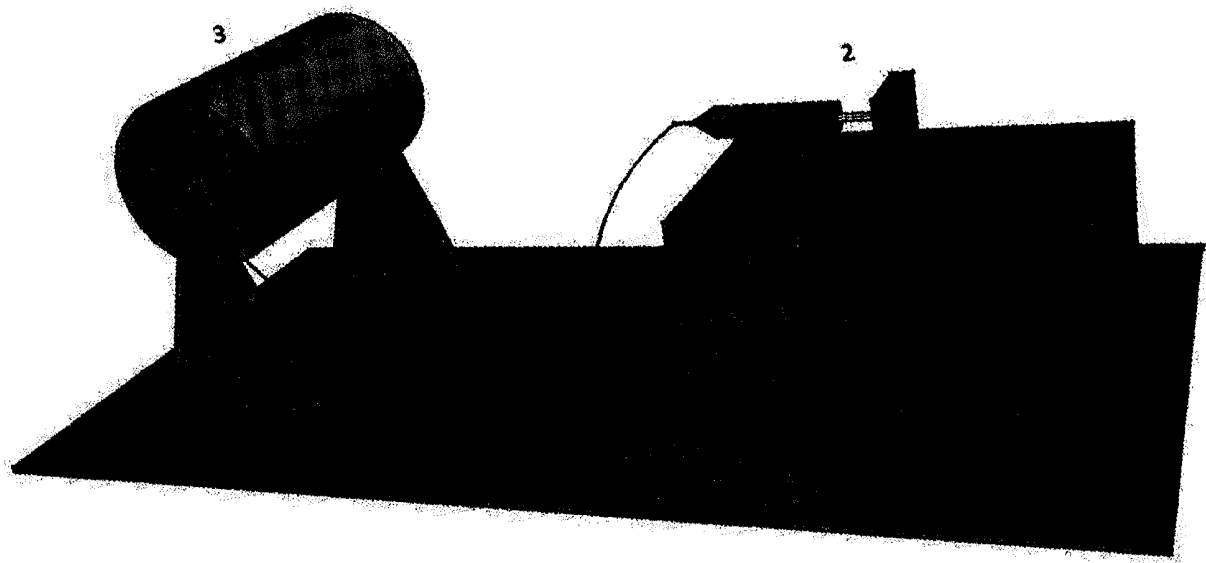
14. “NÃO-TECIDO” **caracterizado** por ser formado por fibras nanoestruturadas alinhadas de material polimérico e por sua morfologia poder ser controlada pelo usuário do equipamento que produz o mesmo.

20 **15. “NÃO-TECIDO”** de acordo com a reivindicação 14 **caracterizado** pelo material que o compõe ser um material cerâmico ao invés de polimérico.

16. “NÃO-TECIDO” de acordo com a reivindicação 14 **caracterizado** pelo material que o compõe ser um compósito de materiais poliméricos e cerâmicos ao invés de apenas polimérico.

1/1

Figura 1



RESUMO**EQUIPAMENTO E MÉTODO PARA OBTENÇÃO DE FIBRAS****NANOESTRUTURADAS E O NÃO-TECIDO OBTIDO**

A presente invenção é dirigida a um equipamento para obtenção de fibras nanoestruturadas alinhadas de material polimérico, cerâmico ou compósito destes, 5 através do processo de *electrospinning* e de um coletor especialmente projetado para que as fibras sejam alinhadas. O presente invento também revela o método para produção dessas fibras, bem como o não-tecido oriundo desse equipamento e do processo realizado pelo mesmo.