

Universidade Do Vale Do Paraíba (UNIVAP)
Instituto De Pesquisa E Desenvolvimento (IP&D)
Programa De Pós-Graduação Em Engenharia Biomédica (PPGEB)

Daniele Cristina da Silva

Produção e caracterização de não tecidos eletrofiados contendo nanopartículas em sua estrutura visando propriedades microbicidas

São José dos Campos, SP
2022

Daniele Cristina da Silva

Produção e caracterização de não tecidos eletrofiados contendo nanopartículas em sua estrutura visando propriedades microbicidas.

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Biomédica da Universidade do Vale do Paraíba para obtenção do título de Mestra em Engenharia Biomédica

Orientadora: Prof^ª. Dr^ª. Lucia Vieira

São José dos Campos, SP
2022

TERMO DE AUTORIZAÇÃO DE DIVULGAÇÃO DA OBRA

Ficha catalográfica

Silva, Daniele Cristina da
Produção e caracterização de não tecidos eletrofiados
contendo nanopartículas em sua estrutura visando propriedades
microbicidas / Daniele Cristina da Silva; orientadora, Lucia
Vieira. - São José dos Campos, SP, 95.
1 CD-ROM, 2022 p.

Dissertação (Mestrado Acadêmico) - Universidade do Vale do
Paraíba, São José dos Campos. Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Biomédica.

Inclui referências


1. Engenharia Biomédica. 2. Não tecido eletrofiado. 3.
nanopartícula. 4. propriedade bactericida. I. Vieira, Lucia ,
orient. II. Universidade do Vale do Paraíba. Programa de
Pós-Graduação em Engenharia Biomédica. III. Título.

Eu, Daniele Cristina da Silva, autor(a) da obra acima referenciada:

Autorizo a divulgação total ou parcial da obra impressa, digital ou fixada em
outro tipo de mídia, bem como, a sua reprodução total ou parcial, devendo o
usuário da reprodução atribuir os créditos ao autor da obra, citando a fonte.

Declaro, para todos os fins e efeitos de direito, que o Trabalho foi elaborado
respeitando os princípios da moral e da ética e não violou qualquer direito de
propriedade intelectual sob pena de responder civil, criminal, ética e
profissionalmente por meus atos.

São José dos Campos, 16 de Novembro de 2022.



Autor(a) da Obra

Data da defesa: 03 / 04 / 2022

DANIELE CRISTINA DA SILVA

“PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NÃO TECIDOS ELETROFIADOS CONTENDO NANOPARTÍCULAS EM SUA ESTRUTURA VISANDO PROPRIEDADES MICROBICIDAS”.

Dissertação aprovada como requisito parcial à obtenção do grau de Mestre, do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Biomédica, do Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento da Universidade do Vale do Paraíba - Univap, pela seguinte banca examinadora:

PROF.ª DR.ª ANDREZA RIBEIRO SIMIONI 

PROF.ª DR.ª LÚCIA VIEIRA 

PROF.ª DR.ª KUMIKO KOIBUCHI SAKANE 

PROF.ª DR.ª RITA DE CÁSSIA MENDONÇA SALES - FATEC 

PROF. DR. ADRIANO AGUIAR MENDES – UNIFAL 

Prof.ª Dr.ª Lúcia Vieira

Diretora do IP&D – Univap

São José dos Campos, 01 de abril 2022.

DEDICATÓRIA

Dedico, em especial, a minha orientadora Lucia Vieira. Mulher assídua e responsável com todas as suas obrigações e deveres. Apesar de uma rotina acelerada, ela não esquece a visão holística de cada aluno e funcionário da instituição. Você é a referência de humildade e persistência por toda a minha trajetória.

Dedico aos meus pais Edivan da Silva, Marli Lopes da Silva e irmão Marcos Paulo da Silva. Com eterna gratidão por todo apoio, estrutura e carinho, sem os quais não seria possível percorrer nem mesmo metade do caminho que me fez realizar mais um sonho.

Aos meus avôs José Theodoro Lopes e Ovídio Augusto da Silva, avó Vicentina de Jesus Silva, tios Sebastião Augusto da Silva, José Edésio da Silva e Marcelino Motta. Todos *in memoriam*.

A família de Adriano Mendes Aguiar.

Aos meus amigos e companheiros dessa jornada.

Dedico essa dissertação de mestrado à todas as pessoas que eu conheci nesse período, cada uma me mostrou algo novo e importante.

Aos membros do laboratório Nanotecplasma.

Ao corpo de funcionários da Universidade do Vale do Paraíba.

As vítimas da COVID-19.

AGRADECIMENTOS

O trabalho de mestrado é uma viagem, longa e questionável. Inclui uma trajetória permeada por desafios, incertezas, alegrias e muitos percalços pelo caminho, reúne contributos de várias pessoas, indispensáveis para encontrar o melhor rumo em cada momento. Descrevo neste espaço os meus mais sinceros agradecimentos.

À equipe do laboratório Nanotecplasma por toda paciência em esclarecer minhas dúvidas sobre os materiais, pela colaboração durante a pesquisa toda, troca de ideias, suporte no decorrer dessa fase, pelas trocas de experiências e apoio.

Impossível não mencionar a minha orientadora, verdadeira inspiração para criar coragem e aprender eletrofiação. Um tema difícil aos olhos de uma enfermeira. Lucia, obrigada por cada reunião, chamadas no *zoom* e não aceitar desistir de um tema relevante para a sociedade contemporânea.

Aos membros da banca examinadora, que tão gentilmente aceitaram participar e colaborar com esta dissertação.

A todos os professores de graduação e mestrado, pelos conhecimentos e competências que me transmitiram ao longo deste percurso acadêmico, que culminaram na elaboração desta dissertação.

Aos meus pais Edivan da Silva e Marli Lopes da Silva, irmão Marcos Paulo da Silva que muitas vezes se doaram e renunciaram aos seus sonhos, para que eu pudesse realizar os meus. Tudo que consegui só foi possível graças ao amor, apoio e dedicação que vocês sempre tiveram por mim. Sempre me ensinaram agir com respeito, simplicidade, dignidade, honestidade e amor ao próximo.

À minha família, sinônimo de amor e união. Obrigada por acreditar no meu sonho e sempre me motivar a seguir em frente. É muito bom saber que posso contar com vocês em todos os momentos. Vocês nunca me deixaram sozinha, apenas aceitaram deixar a filha seguir o caminho.

Aos meus vizinhos André Mendes Aguiar e Adriano Mendes Aguiar. Vocês são fonte de inspiração para nunca desistir daquilo que almejamos. Além de honrar a família e estar sempre presente, mesmo que em cidades diferentes.

Aos amigos que compreenderam o meu momento mais introspectivo para a conclusão do mestrado. Grata pelo apoio, ombro amigo, risadas, pagode e momentos de partilha.

Ao José Ronaldo, Luís Renato de Almeida e Júlio Cesar Balduino por transmitir a alegria e apoio ao meu pai.

Agradeço a minha psicóloga e meu psiquiatra. Minha eterna gratidão por me fortalecer e acreditar em meu potencial.

A todos que colaboraram direta ou indiretamente no desenvolvimento deste trabalho.

À Fundação Valeparaibana de Ensino pela concessão da bolsa institucional.

Ao Instituto de Pesquisas Espaciais (INPE), Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP) e Universidade do Vale do Paraíba (UNIVAP) que gentilmente concedeu as análises das amostras em sua respectiva instituição.

À Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) pela doação de partículas de Biovidro. Ao Instituto Granado de Tecnologia da Poliacrilonitrila (IGTPAN) pelo reconhecimento profissional e confiança.

Ao Prof. Dr. Newton Soares da Silva por sua cooperação e ajuda com a realização dos ensaios biológicos.

RESUMO

A nanotecnologia vem se destacando como uma alternativa no aprimoramento de materiais médicos, cirúrgicos e equipamentos de segurança na área de saúde. O objetivo desse trabalho foi produzir um material não tecido, eletrofiado com e sem nanopartículas de Prata, Biovidro e diamante para avaliar a eficácia com propriedades bactericida, testados em *Staphylococcus aureus*. Para o preparo dos não-tecidos foi utilizada a solução de Poliacrilonitrila (PAN) com massa molecular de $53,06 \text{ g/mol}^{-1}$ dispersa em Dimetilformamida (DMF) na concentração de $0,07 \text{ g/L}$. Para o preparo destas soluções com nanopartículas foi utilizado uma concentração de $2,5 \text{ g/L}$ das nanopartículas dispersas na solução base de PAN+DMF. Após a identificação de cada frasco, as soluções ficaram no ultrassom por 40 minutos foram armazenadas em geladeira à 8°C . A solução a ser eletrofiada foi acondicionada em uma seringa de vidro de 3 mL contendo uma agulha de metal calibre 19. O aparato de eletrofiação foi composto por uma fonte de potência com 12 KV, utilizada para aplicar a diferença de potencial entre a ponta da agulha e a placa coletora. A placa coletora foi posicionada 11,5 cm de distância da ponta da agulha. Um sistema de bomba foi utilizado para pressurizar o embolo da seringa a uma velocidade de 2 mL/h , a atmosfera ambiente foi controlada com umidade de 35% e a temperatura de $25,9^\circ\text{C}$. Após o processo de eletrofiação as amostras foram para um forno com atmosfera controlada de gás nitrogênio para o processo de oxidação na temperatura de 235°C . Nas análises dos resultados de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia Raman e análise térmica provaram ser técnicas efetivas para estudar a evolução estrutural das fibras durante a estabilização, conforme a literatura. Neste trabalho foram utilizadas técnicas de análise complementares como o teste de rugosidade, o teste de molhabilidade, demonstrando propriedades de molhabilidade e baixos valores de rugosidade, visando aplicações da fibra em filtros de máscara respiratória. Por fim, pode-se concluir a eficiência dos não tecidos com nanopartículas de nanodiamante apresentaram o melhor resultado estatístico com significância de 4 dígitos $p < 0,0001$, representado por “*”, todas as amostras eletrofiadas com e sem nanopartículas foram eficientes no combate da bactéria *Staphylococcus aureus* indicando propriedades bactericidas com diferentes níveis de significância estatística.

Palavras-Chave: Não tecido eletrofiado; nanopartícula; propriedade bactericida.

Production and characterization of electrospun nonwovens containing nanoparticles in their structure aiming at microbicidal properties

ABSTRACT

Nanotechnology has been standing out as an alternative in the improvement of medical, specialized materials and safety equipment in the health area. The objective of this was to produce a non-woven material, electrospun with and without Silver, Bioglass and Diamond nanoparticles to evaluate an attempt with bactericidal properties, tested on *Staphylococcus aureus*. For the preparation of non-woven fabrics, a Polyacrylonitrile (PAN) solution with a molecular mass of $53.06 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$ of dispersion in Dimethylformamide (DMF) at a concentration of 0.07 g/L was used. To prepare solutions with nanoparticles, a concentration of 2.5 g/L of the nanoparticles dispersions in the base solution of PAN+DMF was used. After bottle identification, the solutions were not projected by identification every 40 minutes, they were projected in a bottle at 8°C . The solution to be electrospun was conditioned in a 3 mL glass syringe containing a 19 gauge metal needle, collecting plate. The collection plate was positioned 11.5 cm away from the needle tip. A pump system was used to pressurize the syringe or plunger at a speed of 2 mL/h , the atmosphere was controlled with a humidity of 35% and a temperature of 25.9°C . After the oven control process controlled at temperature temperature of 23°C . In the measurement techniques of infrared spectroscopy with Fourier transform, scanning electron microscopy and thermal analysis Raman spectroscopy analysis proved to be effective techniques to study structural stabilization, going against the literature. In this work, complementary analysis techniques were used, such as the roughness test, the wettability test, demonstrating wettability properties and low roughness values, for fiber applications in filters. Finally, it is possible with efficient efficient nanoarticulations of non-wovens to present the best statistical result with significance of 4 efficient numbers, through efficient nanoarticulations, $p < 0.0001$, the electronic samples $p < 0.0001$, efficient through of combating the nanoarticulation *Staphylococcus aureus* indicating bactericidal properties with different levels of statistical significance.

Keywords: Electrospun nonwoven; nanoparticle; bactericidal property.

LISTA DE FIGURAS

Figura 01 - Cone de Taylor formado entre a ponta da agulha de eletrofição e o aparato de coleta do material eletrificado.	15
Figura 02 – Fatores de Influência na Eletrofição.....	22
Figura 03 – Fórmula Estrutural da Poliacrilonitrila (PAN).....	24
Figura 04 – Esquema ilustrativo da reação de ciclização da PAN.....	25
Figura 05 – Ilustração esquemática em cores dos diferentes mecanismos de ação antimicrobiana das nanopartículas de Prata.....	28
Figura 06 – Equipamentos Utilizados na Elaboração de Não Tecidos	38
Figura 07 – Forno EDGCON 5P 1800	39
Figura 08 – Amostras utilizadas no experimento foram: (a) nanofibras do polímero PAN; (b) nanofibras do polímero PAN+DM; (c) nanofibras do polímero PAN+Ag; (d) nanofibras do polímero PAN+BV	40
Figura 09 – Equipamento para análise de FTIR Spectrum 400.....	41
Figura 10 – Análise de FTIR na identificação bandas de Si-O-Si e bandas de P-O.	42
Figura 11 – Aparelho modelo MA 10 + EDX INCA Oxford para análise do M.E.V.....	43
Figura 12 – Na Figura (a) Número de onda das ligações grafíticas e em (b) Carbono grafítico.	44
Figura 13 – Representação esquemática da amorfização da fase grafite.	44
Figura 14 – Fotografia de grade (tela) utilizada para suporte de amostras do MET.	45
Figura 15 – Fotografia do Perfilometro ótico marca WYKO modelo NT 1000 utilizado para análise da topografia e medições de rugosidade.....	46
Figura 16 -Equipamento Netzsch STA 449 F3 Jupiter.	48
Figura 17 – Cadinho usado para a análise térmica	48
Figura 18 - Placa de 96 poços para meio de cultura com a organização dos grupos	50
Figura 19 - Comportamento do Fluido na Superfície Através da Medição do Ângulo de Contato.	53
Figura 20 - Medição do Ângulo de Contato a Partir da Tangente da Superfície do Líquido a Partir da Superfície Horizontal	53
Figura 21 - Aparelho Kruss DAS 100.	54
Figura 22 - Fatores que influenciam na medida do ângulo de contato.....	54
Figura 23 - Imagens de nanofibra de polímero PAN oxidada com e sem Nanopartículas.	55
Figura 24 - Fotomicrografia adquirida por Microscopia Eletrônica de Transmissão das Nanofibras PAN Pura (a), nanofibra de polímero PAN Prata (b, c), nanofibra de polímero PAN Diamante (d), nanofibra de polímero PAN Biovidro (e).....	57
Figura 25 - Resultado da medição de rugosidade da amostra do nanofibras polímero de PAN, PAN + Prata, PAN + Diamante, PAN + Biovidro, PAN oxidada, PAN Não oxidada. Os resultados de rugosidade Ra correspondem as áreas 229 μm x 231 μm	58
Figura 26 - Espectros Raman da PAN com e sem nanodiamante comparado aos cristais de nanodiamante e diamante monocristalino.	61
Figura 27 - Espectros Raman da nanofibra de polímero PAN com e sem Biovidro.....	63
Figura 28 - Gráficos de transmitância (%) x número de onda (cm^{-1}) da amostra de nanofibra de polímero PAN, nanofibra de polímero PAN + Prata, nanofibra de polímero PAN + Diamante, nanofibra de polímero PAN + Biovidro, nanofibra de polímero PAN oxidada, nanofibra de polímero PAN não oxidada.	64
Figura 29 - Calorimetria Exploratório Diferencial da nanofibra de polímero PAN Pura oxidada	67

Figura 30- Calorimetria Exploratório Diferencial da nanofibra de polímero PAN + Prata oxidada.....	68
Figura 31- Calorimetria Exploratório Diferencial da nanofibra de polímero PAN + Biovidro.	700
Figura 32- Calorimetria Exploratório Diferencial da nanofibra de polímero PAN + Diamante.	711
Figura 33- Comparação entre os resultados de TG.	733
Figura 34- Comparação entre os resultados de DSC.....	745
Figura 35- Capacidade Bactericida das nanofibras de polímero PAN, Diamante, Prata, Biovidro com e sem a oxidação.....	777

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Correlação entre a Densidade Optica (DO) e as Unidades Formadoras de Colônia (UFC) da bactéria S. aureus.....	51
Tabela 2- Medição de Rugosidade	60
Tabela 3- Análise de Raman das Funções Química da Nanodiamante.	62
Tabela 4- Análise de FTIR das Funções Química.	65
Tabela 05- TG e DSC da nanofibra de polímero PAN Pura oxidada.....	68
Tabela 06- Calorimetria Exploratório Diferencial da nanofibra de polímero PAN + Prata oxidada.....	69
Tabela 07- Calorimetria Exploratório Diferencial da nanofibra de polímero PAN + Biovidro.	71
Tabela 08- Calorimetria Exploratório Diferencial da nanofibra de polímero PAN + Diamante oxidada.....	72
Tabela 09- Valor médio do ângulo e desvio padrão das amostras.	75

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

μ	Micro
μm	Micromilímetro
μV	Microvolts
ABNT – NBR	Associação Brasileira de Normas Técnicas - Norma Brasileira
Ag	Prata
AgNPs	Nanopartículas de Prata
ATR	Reflectância Total Atenuada
B	Boro
<i>B. subtilis</i>	<i>Bacillus subtilis</i>
BAG	Vidro Bioativo
BV	Biovidro
C	Carbono
Ca	Cálcio
CCD	Câmara Convencional e Câmera Digita
Cl	Cloro
CLM	Central de Laboratórios Multiusuários
Cm	Centímetros
Co	Cobalto
COVID	Doença do Coronavírus
Cu	Cobre
DEMa	Departamento de Engenharia de Materiais
DMAc	Dimetilacetamida
DMF	Dimetilformamida
DMSO	Dimetilsulfóxido
DNA	Ácido Desoxirribonucleico
DNPs	2,4-Dinitrofenol
DO	Densidade Óptica
DP	Gota Distribuída
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
DTG	Derivada Primeira
DW	Peso da Gota

<i>E. Coli</i>	<i>Esherichia coli</i>
EPIs	Equipamentos de Proteção Individual
FTIR	Espectroscopia Infravermelho com Transformada de Fourier
g	Gramma
H	Hidrogênio
h	Hora
IGTPAN	Instituto Granado de Tecnologia da Poliacrilonitrila
INPE	Instituto de Pesquisas Espaciais
IPD	Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento
ISO	Organização Internacional de Normalização
ITU	Infecção do Trato Urinário
K	Potássio
Kv	Quilovolt
LB	Luria Bertani
MET	Microscopia Eletrônica de Transmissão
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
Mg	Magnésio
mg	Miligrama
min	Minuto
mL	Mililitro
mm-	Milímetro
mol.	Molécula
MPB	Máxima Pressão da Bolha
MRSA	<i>Staphylococcus aureus</i> Resistente à Meticilina
N	Nitrogênio
NA	Acrilonitrila
Na	Sódio
ND	Nanodiamantes
NDNPs	Nanopartículas de Diamantes
nm	Nanômetro
NMP	N-metil-2-pirrolidona
NPs	Nanopartículas

NTs	Não Tecidos
O	Oxigênio
°C	Grau Celcius
OMS	Organização Mundial da Saúde
P	Fósforo
p	Desvio Padrão
pA	Peso Atômico
PAN	Poliacrilonitrila
PD	Gota Pendente
pH	Proporção de Hidrogênio
PQCs	Pontos Quânticos de Carbono
Ra	Rugosidade Aritmética
RNA	Ácido Ribonucleico
S	Enxofre
<i>S. aureus</i>	<i>Staphylococcus aureus</i>
SBF	Fluido Corpóreo Simulado
SCN	Coagulase Negativa
SD	Gota Sésil
Si	Silício
Sr	Estrôncio
TD	Gota Transferida
Tg	Termogravimetria
Ti	Titânio
UA	Intensidade Relativa
UFC	Unidades Formadoras de Colônia
UFSCar	Universidade Federal de São Carlos
UNICAMP	Universidade Estadual de Campinas
UNIVAP	Universidade do Vale do Paraíba
UV	Ultravioleta
VRSA	Cepas Altamente Resistentes à Vancomicina
Zn	Zinco

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2 OBJETIVO	19
2.1 OBJETIVO GERAL.....	19
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	19
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
3.1 ELETROFIAÇÃO	20
3.2 A POLIACRILONITRILA (PAN).....	23
3.2.1 Oxidação da Poliacrilonitrila (PAN)	24
3.3 NANOTECNOLOGIA.....	25
3.3.1 Nanopartículas de Prata (AgNPs)	27
3.3.2 Nanopartículas de Diamantes (NDNPs)	29
3.3.3 Partículas de Biovidro (BV)	30
3.4 MICRORGANISMOS.....	32
3.4.1 Bactéria <i>Staphylococcus aureus</i>	34
4 MATERIAIS E MÉTODOS	37
4.1 PREPARAÇÃO DE NÃO TECIDOS (NTS).....	37
4.2 ESPECTROSCOPIA INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....	40
4.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	42
4.4 ESPECTROSCOPIA RAMAN	43
4.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO (MET)	44
4.6 ANÁLISE DE RUGOSIDADE.....	45
4.7 CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC).....	46
4.8 BIOATIVIDADE EM PRESENÇA DA BACTÉRIA <i>Staphylococcus aureus</i>	49
4.8.1 Ativação de cepa bacteriana	50
4.8.2 Atividade antibacteriana	50
4.8.3 Análise Estatística	51
4.9 MOLHABILIDADE.....	52
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	55
5.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	55
5.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO	56
5.3 ANÁLISE DE RUGOSIDADE.....	58
5.4 ESPECTROSCOPIA RAMAN	60
5.5 ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....	63
5.6 CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC).....	66
5.6.1 Análise comparativa do DSC	72
5.7 MOLHABILIDADE.....	75
5.8 BIOATIVIDADE EM PRESENÇA DA BACTÉRIA <i>Staphylococcus aureus</i>	76
6 CONCLUSÃO	80
REFERÊNCIAS	82

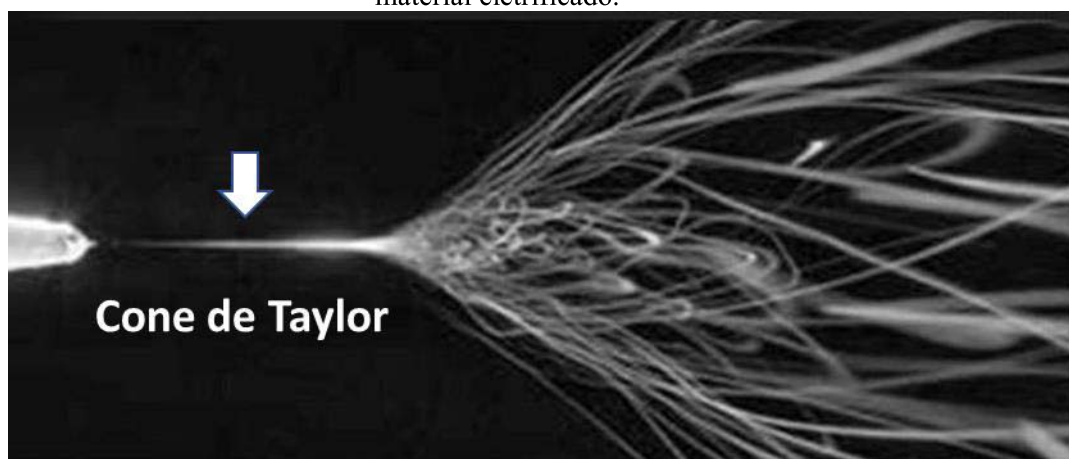
1 INTRODUÇÃO

O processo de eletrofiação apresenta-se como um método simples e versátil, capaz de gerar mantas não tecidas de fibras de diâmetro nanométrico, a partir de uma grande variedade de soluções poliméricas. Consiste na aplicação de uma alta tensão entre uma solução polimérica e um coletor aterrado. Os diversos parâmetros de processamento influem diretamente na qualidade e propriedades da fibra gerada (SILVEIRA *et al.*, 2017).

Todo o processo inicia quando a força elétrica excede um valor crítico, a solução é ejetada da ponta formando um jato nomeado "cone de Taylor" conforme ilustrado na Figura 01.

De acordo com Rosell-Lompart, Grifoll, Loscertales (2018), o fenômeno da eletrofiação surge quando o líquido está submetido a um alto potencial eletrostático que resulta de um menisco, gota pontiaguda microscópico, que ejeta um líquido.

Figura 01 - Cone de Taylor formado entre a ponta da agulha de eletrofiação e o aparato de coleta do material eletrificado.



Fonte: Adaptado de NANOSCIENCE INSTRUMENTS (2022)

A utilização das nanofibras pode ser ampliada explorando-se os grupos químicos funcionais nos polímeros utilizados na eletrofiação, alterando-se a sua superfície com métodos químicos ou físicos e isso permite incorporar outros tipos de materiais (MIAO *et al.*, 2016).

As nanopartículas (NPs) exibem propriedades interessantes e desejáveis em preparo de amostras no que se refere a alta relação entre área de superfície e volume, além da boa capacidade de funcionalização superficial (SILVA; PAULA; BORGES, 2021).

As nanopartículas apresentam-se geralmente com diferentes formatos dependendo da natureza da composição química. Nanopartículas metálicas, por exemplo, apresentam predominância de formato esférico, mas varetas, placas, e outras formas são por vezes

encontradas. Podem ser sólidas ou ocas e são compostas por uma variedade de materiais, muitas vezes em várias camadas discretas com funções distintas. Em se tratando de nanopartículas metálicas com atividade biológica, tipicamente, essas apresentam uma camada funcional central, uma camada protetora, e uma camada exterior permitindo a interação com o mundo biológico (CLARK; PAZDERNIK, 2016).

A formação de biofilme é um fenótipo de muitos microrganismos, ligada à capacidade de sobreviver em um ambiente hospedeiro hostil. As infecções relacionadas ao biofilme são consideradas uma fonte significativa e cada vez mais prevalente de morbidade e mortalidade no sistema de saúde e, portanto, muito esforço de pesquisa é necessário para auxiliar sua prevenção e gerenciamento (LUO *et al.*, 2021).

Os *Staphylococcus* são as bactérias mais resistentes nomeio ambiente com capacidade de sobreviver por meses em amostras clínicas secas e são relativamente resistentes ao calor e tolerantes a altas concentrações salinas. Apesar dos antibióticos existentes, da melhoria nas condições sanitárias e das medidas de controle de infecção hospitalar, este microrganismo continua a ser um dos mais importantes agentes patogênicos para o homem. Evidências na literatura mostram que, no isolamento de bactérias provenientes de diferentes sítios de inserção do corpo humano, o *Staphylococcus* Coagulase Negativa (SCN) é a espécie mais comumente encontrada e o *Staphylococcus aureus*, a mais virulenta. E que estes microrganismos são considerados importantes agentes de infecções nosocomiais no Brasil, ocasionando, deste modo, a necessidade de uma identificação rápida e eficiente nos casos em que se apresentam (CASTRO; MIGUEL; 2018).

A resistência dos microrganismos patogênicos aos fármacos possui implicações diretas à segurança dos pacientes em internações hospitalares. Prolonga a estadia do paciente no hospital, aumenta a necessidade do uso de antibióticos de longo espectro e os riscos de evoluir ao óbito, principalmente pela ausência de terapêutica alternativa. Considerando a resistência bacteriana uma epidemia com graves consequências, estima-se que a partir do ano de 2050 as infecções por bactérias resistentes sejam responsáveis em média, pela morte de dez milhões de pacientes por ano (MELLO; OLIVEIRA, 2021).

O novo coronavírus, agora chamado de síndrome respiratória aguda grave-coronavírus tipo 2 (SARS-CoV-2), é o agente da doença de coronavírus 2019 (COVID-19), que foi diagnosticada pela primeira vez em 8 de dezembro de 2019, em um paciente no hospital. cidade de Wuhan, no centro da China. Os sintomas comuns do COVID-19 incluem febre, tosse, fadiga e falta de ar. Enquanto a maioria dos indivíduos afetados não apresenta sintomas ou apresenta sintomas menores, alguns desenvolvem pneumonia, Síndrome do Desconforto Respiratório

Agudo (SDRA) e sucumbem por falência múltipla de órgãos. Em 30 de janeiro de 2020, a Organização Mundial da Saúde (OMS) declarou emergência de saúde pública de interesse internacional (KORALNIK; TYLER, 2020).

Tedros Adhanom, diretor geral da Organização Mundial de Saúde (OMS), declarou no dia 11 de março de 2020 que a organização elevou o estado da contaminação à pandemia de Covid-19, doença causada pelo novo coronavírus (SARS-CoV-2) (UNIVERSIDADE ABERTA DO SISTEMA ÚNICO DE SAÚDE, 2020).

O SARS-CoV-2 é aproximadamente 80% semelhante ao SARS-CoV e invade as células humanas hospedeiras ligando-se ao receptor da enzima conversora de angiotensina 2 (ECA 2). Embora esteja bem documentado que a COVID-19 se manifesta principalmente como uma infecção do trato respiratório, dados emergentes indicam que ela deve ser considerada uma doença sistêmica envolvendo múltiplos sistemas, incluindo cardiovascular, respiratório, gastrointestinal, neurológico, hematopoiético e imunológico (TERPOS *et al.*, 2020).

Diante do cenário em crescente contaminação e resistência de vírus e bactérias, é valioso o aperfeiçoamento em técnicas de eletrofição com a geração de não-tecidos eletrofiados com propriedades microbidas para corroborar com a segurança da população e vangloriar as pesquisas contemporâneas.

As máscaras faciais, roupas e outros materiais têxteis com capacidade de inibir os microrganismos prometem um futuro promissor no que tange a ciência de materiais e suas aplicabilidades.

Neste trabalho estudou-se comparativamente a produção e caracterização de não tecidos eletrofiados contendo nanopartículas de Prata, Biovidro e nanodiamante em sua estrutura visando propriedade bactericida.

A relevância científica deste estudo é de enriquecer a literatura contemporânea sobre as nanopartículas de diferentes tipos e concentrações para a erradicação ou diminuição de bactérias. Diante do cenário da pandemia as infecções causadas para diferentes microrganismos também estão sendo pautadas. Contribuirá para a confecção de outros Equipamentos de Proteção Individual (EPIs) e tecidos visando a segurança da comunidade.

A relevância profissional permite segurança do profissional de saúde que executa atividades e está exposto a diferentes microrganismos no cotidiano. Com máscara facial adequada e uniforme com proteção o trabalhador o risco biológico estará diminuído.

A relevância social consiste na proteção de toda a sociedade, bem-estar e diminuição aos riscos que poderão surgir. Muitas famílias possuem algum familiar com alguma infecção

de transmissão via gotícula ou aerossol. A pesquisa contribuirá com o embargo da segurança de todos os familiares e doente.

2 OBJETIVO

2.1 OBJETIVO GERAL

Produzir e caracterizar não tecidos eletrofiados com e sem nanopartículas em sua estrutura e avaliar o efeito microbida destes materiais na presença da bactéria *Staphylococcus aureus*.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Avaliar comparativamente os não tecidos eletrofiados com e sem nanopartículas, quanto a:

- Morfologia via MEV e MET;
- Rugosidade via perfilometria optica
- Variação na estrutura química via Raman e FTIR;
- Transição de fase via DSC e perda de massa via TG
- Hidrofobicidade via ângulo de contato
- Bioatividade em presença da bactéria *Staphylococcus aureus*

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo contém uma revisão detalhada da literatura sobre os principais temas e tópicos que abrangem o conteúdo teórico deste estudo.

3.1 ELETROFIAÇÃO

A técnica de *electrospinning*, ou eletrofiação, utiliza um campo elétrico para produzir micro e nano fibras a partir de uma solução polimérica. É um processo simples e ao mesmo tempo eficaz para a produção de nanofibras. Apesar de ter sido patenteada pela primeira vez em 1934 por Formhals, a eletrofiação só se tornou popular nos anos 90 devido ao crescente interesse e nanotecnologia e a busca de novos materiais. Desde então, a maior parte das pesquisas concentraram-se em quais polímeros podem ser eletrofiados e na otimização do processo de eletrofiação para aplicações específicas (VANTURELLI; GRIPA; 2017).

Conforme a Associação Brasileira de Indústrias de Não Tecidos e Tecidos Técnicos – Norma Brasileira (ABINT NBR, 2002) 13370:2002 “Não tecido é uma estrutura plana, flexível e porosa, constituída de véu ou manta de fibras ou filamentos, orientados ou ao acaso, consolidados por processo mecânico (fricção) e/ou químico (adesão) e/ou térmico (coesão) e combinações destes”. A eletrofiação (*electrospinning*) é um processo que tem apresentado novos horizontes, e que tem se consolidado para a produção de não tecidos (STRAIN *et al.*, 2015).

A eletrofiação só se tornou popular nos anos 90 devido ao crescente interesse em nanotecnologia e a busca de novos materiais. Desde então, a maior parte das pesquisas concentraram-se em quais polímeros podem ser eletrofiados e na otimização do processo de eletrofiação para aplicações específicas (VENTURELLI, 2016).

Adicionalmente a técnica de eletrofiação é considerada uma abordagem simples de baixo custo e bastante versátil, podendo-se utilizar o mesmo sistema para processar materiais sintéticos ou naturais com fácil incorporação de componentes funcionais, tais como proteínas, fatores de crescimento, genes, enzimas, drogas, cerâmicas bioativas, entre outros, tornando-os ideais candidatos para aplicações engenharia de tecidos (SANTANA, 2016).

O processo de eletrofiação via solução polimérica consiste na aplicação de forças eletrostáticas e de arraste na solução para a formação de nanofibras. Um eletrodo conectado a uma fonte de alta tensão positiva (ou negativa) é inserido 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, conhecido como 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 nanofibrilica que se deposita em um coletor (superfície metálica com aterramento). Algumas variáveis podem influenciar a obtenção das membranas nanofibrilicas durante o processamento, como por exemplo, a concentração polímero/solvente, tensão elétrica aplicada na solução, adição de sais na solução, vazão de alimentação (saída da solução do capilar) e distância de trabalho (entre a extremidade do capilar até o coletor) (GUERRINI *et al.*, 2006).

A técnica de eletrofiação é baseada em forças eletrostáticas. Geralmente, a solução polimérica é mantida por sua tensão superficial na forma de uma gota na extremidade de um metal capilar. A alta tensão é aplicada para criar um campo elétrico entre o capilar e o coletor de fibra, geralmente uma placa de metal aterrada ou um dispositivo rotativo aterrado (SEGALA *et al.*, 2015).

A concentração do polímero e, conseqüentemente, a viscoelasticidade da solução, é um parâmetro de fundamental importância na eletrofiação. Para se obter nanofibras uniformes sem contos é necessário que se tenha um grau de emaranhamento de cadeias na solução polimérica, a qual corresponde a um valor de concentração (viscoelasticidade) mínimo. Com o aumento da viscoelasticidade e mantendo-se fixo os demais parâmetros do processo, existe uma tendência ao aumento no diâmetro das fibras. Quando o valor da concentração for muito baixo, o grau de emaranhamento das cadeias poliméricas é pequeno, causando uma instabilidade capilar na extremidade do jato. Esta instabilidade pode ocasionar num espalhamento eletrostático (*electrospraying*) ao invés de eletrofiação (COSTA *et al.*, 2012).

Segundo o mesmo autor, os parâmetros ambientais, temperatura, umidade e composição do ar, também podem influenciar na formação e na morfologia das nanofibras. O efeito da umidade relativa na morfologia de nanofibras dar-se-á na porosidade desenvolvida pelas fibras no processo de eletrofiação. Ela é definida pelo efeito dinâmico da separação de fases polímero-solvente bem como pela taxa de evaporação do solvente.

Com relação ao comportamento do polímero na eletrofiação, ele está submetido a três grupos de interferência, ilustrado na Figura 02:

Figura 02 – Fatores de Influência na Eletrofiação

Fonte: Elaborado pelo autor.

Os não tecidos produzidos pelo processo de eletrofiação apresentam uma série de propriedades específicas que são inerentes destes materiais. A alta área superficial, alta taxa comprimento/diâmetro, boa flexibilidade, alta porosidade, simplicidade e baixo custo de produção são características intrínsecas das nanofibras que apresentam relevância e pertinência nas mais variadas áreas (ARTIFON, 2019).

A eletrofiação de agulha compreende uma potência de alta tensão fornecimento, um recipiente de seringa, um bico de agulha e um coletor de contra o eletrodo. Soluções de polímero são frequentemente usadas como materiais de fiação. Durante a eletrofiação, a solução gota na ponta da agulha é eletrificada pelo alto campo elétrico formado entre a agulha e o eletrodo oposto, e isso deforma a gota em forma de cone, conhecido como “cone de Taylor” (LI; XIA, 2004).

As nanofibras com morfologias diferentes também podem ser produzidos dependendo do polímero usado, concentração da solução de polímero, as propriedades intrínsecas de cada matéria prima utilizada, estrutura do bico e condições operacionais. Considerado isso, a fibras frisadas ou estruturas de contas em coluna podem ser submetidas a eletrofiação de quase todos os polímeros fiáveis (HUANG *et al*, 2011).

Para alguns polímeros ou soluções de polímero usando solventes especiais, fibras estriadas, fibras com uma superfície porosa (CHEN *et al.*, 2011), fibras de fita (KHUDIYEV *et al.*, 2017) ou fibras helicoidais (CHANG; SHEN, 2011) também pode ser preparado a partir de um processo de eletrofiação diretamente.

Quando um bico especial, que contém dois ou mais canais, é empregado para alimentar diferentes soluções de polímero, dependendo da estrutura do bico, nanofibras tendo uma configuração transversal de dois componentes, como lado a lado, núcleo / bainha, estrutura oca

ou ondulada, podem ser produzidos. Assim possibilitando a eletrofiação de inúmeros materiais para as mais diversas necessidades (NIU; LIN, 2012).

3.2 A POLIACRILONITRILA (PAN)

A Poliacrilonitrila (PAN) foi sintetizada pela primeira vez em 1930 pelo Dr. Hans Fikentscher e o Dr. Claus Heuck em laboratórios de Ludwigshafen da empresa alemã IG Farben. No entanto, como a PAN se mostrou insolúvel na maioria dos solventes comuns, a substância foi considerada inutilizável. Polímeros a base de PAN se caracterizam principalmente por não serem fusíveis, já que por aquecimento acima de 180 °C ocorre a ciclização dos grupos nitrila (CN) com grande liberação de energia e gases. Dessa forma, sucessivas experiências têm tentado buscar uma solução para o problema da degradação da PAN antes de atingir sua temperatura de fusão (FLEMING; PARDINI; GRANADO, 2019).

A PAN, $[C_3H_3N]_n$, sob o aspecto molecular é geralmente um polímero atático, linear e que contém grupos nitrilas altamente polares conforme mostra a fórmula estrutural na Figura 03.

Por causa da sua natureza altamente polar, o homopolímero de PAN (ou PAN pura) apresenta uma temperatura de transição vítrea Termogravimetria (Tg) em torno de 120 °C. Particularmente, a PAN precursora de fibras de carbono contém cerca de 6 a 9% de monômeros que diminuem a Tg e afetam a reatividade da estrutura do polímero. Estes efeitos, ocasionados pela presença dos comonômeros, influenciam consideravelmente nas etapas do processo de formação das fibras de carbono a base de fibras de PAN (BRITO *et al.*, 2013).

A capacidade de solubilização dos materiais é determinada pela polaridade desses. Portanto, polímeros apolares, como as polissulfonas, são solúveis em solventes apolares, e polímeros polares, como os derivados de celulose, são dissolvidos em solventes polares. A Poliacrilonitrila (PAN), que apresenta certa dificuldade em solubilizar-se, é dissolvida somente em solventes polares, tais como: a N-metil-2-pirrolidona (NMP), a Dimetilacetamida (DMAc) e a Dimetilformamida (DMF). A DMF é o mais empregado, proporcionando excelente solubilidade a PAN e a seus compósitos (FARIA; MARTIN; ALVES, 2017).

Atualmente, o estudo de métodos de fabricação de compósitos de nanopartículas metálicas dispersas em nanofibras poliméricas é imprescindível devido as aplicabilidades tais como filtros, catalisadores, sensores fotônicos elétricos e tecidos artificiais (WANG *et al.*, 2005).

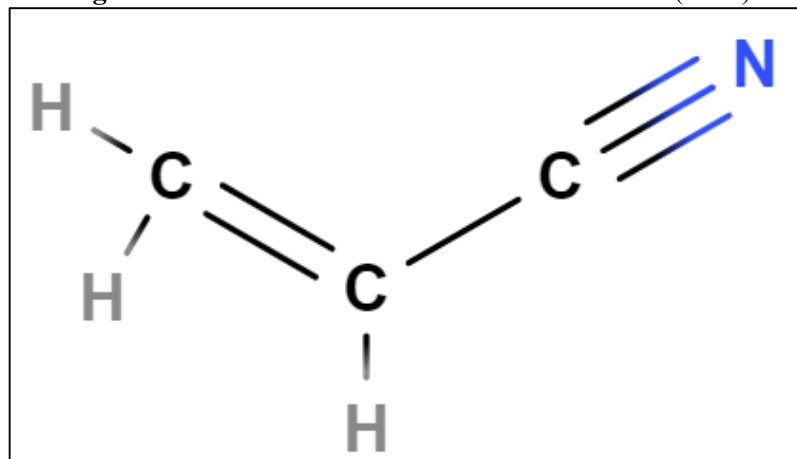
De acordo com o Instituto Granado de Tecnologia da Poliacrilonitrila (IGTPAN, 2016)

no ano de 2016, são características da PAN:

1. É o polímero mais resistente entre todos à degradação pela luz solar, principalmente pelos raios ultravioletas.
2. Possui capacidade de formar fibras orientadas.
3. É bastante inerte e resistente a maioria dos solventes orgânicos e ácidos, sendo somente atacada por líquidos altamente polares e soluções concentradas de bases.
4. Suas fibras são resistentes à quebra, produzem alto volume, são macias, confortáveis e isolantes térmicos, conferindo propriedades similares à lã natural.

Na forma de fibras, ao ser aquecido, não funde e mantém sua estrutura morfológica, propriedade que é aproveitada para a produção de fibra de carbono, fibras isolantes, fibras antichama e mantas para filtração de gases quentes (IGTPAN, 2016).

Figura 03 – Fórmula Estrutural da Poliacrilonitrila (PAN)



Fonte: Molview (2022).

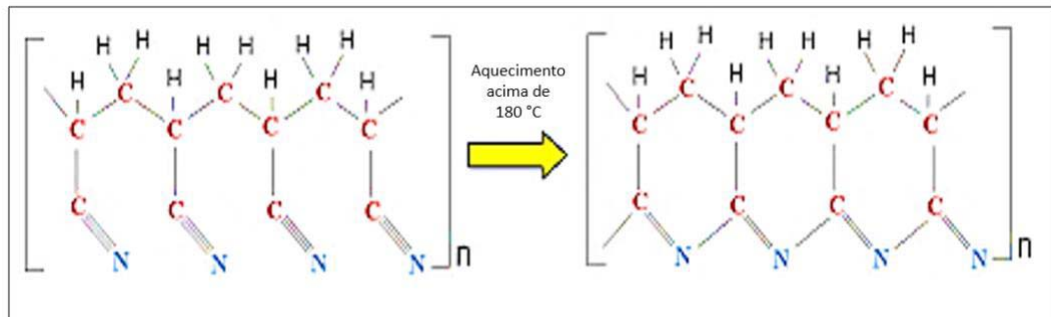
3.2.1 Oxidação da Poliacrilonitrila (PAN)

A etapa de oxidação tem uma importância crucial para se obter a qualidade e os requisitos desejados para a nanofibra de carbono. A oxidação pode ser examinada profundamente antes de iniciar a carbonização e os parâmetros ideais por meio da fabricação de nanofibra de carbono e serão aplicados à amostra para atingir as propriedades preferidas no produto. Nanofibras de carbono de alta resistência pode ser obtida por fibras de PAN eletrofiadas alinhadas com estabilização e carbonização otimizadas (ZHANG; YU, 2014).

A PAN apresenta modificações conformacionais e estruturais devido ao efeito térmico sobre suas cadeias moleculares. A presença de grupos polares tais como Carbonila (C=O), Hidroxila (OH), Carboxila (COOH) facilita o processo de ciclização e acelera processos de

Oxidação da cadeia polimérica. O aquecimento leva a perda de moléculas de água (H_2O) de sua estrutura. O processo de desidrogenação leva a ciclização das cadeias da PAN (SANTOS, 2009). A Figura 04 ilustra a reação de ciclização da PAN

Figura 04 – Esquema ilustrativo da reação de ciclização da PAN



Fonte: Brito Junior *et al.* (2009)

A PAN é produzida a partir da polimerização das moléculas de Acrilonitrila (VEJA) e apresenta modificações conformacionais e estruturais das cadeias moleculares quando exposta a temperaturas acima de $90^{\circ}C$. O tratamento térmico da PAN gera os precursores de fibras de carbono após a estabilização, pré-carbonização e carbonização a uma temperatura entre $800 - 3000^{\circ}C$ em uma atmosfera inerte. A presença de grupos polares tais como grupos carbonila ($C=O$), hidroxila (OH), carboxila ($COOH$), facilita o processo de ciclização e acelera processos de Oxidação da cadeia polimérica. O aquecimento leva a perda de moléculas de água (H_2O) de sua estrutura. O processo de desidrogenação leva a ciclização das cadeias da PAN. O tratamento térmico faz com que a molécula linear se transforme em anéis e forma ligações entre cadeias (*cross-links*) (SANTOS; SILVA FILHO; NUNES FILHO, 2009).

3.3 NANOTECNOLOGIA

As últimas décadas assistiram a um interesse sem precedentes na área das Nanotecnologias e Nanociências, tratando-se atualmente de um dos domínios tecnológicos mais atrativos e de maior crescimento. A “revolução nano”, comparada por muitos especialistas à revolução industrial do século XIX, promete produtos inovadores em áreas estratégicas como, por exemplo, a de energia, medicina, informação, segurança, ambiente e indústria (MARTINS; TRINDADE, 2012).

A nanotecnologia pode ser entendida como a capacidade técnica que permite compreender e manipular objetos em escala nanométrica, isto é, em distâncias um bilhão de vezes menores que um metro (10^{-9} m). Esse tem sido um campo fértil, não apenas para o

desenvolvimento de inovações tecnológicas, devido aos importantes fenômenos e propriedades que se manifestam a partir de variáveis nessas dimensões, mas também para a análise e o debate sobre a governança de tecnologias emergentes (SALAMANCA- BUENTELLO *et al.*, 2005).

Estudos realizados com o objetivo de avaliar a eficácia microbiológica do uso de nanopartículas como ouro, cobre e Prata tem sido realizado desde 2006. Tais materiais vêm sendo explorados por áreas como medicina, farmacologia e o ramo de alimentos; por apresentarem propriedades antimicrobianas. A nanotecnologia é utilizada principalmente na manipulação de materiais e estruturas com escala manométrica, ou seja, apresentam a proporção $10^{-9} \text{ m} = 1 \text{ nm}$; sendo que suas dimensões entre 1nm e 100nm (MACIEL, 2019; ERENO, 2006).

A nanotecnologia no Brasil vem sendo aplicada na fabricação de roupas para profissionais de maneira geral, por apresentarem propriedades como alta absorção, secagem rápida da transpiração, resistência a manchas, proteção Ultravioleta (UV) e ação antimicrobiana (ERENO, 2006).

O ano de 1959 com o prêmio Nobel recebido por Richard Feynman, a comunidade científica despertou para inserção da nanotecnologia no cotidiano da sociedade. Em 1974, o cientista Norio Taniguchi utilizou pela primeira vez o termo “nanotecnologia” em uma publicação científica, enumerando as propriedades materiais que a técnica poderia fornecer. Nanotecnologia é a manipulação, controle e entendimento da matéria em dimensões inferiores a 100 nanômetros, unindo consigo a engenharia, ciência e tecnologia para a formulação de unidades estruturais de grãos, partículas, fibras e outros materiais, o que torna possível a preparação de nanomateriais, nanodispositivos e nano sistemas. Nessa vertente da nanotecnologia aparece a eletrofição, técnica capaz de formar de maneira direta fibras poliméricas com diâmetros inferiores a 200nm. Os materiais nanofibrosos devido a elevada superfície e funcionalidades têm sido utilizados para os mais variados fins, compreendendo vários ramos da ciência e da indústria (ROSSIN *et al.*, 2020).

Dentre as nanoestruturas aplicadas à medicina e farmácia, tem-se lipossomas (vesículas formadas por fosfolipídios), nanopartículas poliméricas, dendrímeros (moléculas globulares ramificadas), nanocristais (agregados de átomos que se combinam), nanotubos de carbono (moléculas cilíndricas, que consistem em um arranjo hexagonal de átomos de carbono hibridizados), nanofios (ferramentas elétricas, capazes de detectar com sensibilidade, interações de pequenas moléculas), nanoconchas (um tipo de nanopartícula com núcleo dielétrico, ex: sílica, e um revestimento de metal, geralmente ouro), *quantum dots* (pontos quânticos, nanopartículas semicondutoras luminescentes), nanopartículas metálicas (por exemplo, de ouro ou de prata) e nanopartículas magnéticas (nanomateriais constituídos por elementos

magnéticos, como ferro, cobalto, manganês, apresentando propriedades magnéticas) (TEIXEIRA, 2021).

3.3.1 Nanopartículas de Prata (AgNPs)

Segundo Durán e colaboradores (2019), as nanopartículas de Prata (NPsAg), pertencem aos nanomateriais mais estudados da contemporaneidade. Utilizada na indústria, graças às suas propriedades características, como estabilidade química, maleabilidade, flexibilidade, elevada condutividade elétrica e térmica, atividade catalítica, relativo baixo custo de produção e principalmente potente ação antimicrobiana frente a bactérias, vírus, fungos e protozoários.

As reações de Oxidação das nanopartículas de Prata com as células ocorrem porque a Prata possui alta afinidade com os elementos fósforo (P) e enxofre (S), que são elementos típicos dos processos de respiração celular (MORONES *et al.*, 2005).

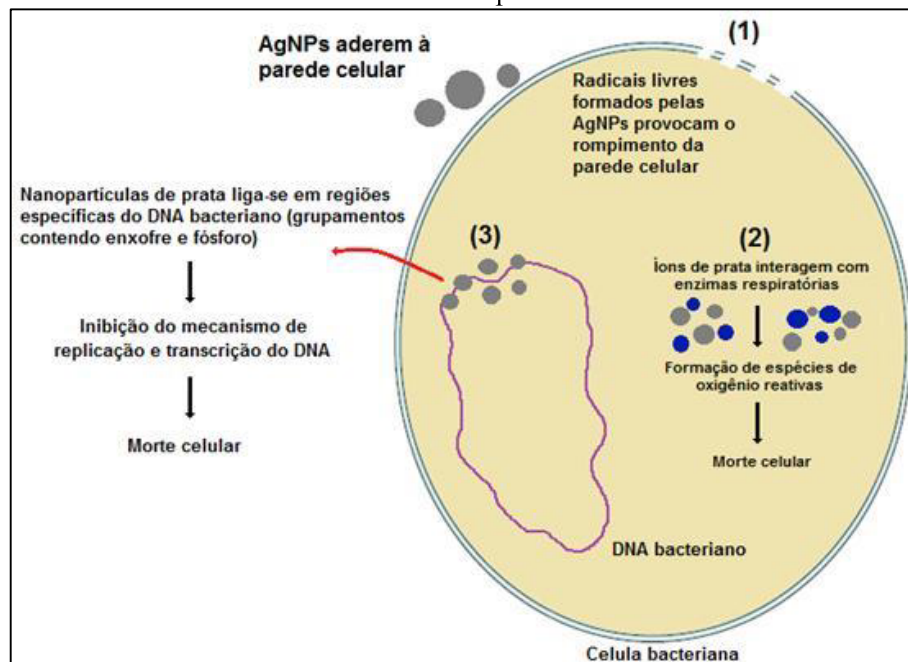
Nanopartículas de Prata são adicionadas aos materiais em várias formas, por exemplo, como zeólitos de Prata, incorporados ao material plástico. Os zeólitos são cristais de aluminossilicatos com elementos da primeira e da segunda família de metais da tabela periódica, nos quais uma porção dos íons do metal é substituída em geral por íons Prata, que são liberados gradualmente no alimento. A forma iônica da Prata exibe atividade bactericida pela inibição de uma série de processos biológicos de bactérias, principalmente, gram-negativas. A liberação sustentada de íons Ag^+ pelas nanopartículas de Prata, danifica a membrana celular microbiana, causando a interrupção da função de enzimas e grupos de ácidos nucleicos nas proteínas e no Ácido Desoxirribonucleico (DNA) bacteriano (BAZILIO *et al.*, 2021)

A membrana celular, assim como muitas proteínas, é rica em enxofre. Já o DNA, é rico em fósforo. Estas modificações nas estruturas prejudicam os processos bacterianos, podendo ocasionar sua morte celular (SHARMA; YNGARD; LIN, 2008). A Figura 05 contém uma ilustração da interação do íon Prata em células de bactérias.

A Figura 05 ilustra as nanopartículas de Prata (NpsAg) atravessando a parede celular bacteriana e liberando íons Prata que se ligam com enzimas e DNA. No item (1) da Figura 05 pode ser visto o rompimento da parede celular por radicais livres formados pelas AgNPs.

No item (2) observa-se a representação dos íons de Ag promovendo a formação de espécies de Oxigênio reativas no interior da célula bacteriana e (3) a interação entre as AgNPs nos grupamentos contendo P e S na molécula de DNA provocando a interrupção da replicação e transcrição do DNA.

Figura 05 – Ilustração esquemática em cores dos diferentes mecanismos de ação antimicrobiana das nanopartículas de Prata.



Fonte: Prabhu e Poulouse (2012).

Aumento dependente da concentração na inibição do crescimento de um patógeno é geralmente observado na exposição a AgNPs. A inibição varia de espécie para espécie, dependendo da morfologia de AgNPs, tipo de cepa, sensibilidade microbiana inerente e parede celular composição atuando como barreira à penetração de AgNP (SINGH *et al.*, 2015).

A produção de nanofibras com agentes bactericidas têm ampla opções de utilização, porém poucos são aplicados na filtração de ar. Estudos produziram nanofibras de PAN com partículas de Prata, verificando efeito bactericida, além disso, converteram em nanofibras de carbono por calcinação para ampliação do efeito bactericida, porém não avaliaram a eficiência de filtração (ABDO *et al.*, 2013).

O desenvolvimento de nanofibras de PAN adicionando Nitrato de Prata (AgNO_3) na solução, com o objetivo de aplicação da filtração de água, também confirmaram o efeito bactericida da PAN e da PAN + Prata, porém apenas o efeito bactericida foi avaliado e testes de filtração não foram realizados (SHALABY *et al.*, 2018).

As nanopartículas de Prata possuem a capacidade de ancorar na parede celular bacteriana e penetrar, causando mudanças estruturais na membrana celular como sua permeabilidade, causando a morte da célula (SONDI; SALOPEK-SONDI, 2004).

As NpsAg são um dos nanomateriais mais estudados atualmente. São as nanopartículas mais utilizadas do ponto de vista industrial e comercial graças às suas propriedades

características, como estabilidade química, maleabilidade, flexibilidade, elevada condutividade elétrica e térmica, atividade catalítica, relativo baixo custo de produção e principalmente potente ação antimicrobiana frente a bactérias, vírus, fungos e protozoários. Dessa forma, as NpsAg são amplamente utilizadas em várias aplicações como agentes antibacterianos, antifúngicos, antivirais, anti-inflamatórios, antitumorais, regeneradores, biossensores e catalisadores. (DURÁN *et al.*, 2019).

As nanopartículas de Prata (NpsAg) podem ser utilizadas para reduzir infecções, prevenir a colonização bacteriana em superfícies de prótese, em cateteres e materiais odontológicos, bem como na indústria de alimentos, no tratamento de água e na fabricação de tintas antibactérias. A Prata possui ação bactericida sobre inúmeros tipos de bactérias Gram-positivas e negativas tais como *E. coli*, *S. aureus*, *E. flectium*, *S. pneumoniae*, *V. cholera* e sobre alguns vírus (FREIRE *et al.*, 2018).

3.3.2 Nanopartículas de Diamantes (NDNPs)

Segundo Kaur e Badea (2013), os Nanodiamantes (ND) têm atraído muito interesse científico e tecnológico devido às suas propriedades estruturais, químicas, biológicas, mecânicas e ópticas únicas. Com base em seus tamanhos de partícula primários, Shenderova e McGuire classificaram NDs em partículas nanocristalinas (1 a \geq 150 nm), partículas ultranocristalinas (2 a 10nm) e diamondoides (1 a 2nm). A aplicação de NDs em ciências biológicas requer sua dispersão estável em um meio de formulação, capacidade de se conjugar com biomoléculas, biocompatibilidade inerente e capacidade de penetrar em tecidos e células alvo.

Os nanomateriais à base de carbono pertencem a uma versátil classe que emerge entre os avanços da nanotecnologia. Nos últimos anos, muitos esforços têm sido feitos para investigar as propriedades de nanotubos de carbono, fulerenos, grafenos e pontos quânticos, devido à ampla gama de aplicações. (FECHINE; 2021)

Nanodiamantes (NDs) representam uma classe especial de nanomateriais à base de carbono, podendo ser aplicados em diferentes áreas devido às características de serem quimicamente inertes, opticamente transparentes, além de serem biocompatíveis frente a uma ampla variedade de células eucarióticas. A capacidade de formação de suspensões coloidais em meio aquoso e atuação como agentes antimicrobianos, faz com que sejam excelentes materiais para serem aplicados na área biomédica como carreadores de fármacos, agentes de bioimagens e em revestimentos de implantes (WEHLING *et al.*, 2014).

Os nanodiamantes podem ser produzidos pela moagem dos microdiamantes, por deposição de vapor químico, processos de ondas de choque, ou detonação, enquanto os Pontos Quânticos de Carbono (PQCs) podem ser obtidos pelos métodos de síntese elucidados neste trabalho. Além disso, grande parte da estrutura dos nanodiamantes geralmente é composta por cerca de 98% de carbono e resíduos de Oxigênio, Hidrogênio e Nitrogênio, possuindo um núcleo hibridizado sp^3 e com pequenas quantidades de carbono grafitico sobre sua superfície (MACHADO *et al.*, 2015).

De acordo com Brandão (2014), os filmes de nanodiamante apresentam como propriedades alta dureza, baixo coeficiente de desgaste abrasivo, baixa rugosidade de superfície, alto módulo de Young e transparência óptica. A eficácia tem sido comprovada na utilização de carreadores de fármacos, substratos biologicamente ativos, termômetros em células vivas, biossensores.

3.3.3 Partículas de Biovidro (BV)

O uso de diferentes materiais para melhorar o desempenho ou reparar ossos, dentes e outros tecidos danificados devido a doenças ou traumas tem sido realizado há milênios. Inicialmente, esses materiais eram limitados aos disponíveis na natureza. Somente no início do século XX, com o desenvolvimento de novos materiais e processos, ocorreu um aumento considerável no número de indivíduos utilizando biomateriais (HUEBSCH; MOONEY, 2009).

De acordo com Vinueza (2017), o Biovidro ativo desenvolvido no ano 1969, é um biomaterial capaz de inibir o crescimento bacteriano através da liberação de íons que elevam a Proporção de Hidrogênio (pH) do meio e criam um ambiente pouco favorável para o crescimento bacteriano e propriedades de promover a osteogênese e angiogênese.

De acordo com Arana (2014), as cerâmicas de vidro foram descobertas e introduzidas no âmbito médico e biológico no ano de 1973 por Hench como materiais de melhorias da superfície de implantes ortopédicos e promoção do osso integração. O Biovidro (BV) é capaz de interagir com meios biológicos em diferentes condições de viabilidade celular, adesão celular na superfície, antibacteriana, ocluir túbulos dentários e agente passível de promover a remineralização dentária.

Alguns estudos sobre a atividade antibacteriana de vidros bioativos foram publicados. Assim, descobriram que vidro bioativos possuía um efeito antibacteriano em quatro microrganismos clássicos orais (WANITWISUTCHAI *et al.*, 2021).

Em outro estudo contendo a bactéria *Streptococcus sanguis in vitro* sugeriu que 45S5 Vidro Bioativo, do inglês *Bioactive Glass* (BAG) os particulados têm o potencial de reduzir a colonização bacteriana em sua superfície (CHANDRASEKAR *et al.*, 2015).

O mecanismo exato de ação dos vidros bioativos na eliminação de microrganismos ainda está sendo estudado. Um ponto comum que aparece nos trabalhos citados acima é a observação do aumento da Proporção de Hidrogênio (pH) do meio após o contato com o Biovidro, independente de sua composição específica. Hu *et al.* (2009) mostraram que o pH da suspensão com pó de 45S5 após uma hora de contato passou de 7,0 para 9,8.

Por causa do mecanismo de dissolução do vidro bioativo e do crescimento biológico da apatita, não apenas drogas, mas íons podem ser liberados. Este processo tem algumas vantagens como um aumento local no pH devido ao reações de superfície envolvidas, que mostraram ter um efeito antibacteriano eficiente contra algas bactérias (ALLAN; NEWMAN; WILSON, 2001).

No entanto, mais importante, com o escopo da liberação iônica e graças à versatilidade da química, vidros dopados com íons metálicos agora são produzidos com o objetivo de acionar respostas biológicas. Conforme amplamente relatado em uma revisão anterior, aumento da osteogênese Zinco Magnésio, Estrôncio, íons Lítio e Boro (Zn, Mg, Sr, Li e B), angiogênese íons Cobalto e Cobre (Co e Cu), antibacteriana (íons Cu e Ag) e anti-inflamatório íons Zn e Sr podem ser obtidos (HOPPE; GÜLDAL; BOCCACCINI, 2011).

Um estudo desenvolvido por Lin *et al.* (2012), usando um modelo de ratos diabéticos e outro normal, testou pomadas preparadas com Biovidro sem feridas de pele de espessura total. Quatro feridas foram realizadas no dorso de cada animal; cada uma recebeu um tratamento diferente, sendo a que serviu como controle somente vaselina. O vidro bioativado de sol-gel 58S (SGBG-58S) e o vidro nanobioativo (NBG-58S), ambos nanoparticulados, demonstraram taxa de cicatrização melhorada em relação ao controle e à ferida que recebeu pomada com vidro bioativo 45S5 (composição 46,1 mol. % SiO₂, 24,4 mol. % Na₂O, 26,9 mol. % CaO e 2,6 mol. % de P₂O₅) Bioglass® (ABRAMCHUK, 2019).

O Biovidro utilizado neste trabalho foi cedido pelo Prof. Dr. Murilo C. Crovace Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa) Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) nomeado pela literatura como silicato de sódio-cálcio (Na₂O·2CaO·SiO₂).

3.4 MICRORGANISMOS

Os microrganismos são seres que só podem ser vistos com auxílios de microscópio. Assim esses seres microscópicos pertencentes a diferentes reinos biológicos, como fungos, bactérias, protozoários e vírus. Os patológicos são os causadores de doenças. Já os não patológicos podem ser subdivididos em inertes, pois não nem nenhuma importância para a saúde ou econômica. E aqueles com importância econômica, pois são utilizados em processos indústrias (como a pasteurização), na biotecnologia para a produção de compostos. Esses seres podem ser divididos em dois grupos, os patológicos aos humanos, menos números, e os não patológicos aos humanos, mais números (TRABULSI; ALTERTHUM, 2015).

A bactéria é um microrganismo formado por uma só célula (unicelular). Ela pode ter formas variadas (esféricas, cilíndricas, filamentosas); ocorrem isoladamente ou agregam-se em colônias; podem não se movimentar sozinhos ou ter flagelos para se movimentar (SOCIEDADE BRASILEIRA DE IMUNIZAÇÃO, 2021).

O Biofilme é um consórcio estruturado de bactérias encerradas em uma matriz hidratada autoproduzida que consiste em proteínas, DNA e polissacarídeos. Quando secretados e estabelecidos, apresentam resistência de até 1000 vezes a antibióticos e, portanto, representam um problema na medicina. Uma das estratégias promissoras para lidar com biofilmes bacterianos podem ser o uso de nanomateriais a base de Prata que podem penetrar através do biofilme para matá-los. Inibição de biofilme formação e interrupção de biofilmes pré-formados. Tal exposição a Prata leva à redução da biomassa microbiana e células sobreviventes e a inibição de exopolissacarídeo e produção de proteína, implicando na erradicação do biofilme (GAIDHANI *et al.*, 2013).

Primeiramente, os antibióticos são compostos com potencial citotóxicos (ou bactericida, por causar morte bacteriana) ou citostáticos (ou bacteriostático, por inibir a proliferação bacteriana) para os microrganismos. Frequentemente, atuam inibindo a síntese de uma célula bacteriana, síntese de proteínas, síntese de DNA, síntese de Ácido Ribonucleico (RNA). Os antibióticos também podem entrar na parede celular das bactérias ligando-se a elas, usando os mecanismos de transporte dependentes de energia em sítios ribossômicos, que posteriormente levam à inibição da síntese proteica (ZAMAN *et al.*, 2017).

Os vírus são agentes etiológicos de estrutura muito simples, de tipo não celular. Possuem um só tipo de DNA ou RNA com informação necessária para sua reprodução, cercado por uma capa de natureza proteica. Os vírus não conseguem se reproduzir fora de uma célula hospedeira, sendo então chamados “parasitas intracelulares obrigatórios”. São muito menores e mais

simples que os organismos celulares (como as bactérias) e só são visíveis ao microscópio eletrônico (SOCIEDADE BRASILEIRA DE IMUNIZAÇÃO, 2021).

Os vírus não são organismos celulares e nucleados. Não têm a membrana típica das células, nem suas estruturas moleculares internas. Eles dependem da célula do organismo hospedeiro para que tais funções sejam executadas e são, portanto, endoparasitas (isto é, parasitas internos) obrigatórios. Há grande discussão dentro de círculos científicos sobre se os vírus podem ser efetivamente considerados parte da vida, com diversos argumentos de cada lado e, ainda, sem uma conclusão final (SOCIEDADE BRASILEIRA DE PROTOZOOLOGIA, 2021)

Por fim, os vírus, somente mais recentemente que se desenvolveu uma classe de medicamentos específico para eles. Os antivirais, faz a interferência de RNA por meio de um fenômeno de silenciamento de gene acelular, no qual a degradação específica da sequência do mRNA alvo é alcançada com auxílio de moléculas de molécula de RNA de interferência curta complementar, “*short-interfering RNA*” (siRNA). Essa tecnologia de RNA de interferência curta, tem a capacidade de oferecer estratégia potencial para combater a patogênese viral porque os siRNAs são específicos, podendo ser direcionados contra várias cepas de um vírus, visando suas regiões genéticas conservadas, assim impedindo sua síntese (QURESHI *et al.*, 2018).

Fungos são seres dispersos no meio ambiente, em vegetais, ar atmosférico, solo e água e, embora sejam estimados em 250 mil espécies, menos de 150 foram descritos como patógenos aos seres humanos. Leveduras são fungos capazes de colonizar o homem e animais e, frente à perda do equilíbrio parasita-hospedeiro, podem causar diversos processos infecciosos com formas clínicas localizadas ou disseminadas. De modo contrário, fungos filamentosos, ou bolores, normalmente, não fazem parte da microbiota animal e, portanto, o homem não é um reservatório importante para esse grupo de fungos. As portas de entrada no hospedeiro são as vias aéreas superiores ou quebra na barreira epidérmica após traumatismos com objetos perfurocortantes (ANVISA, 2004).

A maior parte das infecções fúngicas invasivas ocorre como consequência da imunossupressão resultante de condições, como AIDS ou de tratamentos, como quimioterapia para câncer, terapia imunossupressora para transplante de órgãos e terapia com corticosteróides para inflamação. Mais de 90% das mortes relatadas associadas a fungos resultam de espécies pertencentes a três gêneros: *Cryptococcus*, *Candida* e *Aspergillus* (BROWN *et al.*, 2012).

Os protozoários são organismos unicelulares com grande importância biológica. Atualmente existem cerca de 40.000 espécies, das quais aproximadamente 10.000 interagem com outros seres vivos. Tais interações podem variar de simbioses, comensais a parasitos. A

palavra “protozoário” significa “antes de animal” (do grego: *protos* = antes, *zoário* = animal) (NEVES, 2009).

Grande importância é dada aos protozoários pelos problemas de saúde causados ao homem. No entanto, outros atributos tão ou mais importantes são normalmente esquecidos. A grande maioria dos protozoários não é patogênica ao homem. Alguns podem ser predadores, ou parasitas de outros organismos (NOGUEIRA, FILHO; 2015)

Entre os protozoários podemos destacar: *Entamoeba histolytica* (amebíase), *Giardia lamblia* (giardíase) e *Cryptosporidium parvum* (criptosporidiose). Nos helmintos temos o *Schistosoma spp* (esquistossomose) e *Ascaris lumbricoides* (ascaridíase) (NOGUEIRA; SILVA FILHO, 2015).

Neste trabalho os não tecidos com e sem a presença de nanopartículas foram testados com apenas um microrganismo, a bactéria *Staphylococcus aureus*.

3.4.1 Bactéria *Staphylococcus aureus*

Staphylococcus aureus é uma bactéria cocóide, gram-positiva, não móvel e coagulase-positiva, do filo *Firmicutes*. Embora o gênero *Staphylococcus* inclua 52 espécies, *S. aureus* é de longe o mais relevante clinicamente. *S. aureus* é encontrado na microbiota comensal humana da mucosa nasal em 20–40% da população em geral (LEE *et al.*, 2018).

Staphylococcus aureus (*S. aureus*) é um patógeno oportunista associado a diferentes infecções adquiridas na comunidade e em hospitais. Um dos motivos de sua alta patogenicidade é a capacidade das células de aderir fortemente a várias superfícies, incluindo materiais naturais e abióticos, como dispositivos médicos implantados. Após a adesão, as células podem proliferar e formar biofilmes mecanicamente e quimicamente robustos. Por causa disso, *S. aureus* é uma das principais causas de infecções relacionadas a implantes com graves consequências para a saúde dos pacientes. Além disso, uma vez que nos biofilmes as células podem ser bem protegidas contra influências ambientais e têm a capacidade de aderir a muitos tipos diferentes de superfícies, elas podem se espalhar rapidamente para espaços anteriormente não habitados, por exemplo, em edifícios clínicos (MAIKRANZ *et al.*, 2020).

Como membro dos estafilococos, o *Staphylococcus aureus* é reconhecido como um dos principais patógenos humanos causando intoxicações alimentares, infecções de pele e tecidos, até mesmo bacteremia e endocardite. Nas últimas décadas, o *S. aureus* trouxe um impacto significativo na medicina humana, causando sérios encargos médicos e econômicos em muitos países. *S. aureus* é comumente encontrado na natureza e no corpo humano, sendo a garganta e o nariz os locais frequentemente isolados. Além disso, a *S. aureus* ocasionalmente existe no

períneo, reto, axila e genitais. Materiais invasivos, como cateter e *stent*, têm sido considerados um fator de infecções por *S. aureus* (MIAO *et al.*, 2017).

As infecções por *S. aureus* podem variar de lesões cutâneas superficiais, passando por abscessos profundos, até sepse com risco de vida. A diversidade de modalidades de doença tornou a compreensão dos princípios básicos da infecção um desafio. *S. aureus* ocorre principalmente como um comensal humano, principalmente nas narinas de onde é capaz de espalhar a infecção. Muitas infecções por *S. aureus* são iatrogênicas e estão comumente associadas à colonização de dispositivos médicos residentes. Normalmente durante uma infecção, após a invasão, uma reação imune é iniciada por macrófagos e estes liberam citocinas para convocar neutrófilos. Fibrose também ocorre, assim como a morte de muitas das células imunes invasoras que conduzem aos abscessos pus cheio associados com infecções de *S. aureus*. A bactéria *S. aureus* também pode se disseminar e entrar na corrente sanguínea, isso pode levar à sepse, bem como à invasão de outros órgãos, podendo ocorrer novas infecções locais. Assim, a infecção é um processo altamente dinâmico com ampla disseminação e metástases repetidas (POLLITTI *et al.*, 2018).

Como o *Staphylococcus aureus* representa apenas 0,5 a 2% de todas as culturas de urina positivas, o patógeno gram-positivo não é normalmente considerado uma das principais causas de Infecção do Trato Urinário (ITU). No entanto, estudos epidemiológicos recentes indicam que *S. aureus* é uma causa emergente de ITU em populações especiais de pacientes, como mulheres grávidas e aquelas com ITU complicada (WALKER *et al.*, 2017).

De acordo com Autoridade de Segurança Alimentar e Econômica - SAE (2020), a *S. aureus* consegue crescer em ambientes com temperaturas entre 7 e 46°C com temperatura de crescimento entre 35 e 37°C.

Os cocos anaeróbicos facultativos *Staphylococcus aureus* e *Streptococcus mutans* estão entre as bactérias Gram-positivas comuns que formam biofilmes infecciosos. As infecções nosocomiais são frequentemente causadas por bactérias *S. aureus* onipresentes, que são comumente encontradas nas narinas anteriores em humanos e podem entrar no sistema circulatório por meio de uma ruptura epitelial. Osteomielite, infecções residentes em dispositivos médicos, infecções crônicas de feridas, endocardite e periodontite exemplificam as infecções baseadas em biofilme mais prevalentes causadas por *S. aureus* (HODNIK *et al.*, 2014).

Bactérias resistentes a antibióticos, como o *Staphylococcus aureus* Resistente à Meticilina, do inglês, *Methicillin Resistant Staphylococcus aureus*, (MRSA), podem viver em pessoas por muitos anos sem estar doentes. Durante esse tempo, a bactéria pode se espalhar para outras pessoas que entram em contato com a pessoa infectada por MRSA. O número de pessoas com infecções furtivas de MRSA que vivem na comunidade tem aumentado. Como

resultado, os hospitais podem não estar lidando apenas com infecções por MRSA originadas no local, mas também com casos importados da comunidade. Isso dificulta o rastreamento e o controle das infecções por MRSA em hospitais (PEI *et al.*, 2018).

Sobre a resistência dos antibióticos da bactéria *S. aureus*, Cheung *et al.* (2021) cita:

A resistência a outros antibióticos também é comum em *S. aureus*, por exemplo, a resistência aos antibióticos beta-lactâmicos tradicionais (penicilina e derivados) que são sensíveis à beta-lactamase é praticamente onipresente em *S. aureus*. Além disso, o *S. aureus* pode apresentar, muitas vezes na forma combinada, resistência a quase todos os antibióticos disponíveis. A vancomicina continua sendo o antibiótico de último recurso para infecções por MRSA, com cepas altamente resistentes à Vancomicina, do inglês, *Vancomycin Resistant S. aureus*, (VRSA) ocorrendo, mas não se espalhando, provavelmente devido ao custo de adaptação fortemente aumentado que é imposto pelos genes de resistência à vancomicina (CHEUNG *et al.*, 2021).

Encerra-se a explanação de microrganismos, com ênfase na bactéria *S. aureus* e dar-se-á início ao capítulo de materiais e métodos utilizados para a consumação da pesquisa.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 PREPARAÇÃO DE NÃO TECIDOS (NTS)

As soluções contendo nanopartículas com a finalidade para eletrofiação foram preparadas no laboratório Nanotecplasma do Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento da Universidade do Vale do Paraíba (UNIVAP).

Para o preparo dos NTs foi utilizada a solução de Poliacrilonitrila (PAN) com massa molecular de $53,06 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ dispersa em Dimetilformamida (DMF) na concentração de $0,07 \text{ g/L}$.

As nanopartículas de diamante, Biovidro e Prata foram dispersas na solução base de nanofibras de polímero PAN+DMF formando soluções a serem eletrofiadas e formar nanofibras de polímero PAN+Diamante, nanofibras de polímero PAN+Biovidro, nanofibras de polímero PAN+Prata.

Para o preparo destas soluções com nanopartículas foi utilizado uma concentração de $2,5 \text{ g/L}$ das nanopartículas. As soluções de nanopartículas/PAN+DMF foram identificados em frascos de vidro âmbar e com o nome da nanopartícula, concentração, data e autora da pesquisa.

Após a identificação, as soluções ficaram no ultrassom por 40 minutos e na sequência amostras foram armazenadas em geladeira à 8°C .

A eletrofiação foi realizada após 24 h do preparo das soluções. A solução a ser eletrofiada foi acondicionada em uma seringa de vidro de 3 mL contendo uma agulha de metal calibre 19.

O aparato de eletrofiação foi composto por uma fonte de potência com 12 kV, utilizada para aplicar a diferença de potencial entre a ponta da agulha e a placa coletora. A placa coletora foi posicionada 11,5cm de distância da ponta da agulha. O coletor utilizado foi uma placa de cobre revestida com papel alumínio.

Um sistema de bomba contendo uma rosca sem fim com controle elétrico de passo foi utilizado para pressurizar o embolo da seringa a uma velocidade de 2 mL/h a atmosfera ambiente foi controlada com umidade de 35% e a temperatura de $25,9^{\circ}\text{C}$.

A Figura 06 contém uma imagem do sistema de eletrofiação que pertence ao laboratório de Nanotecplasma e foi utilizado para a confecção das amostras.

Figura 06 – Equipamentos Utilizados na Elaboração de Não Tecidos



Fonte: Elaborado pelo autor.

Após o processo de eletrofição, as amostras foram para um forno com atmosfera controlada de gás nitrogênio para o processo de oxidação na temperatura de 235° C. A rampa de subida da temperatura foi de 10° C /min. De acordo com as normas do manual de instrução ao usuário.

O forno utilizado foi o da marca EDGCON Modelo 5P 1800. Este forno foi utilizado com uma rampa de aquecimento até a temperatura de 235° C, com taxa de 10° C por minuto. Na segunda etapa de aquecimento a taxa foi 5° C/min até 950° C.

A Figura 07 contém a imagem do forno utilizado para oxidar as amostras, pode ser visto na parte superior a presença de uma mangueira de silicone, que foi utilizada para controle da entrada de gás nitrogênio.

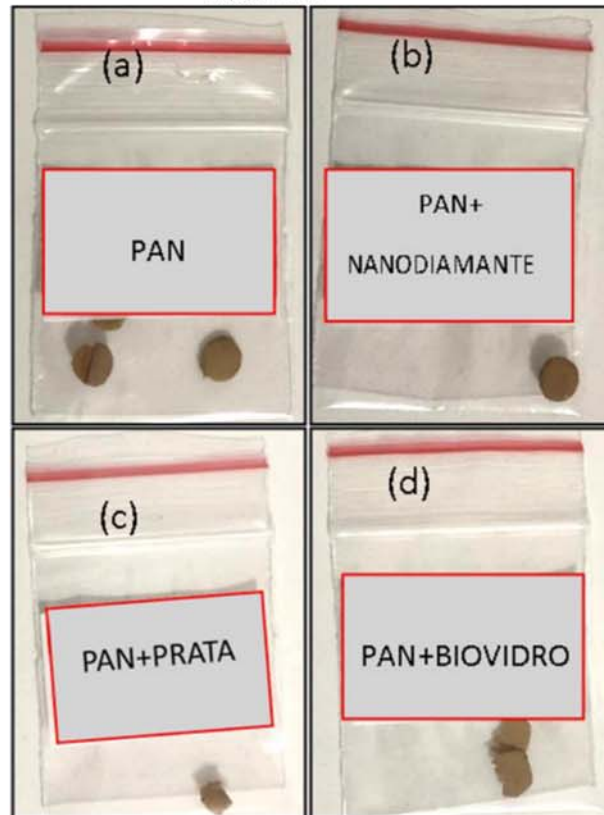
Figura 07 – Forno EDGCON 5P 1800

Fonte: Elaborado pelo autor.

Logo após a etapa de oxidação, as amostras foram armazenadas em plástico zip para posterior corte em formato circular com 5mm de diâmetro por meio de uma furador de folhas. As amostras foram acondicionadas após o corte, no mesmo plástico Zip, sem contato com atmosfera, para nas análises de caracterização.

Uma fotografia das amostras já cortadas pode ser vista na Figura 08. Todas as embalagens foram identificadas e armazenadas protegidas de fonte de calor e umidade.

Figura 08 – Amostras utilizadas no experimento foram: (a) nanofibras do polímero PAN; (b) nanofibras do polímero PAN+DM; (c) nanofibras do polímero PAN+Ag; (d) nanofibras do polímero PAN+BV



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.2 ESPECTROSCOPIA INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

A Espectroscopia por Transformada de Fourier (FTIR, do inglês, *Fourier-Transform Infrared Spectrometry*) é uma variação da técnica de Espectroscopia no Infravermelho (IRS) onde utiliza-se dois feixes de radiação eletromagnética a fim de se obter um interferograma (STUART, 2004; GONÇALVES, 2012).

Para produção do interferograma das amostras de Não Tecido com e sem nanopartículas foi utilizado também o sistema de Reflectância Total Atenuada (ATR) que é um método de amostragem que introduz luz em uma amostra para adquirir informações estruturais e de composição. A razão para a utilização da ATR é a facilidade para análise de amostras sólidas e líquidas (WANG *et al.*, 2019).

As análises de FTIR foram realizadas na Central de Laboratórios Multiusuários (CLM) do IPD- UNIVAP, utilizando-se o equipamento FTIR Modelo Spectrum 400 da Perkin-Elmer

(resolução 4 cm^{-1} , ganho 1, $4000 - 550\text{ cm}^{-1}$), com o acessório universal UATR, contendo ZnSe e diamante e torque de 100 N, 32 *scans* para *background* e 16 *scans* para análise

A Figura 09 contém uma fotografia do equipamento para análise de FTIR do IPD/UNIVAP. As amostras foram analisadas em temperatura ambiente de 25°C .

Figura 09 – Equipamento para análise de FTIR Spectrum 400



Fonte: Elaborado pelo autor.

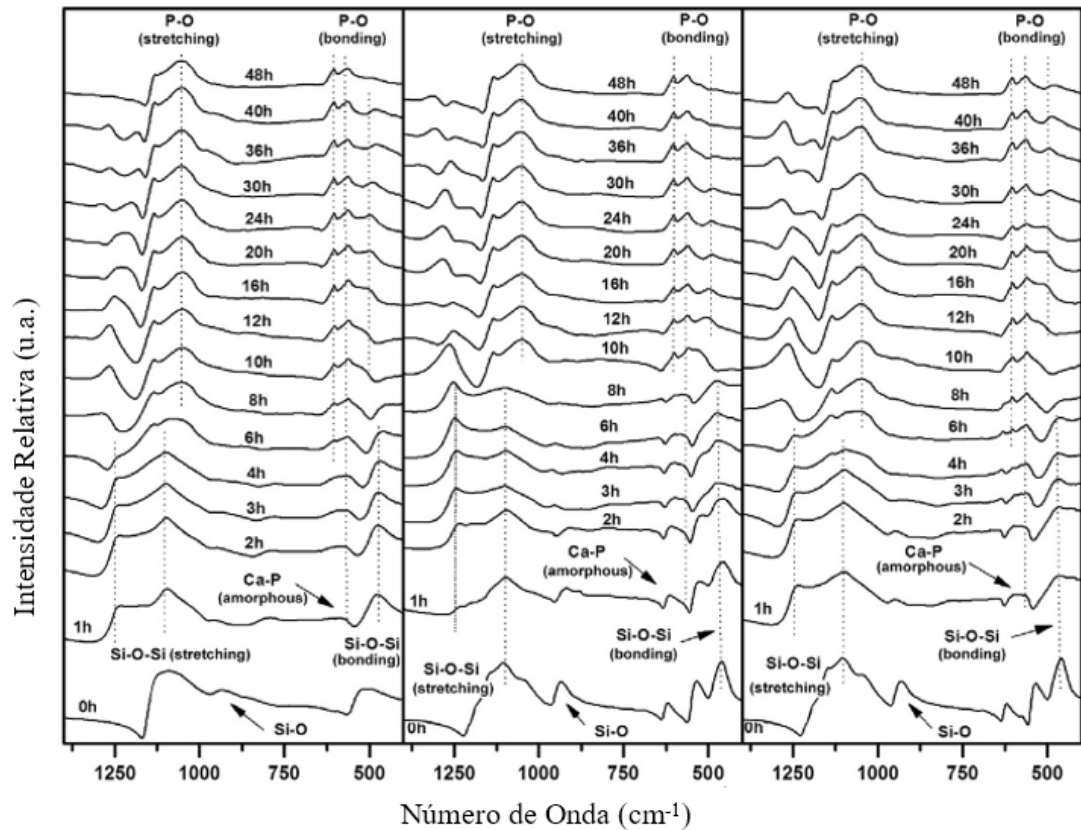
A literatura contém estudos do desenvolvimento do Biovidro utilizado neste trabalho. O trabalho de Crovace e colaboradores (2016), reporta o uso do FTIR na identificação bandas de Si-O-Si e bandas de P-O. As bandas foram estudadas nos espectros analisados entre 2 e 48 horas após imersão em Fluido Corpóreo Simulado, do inglês *Simulated Bodu Fluid* (SBF).

Na Figura 10, do trabalho de Crovace e colaboradores (2016), que após apenas 1 h de exposição ao SBF, uma camada rica em sílica gel (correspondente para o estágio III) foi identificada no espectro dos três materiais.

Uma camada rica em sílica foi confirmada por dois picos correspondentes ao alongamento da ligação Si-O-Si em 1250 cm^{-1} e 1095 cm^{-1} e pelo estreitamento da banda em 470 cm^{-1} .

A intensidade do pico relacionado à ligação Si-O foi observado em 930 cm^{-1} é reduzida devido ao processo de polimerização. Em 1 h, também foi possível identificar a formação de uma fase amorfa de fosfato de cálcio (Ca-P) correspondente ao estágio IV de formação de Hidroxiapatita (HCA). Esta fase foi confirmada por um pico amplo em 560 cm^{-1} .

Figura 10 – Análise de FTIR na identificação bandas de Si-O-Si e bandas de P-O.



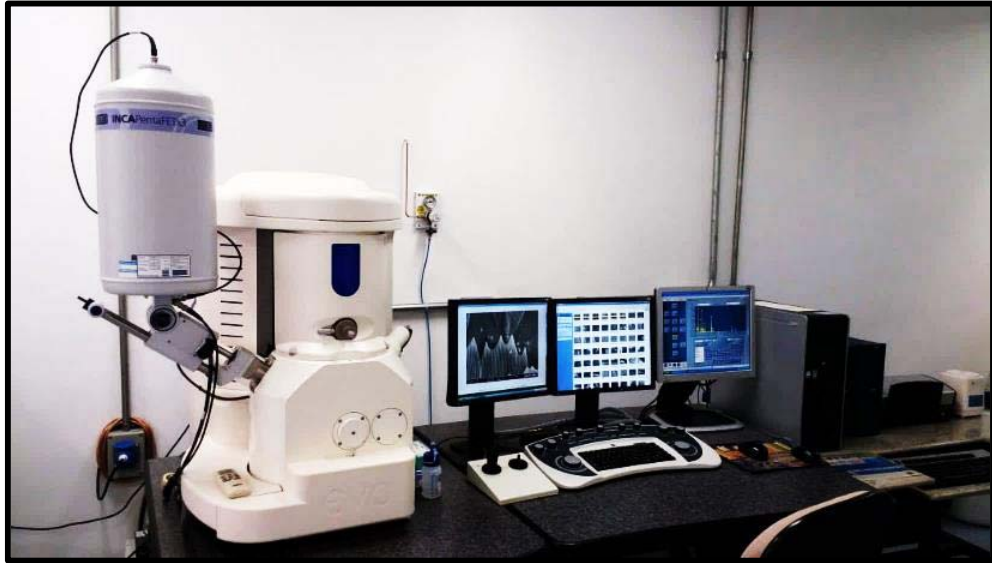
Fonte: Crovace *et al.* (2016)

4.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

O Microscópio Eletrônico de Varredura foi utilizado para as análises morfológicas de superfícies dos não tecidos. Logo após o processo de oxidação das amostras os NTs foram cortados em formato retangular 2x3cm e depositada uma fina camada de ouro para análise via de MEV.

Os parâmetros utilizados foram: Distância de trabalho em 14,5 mm, voltagem de 20 kV e corrente de emissão no interior do canhão 50 pA. O sistema de MEV utilizado foi o modelo MA 10 + EDX INCA Oxford da Central Analítica do IPD/UNIVAP. A Figura 11 contém uma fotografia do equipamento MA 10 + EDX INCA Oxford utilizado para a análise.

Figura 11 – Aparelho modelo MA 10 + EDX INCA Oxford para análise do M.E.V.



Fonte: Elaborado pelo autor.

4.4 ESPECTROSCOPIA RAMAN

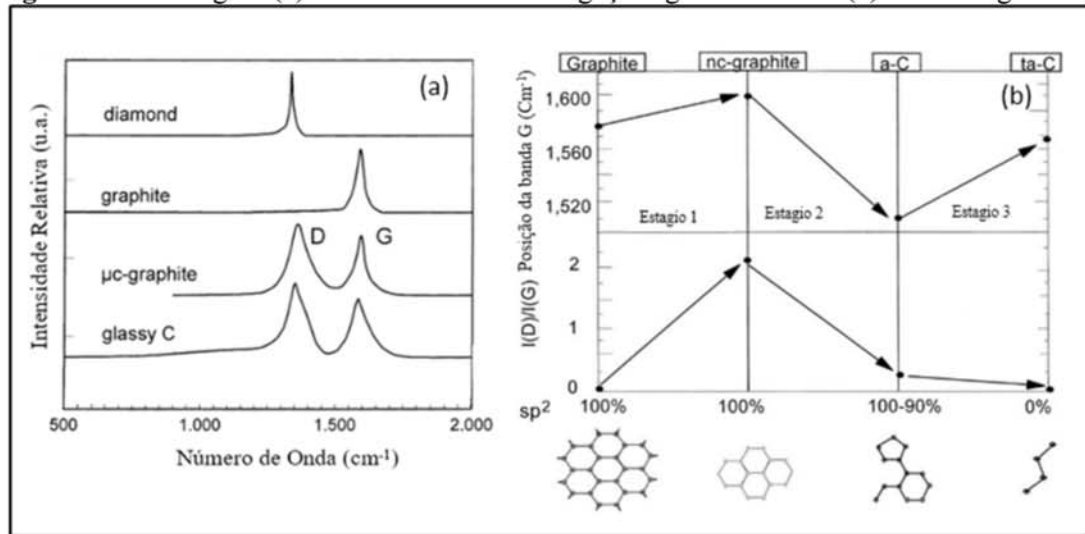
A espectroscopia Raman foi utilizada para analisar a estrutura química dos filmes. O equipamento utilizado para obtenção dos espectros foi o modelo *Labram HR Evolution* do Instituto de Pesquisas Espaciais (INPE).

Nas análises utilizou-se o laser de número de onda de 514 nm. A faixa medida foi de 100 cm^{-1} a 4000 cm^{-1} e os espectros foram obtidos de três acumulações. As medidas foram feitas à temperatura ambiente com ausência de luz branca. Os resultados foram analisados no programa Oring Pro 8.5.

Os processos de oxidação utilizados neste trabalho propiciam a transformação de fase de ligações gráficas podendo causar processos de amorfização na fibra.

O artigo de Robertson (2002) indica que a desordem das ligações gráficas ocorre em torno de 1350 cm^{-1} e o deslocamento da banda para comprimentos de onda maiores indica a grafitação do Carbono, onde o número de onda em 1600 cm^{-1} é característico da banda de grafite e comprimentos de onda entre 1300 cm^{-1} e 1600 cm^{-1} indicam a redução do tamanho de grão nas camadas lamelares do grafite mantidas na forma de anéis aromáticos. Tais características estão ilustradas na Figura 12.

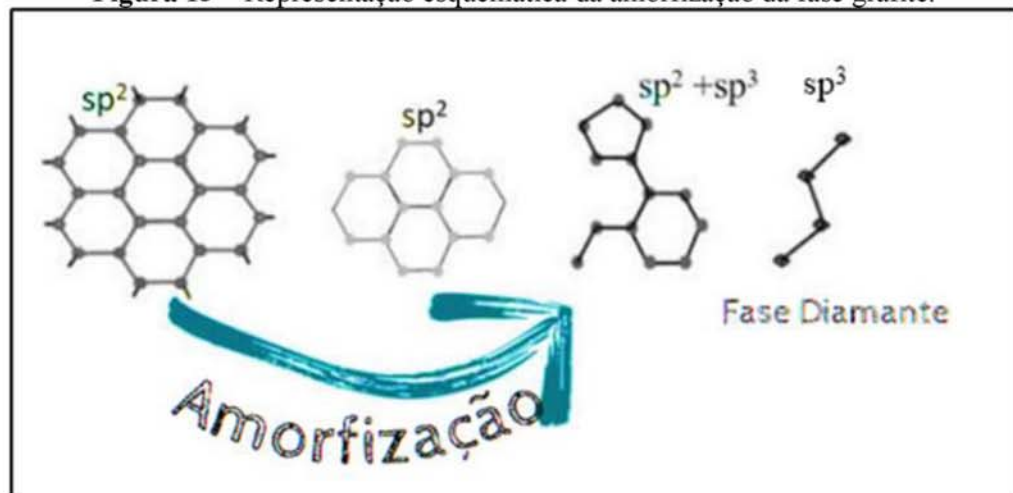
Figura 12 – Na Figura (a) Número de onda das ligações gráficas e em (b) Carbono gráfico.



Fonte: Adaptado de Robertson (2002).

A Figura 13 contém um desenho esquemático do processo de amorfização do grafite sp^2 e a formação da fase diamante sp^3 com a abertura dos anéis gráficas e a formação de ligações sp^3 entre carbonos.

Figura 13 – Representação esquemática da amorfização da fase grafite.



Fonte: Adaptado de Robertson (2002).

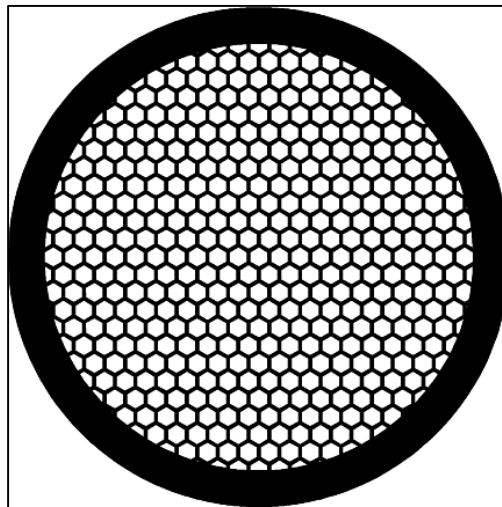
4.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO (MET)

O Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET), modelo JEOL JEM 1.400 da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP).

Foi utilizado nos modos de campo claro e escuro para realçar a presença de nanopartículas nas fibras eletrofiadas. Para a análise as fibras foram depositadas em grades de dimensões 3mm de diâmetro utilizadas como suporte para amostras no MET.

Essas grades (telas) são fabricadas em cobre e revestidas com um filme fino de Carbono. A Figura 14 contém uma fotografia do formato de suporte utilizado nas análises de microscopia de Transmissão.

Figura 14 – Fotografia de grade (tela) utilizada para suporte de amostras do MET.



Fonte: Start BioScience (2022).

4.6 ANÁLISE DE RUGOSIDADE

O princípio da análise é através da interferometria da luz, que passa através da óptica integrada do equipamento e é refletida. A luz refletida é separada por um divisor de feixe em dois fatores. Um feixe incide na amostra e outro na referência. Se a superfície da amostra estiver focalizada, ambos os feixes irão se recombinar e formar um padrão de interferência de luz e sombra na forma de franjas. Assim, a configuração de interferência é recebida pela Câmera Convencional e Câmera Digita (CCD) e o sinal é transferido para o computador que é processado por um software, produzindo uma imagem topográfica da superfície (PAULA, 2018).

A configuração de interferência é recebida pela CCD e o sinal é transferido para o computador que é processado por um software, produzindo uma imagem topográfica da superfície. Sendo possível analisar uma área representativa com maior precisão e não só apenas uma linha como ocorre no perfilômetro de contato.

Com esta técnica pode-se verificar a rugosidade e a topografia tridimensional da amostra. O perfilmetro óptico utilizado foi operado no modo *Vertical Scanning Interferometry* (VSI), com lente de aumento de 2.0 X.

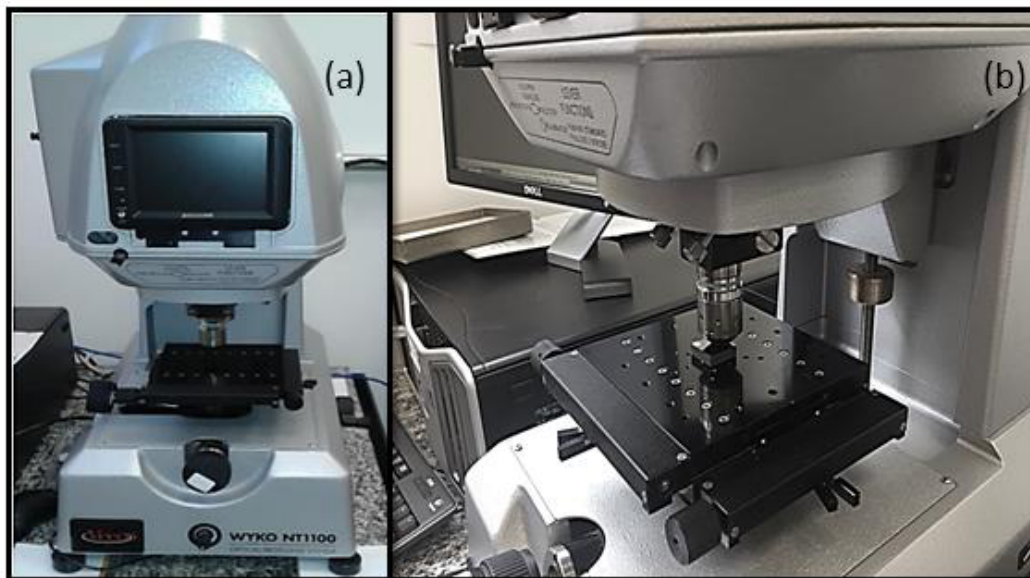
Neste trabalho foi utilizado a Rugosidade Aritmética (R_a) que é definida como a média aritmética realizada dos valores absolutos analisados nas ordenadas no intervalo analisado. (Equação 1).

$$R_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y| \quad (1)$$

A Figura 15 contém duas fotografias do perfilmetro óptico marca WYKO modelo NT 1000 utilizado para análise da topografia e medições de rugosidade.

O equipamento está localizado no Instituto de Pesquisas Espaciais (INPE) de São José dos Campos. Em Figura 15(a) pode ser visto o equipamento em vista frontal e a Figura 15 (b) uma foto do posicionamento de amostra sobre a lente interferométrica.

Figura 15 – Fotografia do Perfilmetro óptico marca WYKO modelo NT 1000 utilizado para análise da topografia e medições de rugosidade.



Fonte: Elaborado pelo autor

4.7 CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)

A análise térmica Termogravimetria (TG) é uma técnica de caracterização que foi utilizada no estudo do comportamento físico e químico das amostras poliméricas de PAN com

e sem a presença de nanopartículas em função da temperatura. Neste estudo, foi analisado a Termogravimetria e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).

Na realização da Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), foi utilizada também nas amostras poliméricas de PAN com e sem a presença de nanopartículas. Com o DSC é possível avaliar a variação de entalpia, entre a amostra e uma referência.

O processo de análise se deu com uma rampa de aquecimento com a variação de 20°C a 1000°C, em uma taxa constante de 10°C por minuto. As análises foram realizadas em atmosfera oxidante e o N₂ foi utilizado como gás de purga.

O ensaio foi realizado perante uma atmosfera de gás nitrogênio (N₂). O equipamento pode medir a variação da entalpia em função da temperatura da amostra.

As variações de entalpia indicam os pontos em que a amostra sofreu reações exotérmicas ou endotérmicas ao longo do experimento.

Com o TG é possível analisar a variação da massa com a temperatura, sua Derivada Primeira (DTG), que resulta em uma curva com picos mais definidos.

Com o objetivo de analisar comparativamente a variação de entalpia, perda de massa e degradação de grupos funcionais de não tecido eletrofiados de em nanofibras do polímero PAN com e sem nanopartículas de: Prata, Nanodiamante e Biovidro, a fim de averiguar a influência do tipo de nanopartícula na entalpia, na perda de massa e degradação de grupos funcionais de não tecido eletrofiados.

Para a análise das amostras via TG e DSC foi utilizado o analisador térmico, Netzsch STA 449 F3 Jupiter localizado no IPD – UNIVAP. A Figura 16 contém uma fotografia do equipamento que está localizado no IPD/UNIVAP.

Figura 16 -Equipamento Netzsch STA 449 F3 Jupiter.



Fonte: Elaborado pelo autor

A Figura 17 contém uma fotografia do cadinho de óxido de alumínio utilizado para as análises de DSC e TG. Para o ensaio de TG e DSC as amostras de nanofibras do polímero PAN pura, nanofibras do polímero PAN+ nanodiamante, nanofibras do polímero PAN+ Nanoprata e nanofibras do polímero PAN + Biovidro, foram cortadas no diâmetro de 5mm e acondicionadas até a realização do teste.

Figura 17 – Cadinho usado para a análise térmica



Fonte: Elaborado pelo autor

4.8 BIOATIVIDADE EM PRESENÇA DA BACTÉRIA *Staphylococcus aureus*.

Na literatura existem vários protocolos para ensaios bactericida e o método utilizado neste trabalho foi o método de difusão que faz parte de um dos três critérios que podem ser selecionados para composição de NT antimicrobiano de acordo com a “International Organization for Standardization”, em português brasileiro, Organização Internacional de Normalização (ISO) 20743: 2013 (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, 2013).

Sobre a normativa, dispõe: ISO 20743: 2013 específicos métodos de teste quantitativos para determinar a atividade antibacteriana de todos os produtos têxteis antibacterianos, incluindo não tecidos (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, 2013).

Com base na aplicação pretendida e no ambiente em que o produto têxtil será usado e nas propriedades da superfície têxteis, o usuário pode selecionar o mais adequado para o processo de inoculação.

Para melhor entendimento da escolha da metodologia, a seguir estão descritos os três métodos dos mais utilizados para determinação da atividade antibacteriana conforme a ISO (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, 2013).

1. O método de absorção é um método de avaliação em que a suspensão bacteriana de teste é inoculada diretamente nas amostras;
2. O método de transferência é um método de avaliação em que as bactérias de teste são colocadas em uma placa de ágar e transferidas para as amostras.
3. O método de impressão é um método de avaliação em que as bactérias do teste são colocadas em um filtro e impressas nas amostras.

Para este estudo, foi utilizado o método de absorção. O método de absorção foi executado em uma placa com 96 poços onde as amostras foram distribuídas nos seguintes grupos: nanofibras do polímero PAN pura, nanofibras do polímero PAN+ Biovidro, nanofibras do polímero PAN+ diamante nanofibras do polímero PAN+ Prata, nanofibras do polímero PAN oxidado, nanofibras do polímero PAN+ Biovidro oxidado, nanofibras do polímero PAN+ diamante oxidado, nanofibras do polímero PAN+Prata oxidado e Meio+ bactéria.

A Figura 18 contém uma Figura esquemática com a organização dos grupos.

Antes de executar o ensaio do método de absorção, faz-se necessário uma avaliação da existência de cepas ativas no meio de cultura conforme descrito a seguir na Figura 18:

Figura 18- Placa de 96 poços para meio de cultura com a organização dos grupos

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
A	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	Coluna 1 - PAN pura
B	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	Coluna 2 - PAN+biovidro
C	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	Coluna 3 - PAN+diamante
D	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	Coluna 4 - PAN+prata
E	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	Coluna 5 - PAN oxidado
F	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	Coluna 6 - PAN+biovidro oxidado
G	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	Coluna 7 - PAN+diamante oxidado
H	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	●	Coluna 8 - PAN+prata oxidado
													Coluna 9 - Meio+bactéria

Fonte: Elaborado pelo autor

4.8.1 Ativação de cepa bacteriana

A cultura bacteriana de *Staphylococcus aureus* (ATCC n°25923), foi incubada utilizando o meio BHI (*Brain Heart Infusion* – Sigma – Aldrich®) por 24 horas a em estufa 37°C. Após este período foi feita a leitura de uma alíquota da cultura 200µL em espectrofotômetro (*Elisa Spectra Count™ Packard*, USA) utilizando filtro de 570 nm.

4.8.2 Atividade antibacteriana

Para análise da atividade bacteriana nas amostras de (nanofibras do polímero PAN; nanofibras do polímero PAN+ Biovidro ; nanofibras do polímero PAN+ diamante; nanofibras do polímero PAN+ Prata; nanofibras do polímero PAN oxidado; nanofibras do polímero PAN+ Biovidro oxidado; nanofibras do polímero PAN+ diamante oxidado; nanofibras do polímero PAN+Prata oxidado) foi adicionado uma alíquota de 300 µL do meio Luria Bertani (LB) e, sequencialmente, uma alíquota de 5 µL na concentração da cepa ativa de *Staphylococcus aureus* (ATCC n°25923). A placa foi incubada em estufa a 37°C por 24 horas.

A correlação da concentração de cepa por alíquota é medida com o uso do espectrômetro ótico e existe uma correlação de contração por número de onda para cada tipo de cepa. No caso da *Staphylococcus aureus* (ATCC n°25923) a correlação esta apresentada no Tabela que contém o número de célula e os respectivos comprimentos de onda.

A Tabela 01 contém a relação entre a Densidade Optica (DO) e as Unidades Formadoras de Colônia (UFC) da bactéria *Staphylococcus aureus* no espectrômetro:

Tabela 1- Correlação entre a Densidade Óptica (DO) e as Unidades Formadoras de Colônia (UFC) da bactéria *S. aureus*.

UFC/mL	<i>S. aureus</i> 490 nm
10⁸	1,175
10⁷	0,447
10⁶	0,374

Fonte: Elaborado pelo autor

Após este período foram retiradas as amostras e uma alíquota de 200 µL do sobrenadante foi transferido para uma nova placa de 96 poços para realização da leitura da absorbância em espectrofotômetro (*Elisa Spectra Count™ Packard*, USA) a 570 nm.

Nesta etapa é possível avaliar se houve redução da concentração de cepas presentes no sobrenadante. Esta redução pode indicar aderência da cepa nas amostras ou apoptose celular. Para esta avaliação é desejável apoptose celular sem aderência de cepas nos NTs.

Essa correlação é mostrada na equação abaixo segundo Arcos, Ossa e Díaz (2004), onde Y é a concentração de células em UFC por mL de solução e X é a absorbância das culturas bacterianas. Seguindo essa Equação, o resultado obtido para Y deve ser multiplicado por 10⁸.

$$Y = -0,173 + 21,186 * X \quad (2)$$

4.8.3 Análise Estatística

Para o experimento da atividade antibacteriana os gráficos foram realizados utilizando software GraphPad Prism® 8 comparando médias de 03 experimentos independentes pelo teste de ANOVA *Two-way* ($P < 0,0001$) e confirmados pelo teste de Tukey. Estabelecendo o nível de significância estatística de 5% ($p \leq 0,05$).

Os dados são apresentados como média e Desvio Padrão e a significância é apresentada por asteriscos entre as amostras. A repetição dos asteriscos indica o número de Algarismos significativos de significância.

4.9 MOLHABILIDADE

A molhabilidade é a capacidade de um líquido aderir à superfície de um material na forma de gotículas. Quanto maior a força adesiva, maior será a área de contato entre a gota e a superfície, aumentando a capacidade do líquido penetrar na superfície (NASCIMENTO, 2015).

A molhabilidade é um fenômeno diretamente influenciado pela energia livre superficial e a chave para o desenvolvimento de materiais com molhabilidades específicas está no seu conhecimento (KEHRWALD, 2009).

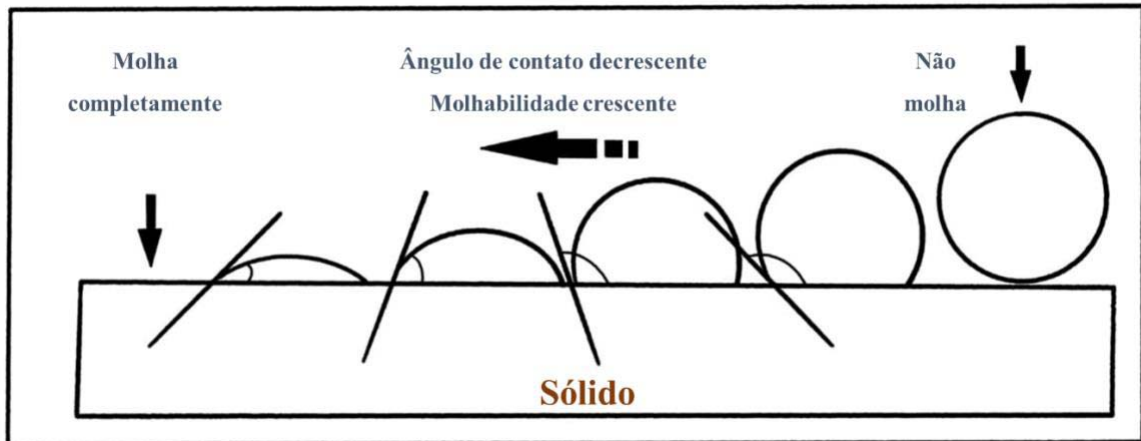
Pode-se identificar dois estados quando uma gota do líquido entra em contato com uma superfície sólida: de espalhamento, quando o líquido tende a ocupar uma grande área da superfície e de não espalhamento, quando o líquido ocupa uma área menor da superfície do sólido. Para o caso em que o líquido em questão for água, denomina-se o estado de espalhamento como hidrofílico e o de não espalhamento como hidrofóbico (ZANCAN, 2017).

“O valor do ângulo de contato (também conhecido como ângulo de molhabilidade) entre um determinado líquido e uma superfície sólida é uma grandeza importante” para este trabalho no entendimento da hidrofiliicidade ou hidrofobicidade dos NTs. Pois mediante os valores medidos de energia de superfície e ângulo de contato é possível determinar e avaliar a capacidade de molhabilidade da superfície (EVANGELISTA, 2016, p. 48).

A molhabilidade pode ser estudada a partir de várias técnicas experimentais, sendo as mais conhecidas a elevação de um líquido em um capilar e o espalhamento de uma gota líquida sobre uma superfície sólida. Os métodos para caracterizar a molhabilidade são diversos e incluem algumas técnicas como a da gota séssil (*sessile drop* – SD), gota distribuída (*dispensed drop* – DP), gota transferida (*transferred drop* – TD), gota pendente (*pendant drop* – PD), máxima pressão da bolha (*maximum bubble pressure* – MBP), peso da gota (*drop weight* – DW), entre outras (LUZ; RIBEIRO; PANDOLFELLI, 2008, p. 177).

Para determinar e quantificar a molhabilidade foi utilizado o método de ângulo de contato, conforme ilustrado na Figura 19, adaptada de Nascimento (2015).

Figura 19- Comportamento do Fluido na Superfície Através da Medição do Ângulo de Contato.



Fonte: Adaptado de Nascimento (2015).

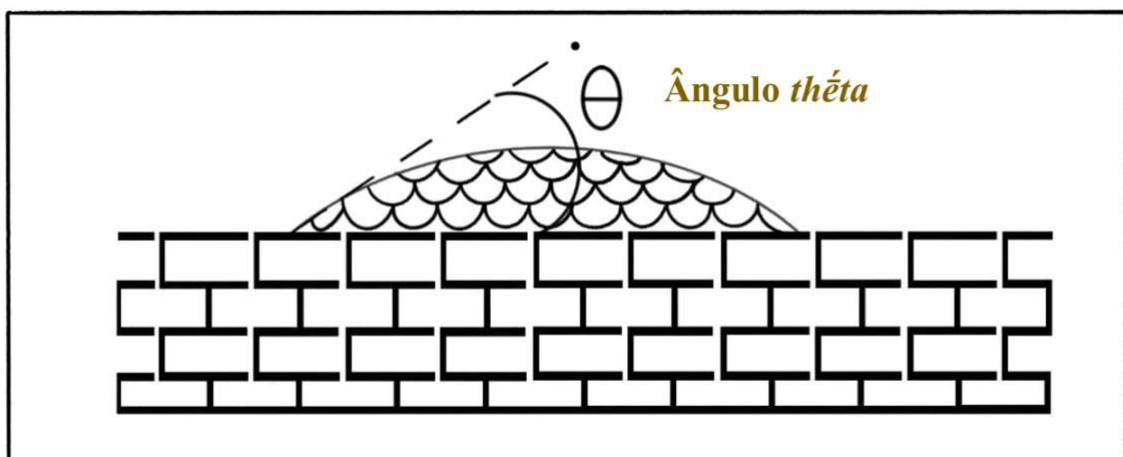
Define-se ângulo de contato pela tangente da superfície do líquido e uma superfície horizontal, conforme a Figura 19.

Segundo Moita Neto (2006, p. 671-672)

“Ao medir o ângulo de contato com que uma gota fica na superfície, pode caracterizá-la quanto à capacidade de molhamento; quando menor que 90° , pode-se considerar que a superfície é molhada pelo líquido (hidrofílica), porém se os ângulos forem maiores que 90° , caracterizam-se superfícies hidrofóbicas.”

A Figura 20 contém uma representação esquemática da medição do ângulo de contato, representado por *theta*, em relação a superfície, adaptado por Burkarter (2006)

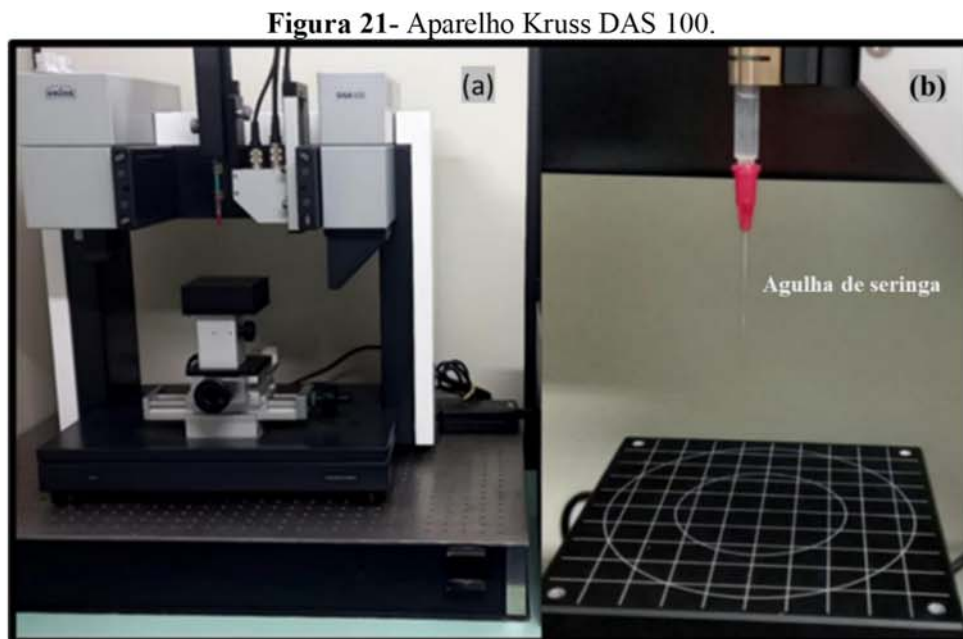
Figura 20- Medição do Ângulo de Contato a Partir da Tangente da Superfície do Líquido a Partir da Superfície Horizontal



Fonte: Adaptado Burkarter (2006).

Para a realização do teste de ângulo de contato foi utilizado o método de gota séssil. Consiste em utilizar $2\mu\text{L}$ de uma gota de água deionizada a partir de uma agulha de seringa e $2\mu\text{L}$ de diiodometano na temperatura de 20°C .

A Figura 21 (a) representa o aparelho goniômetro modelo Kruss VEJA100 do IPD/UNIVAP utilizado para analisar o valor do ângulo de contato a partir de uma gota séssil conforme Figura 21 (b)



Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 22 representa os fatores que influenciam na medida do ângulo de contato, de acordo com Shaw (1975)

Figura 22- Fatores que influenciam na medida do ângulo de contato.

Contaminação da superfície líquida

- Provoca a diminuição do ângulo a ser medido

Rugosidade

- Maior grau de heterogeneidade das superfícies sólidas em relação as superfícies líquidas

Efeito histerese

- Condição de retrocesso

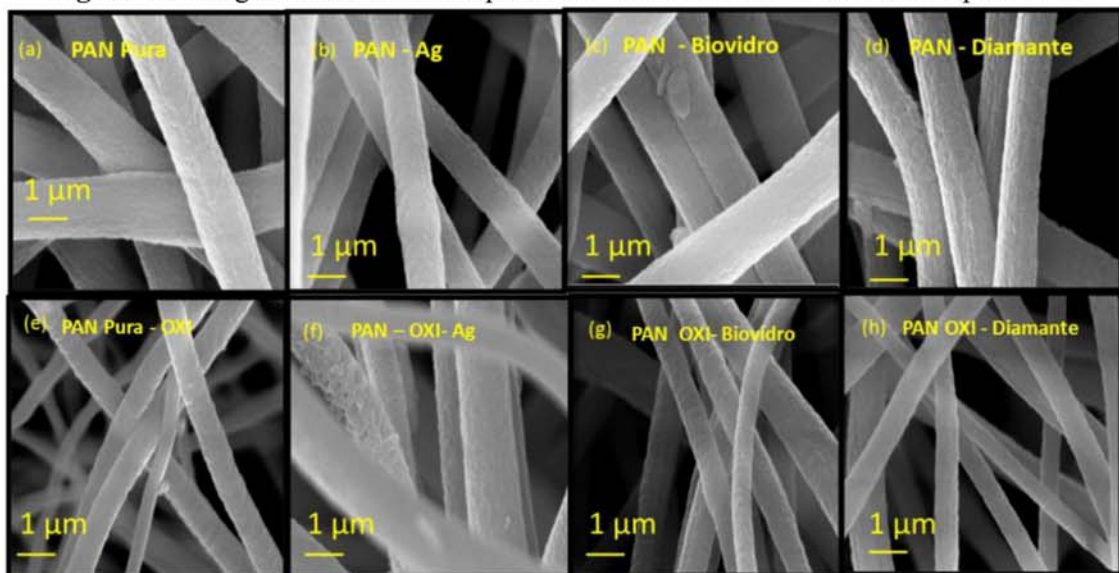
Fonte: Adaptado Shaw (1975).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Na Figura 23 contém 8 imagens obtidas das amostras de não tecidos carbonizados com e sem nanopartículas em sua estrutura. Pode ser visto que a fibra eletrofiada contém diâmetro aproximado de 1 micrômetro (μm), baseada na aproximação de distribuição Gaussiana. Observa-se também que a fibra contém textura 55actéria55iz. Al-Attabi e colaboradores produziram uma fibra com morfologia semelhante e com enrugamento superficial semelhante (AL-ATTABI *et al.*, 2019). Pode-se observar que a fibra do polímero PAN – Ag oxidada apresentada na Figura 23(f) apresenta também uma evidência da textura rugosa.

Figura 23- Imagens de nanofibra de polímero PAN oxidada com e sem Nanopartículas.



Fonte: Elaborado pelo autor

Segundo Al-Attabi e seus colaboradores (2019, p. 500-501)

As propriedades morfológicas de nanofibras eletrofiadas, como diâmetro da fibra, densidade de empacotamento e estrutura da superfície afetam significativamente o desempenho da produção de fibras. Além disso, a preparação de nanofibras híbridas podem também fornecem uma maneira fácil de controlar a morfologia e as propriedades da superfície de nanofibras eletrofiadas.

As estruturas rugosas fornecem área de superfície específica altamente eficaz, capaz de aumentar a eficiência da filtração do ar, ao mesmo tempo aumentando a distância média entre as fibras, reduzindo assim a queda de pressão através do material durante a filtração. O efeito da rugosidade em toda a superfície das nanofibras suporta a adsorção de gás e aumenta a propriedade antiderrapante e a estagnação das partículas de aerossol na superfície de fibras, proporcionando alta eficiência de filtração do ar e obtendo forte adesão de partículas de aerossol na superfície dessas fibras (ZHANG *et al.*, 2017).

5.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO

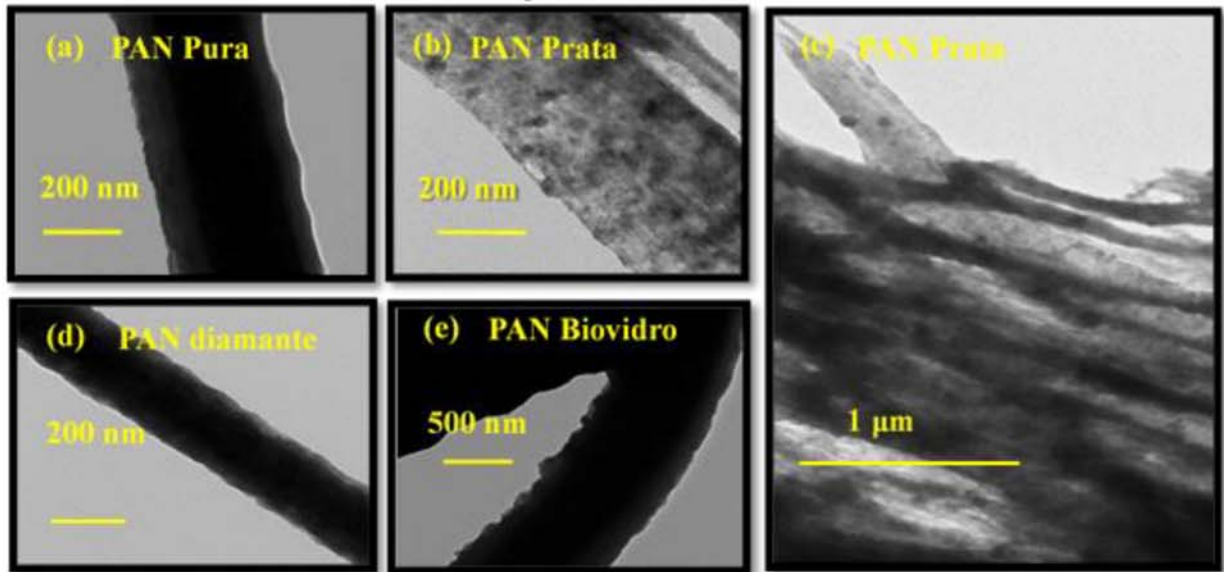
A Figura 24 contém cinco imagens obtidas no modo de campo claro via microscópio eletrônico de transmissão realizados na Universidade Estadual de Campinas, no Instituto de Química. Pode ser observado a morfologia da superfície e o interior das fibras em magnificações que variaram de 200 nm a 1 μ m. A variação das magnificações foi realizada para melhor visualização da resolução em escala nanométrica

A Figura 24 (a) contém uma imagem da amostra de PAN pura com magnificação de 200 nm. Pode ser visto nesta Figura que a fibra está em escala nanométrica e a espessura da fibra não propiciou uma condição de transmissão da luz, resultando em uma imagem mais escurecida. As mesmas características de densificação da fibra foram observadas, nas Figuras 24 (d) e (e).

A Figura 24 (b) contém uma vista de superfície longitudinal das fibras do polímero de PAN+ prata e pode ser observado também nesta Figura que as fibrilas de polímero são orientadas de preferência na direção paralela ao eixo longitudinal. Isso se deve ao fato de que o processo de eletrofiação propiciou a organização das cadeias moleculares constituintes do polímero e seus derivados. A Figura 24 (c) contém uma magnificação de 1 μ m podendo ser observado uma região maior da fibra com orientação horizontal e com a possível presença de nanopartículas de Prata.

A condutividade das nanofibras também estão relacionados com a redução do diâmetro médio da fibra conforme o diâmetro diminui de 260 nm a 140 nm. Isso pode ser atribuído ao efeito de condutividade intrínseca ou a densidade ou ambos (CHRONAKIS, 2005; CETINER *et al.*, 2010).

Figura 24- Fotomicrografia adquirida por Microscopia Eletrônica de Transmissão das Nanofibras PAN Pura (a), nanofibra de polímero PAN Prata (b, c), nanofibra de polímero PAN Diamante (d), nanofibra de polímero PAN Biovidro (e)



Fonte: Elaborado pelo autor.

Analisando comparativamente as micrografias das fibras de PAN com e sem nanopartículas via Microscopia Eletrônica de Varredura apresentados na Figura 23 e via Microscopia Eletrônica de Transmissão, apresentados na Figura 24, pode-se observar que as fibras visualmente se apresentam uniformes, homogêneas, com textura rugosa e possuem formato cilíndrico, evidenciando assim que o processo de obtenção das fibras em escala manométrica foi adequado.

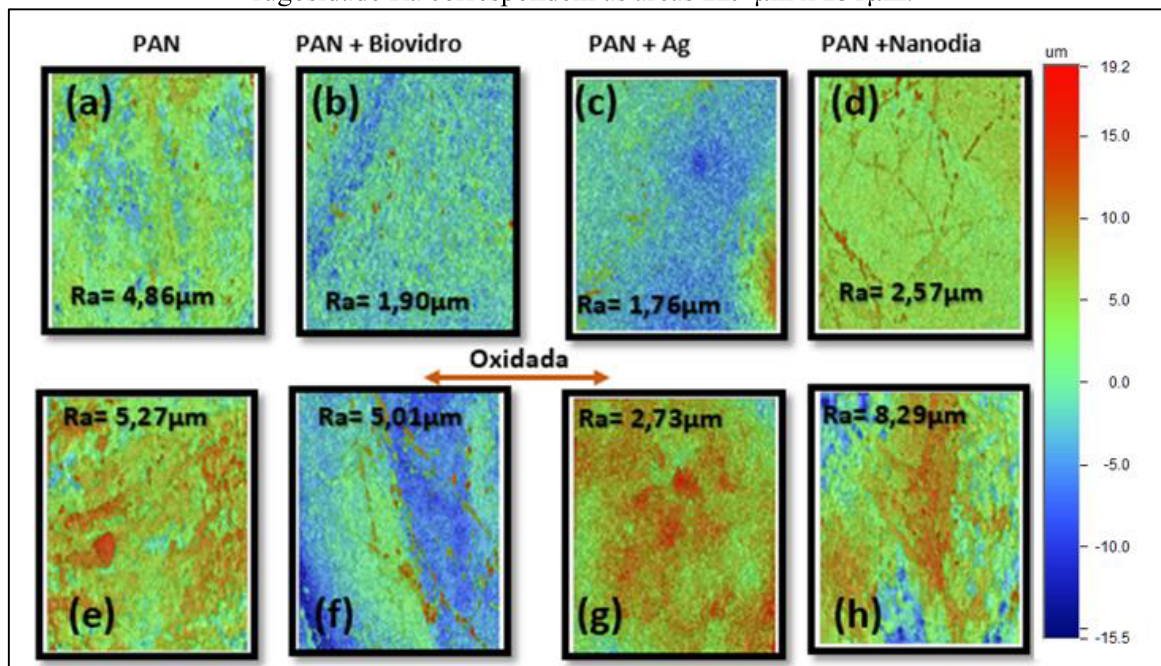
Estudos prévios com não tecidos poliméricos a base de PAN e PAN + Prata, apresentam imagens dos meios filtrantes obtidas do MEV e a distribuição do diâmetro das fibras. Também apresentando as fibras uniformes, homogêneas, sem porosidade e possuem formato cilíndrico, com diâmetros de fibras de aproximadamente 250 nm, baseada na aproximação de distribuição Gaussiana (BORTOLASSI, 2019).

Outros estudos verificaram que quando a porcentagem em peso do composto é reduzida os diâmetros médios das nanofibras também são reduzidos de 340 para 140 nm. Isto é, os baixos diâmetros médios de nanofibras provavelmente resultam do peso molecular relativamente baixo de polímeros condutores (CHRONAKIS; GRAPENSON; JAKOB, 2006; BALINT; CASSIDY; CARTMELL, 2014).

5.3 ANÁLISE DE RUGOSIDADE

A Figura 25 contém o resultado das análises de rugosidade das amostras das fibras poliméricas de PAN. Na imagem a presença de cores vermelhas indicam os picos, e na cor azul os vales. Neste trabalho foram realizadas medições de rugosidade em áreas de $229\mu\text{m} \times 231\mu\text{m}$.

Figura 25- Resultado da medição de rugosidade da amostra do nanofibras polímero de PAN, PAN + Prata, PAN + Diamante, PAN + Biovidro, PAN oxidada, PAN Não oxidada. Os resultados de rugosidade Ra correspondem as áreas $229\mu\text{m} \times 231\mu\text{m}$.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A amostra de nanofibra do polímero PAN+ nanodiamante oxidada possui maior rugosidade média ($8,29\mu\text{m}$), seguido por nanofibra de polímero PAN oxidada ($5,27\mu\text{m}$), nanofibra de polímero PAN oxidada ($5,01\mu\text{m}$), nanofibra de polímero PAN ($4,86\mu\text{m}$), nanofibra de polímero PAN + Ag oxidada ($2,73\mu\text{m}$), nanofibra de polímero PAN+ nanodiamante ($2,57\mu\text{m}$), nanofibra de polímero PAN + Biovidro ($1,90\mu\text{m}$) e nanofibra de polímero PAN + Ag ($1,76\mu\text{m}$) com menor rugosidade.

Observa-se entre os grupos sem oxidação (a-d) e com oxidação (e-h) que o processo de oxidação aumentou a rugosidade em todas as amostras. A literatura indica que a rugosidade pode aumentar também com o aumento da concentração de Dimetilsulfóxido (DMSO) na solução a ser eletrofiada.

Yu Wang e colaboradores observaram via análise de microscopia de força atômica realizada no topo de uma fibra, que a rugosidade variou de 2 a 6nm com o aumento da concentração de DMSO. Os valores medidos foram da ordem de 1-8 micrometros sendo os maiores valores medidos nas amostras oxidadas (WANG *et al.*, 2018).

Segundo Li e colaboradores a morfologia da superfície das fibras é herdada de seu precursor, e isso é determinado principalmente pelo processo de fiação usado para produzir as fibras precursoras. Além disso, a oxidação torna a superfície mais irregular, sendo relacionado ao efeito reativo do Oxigênio na formação da morfologia da superfície das fibras (LI *et al.*, 2015).

Isso pode ser justificado ao investigar os efeitos de vários fatores na formação da morfologia da superfície das fibras ou membranas verificou que parâmetros estudados incluem o tipo de solvente (MAHMOD *et al.*, 2011), composição do coagulante, razão de estiramento (YU; CHOU; YANG, 2006), peso molecular (SAWAI; FUJII; KANAMOTO, 2006) e método de fiação (GU; WU; JIE, 2008).

Considerando que o aumento de rugosidade é propício para ancoragem de outros compostos, alguns autores reportam a morfologia da fibra de polímero de PAN contendo região levemente estriada, com sulcos pouco profundos, semelhante aos nossos resultados. Embora não tenha utilizado compostos ácidos para a impregnação, a rugosidade média, se assemelham aos resultados deste trabalho com os grupos PAN oxidada, conforme reportado previamente por Josso, Burton e Lalor (2002); e Yang e Xu (2007).

No estudo de Tokuda e colaboradores, a superfície das nanofibras com nanopartículas de diamante pode-se observar planos e com duas linhas de borda em degrau de bicamada única (TOKUDA *et al.*, 2008).

O mesmo artigo mostra também que as nanopartículas de diamante ficaram posicionadas a partir da borda esquerda da fibra. Desse modo, a superfície da fibra de PAN com nanodiamante de Tokuda e colaboradores apresentou uma rugosidade média de 1,17 μm . Assim, a morfologia da superfície é semelhante aos polímeros de NT com nanodiamante produzidos neste trabalho

Na Tabela 02 contém a medição da rugosidade de acordo com alguns autores como auxílio para a interpretação dos resultados.

Tabela 2- Medição de Rugosidade

Nanofibras Poliméricas de PAN		Rugosidade Aritmética (Ra) (μm)	Referência
PAN	PAN	4,86	WANG et al., 2018
	PAN + Biovidro	1,90	ROCTON et al., 2020
	PAN + Ag	1,74	WANG et al., 2007
	PAN + Nanodiamante	2,57	TOKUDA et al., 2008
PAN oxidada	PAN oxidada	5,27	LI et al., 2015
	PAN + Biovidro oxidada	5,01	LI et al., 2015
	PAN + Ag oxidada	2,73	LI et al., 2015
	PAN + Nanodiamante oxidada	8,29	LI et al., 2015

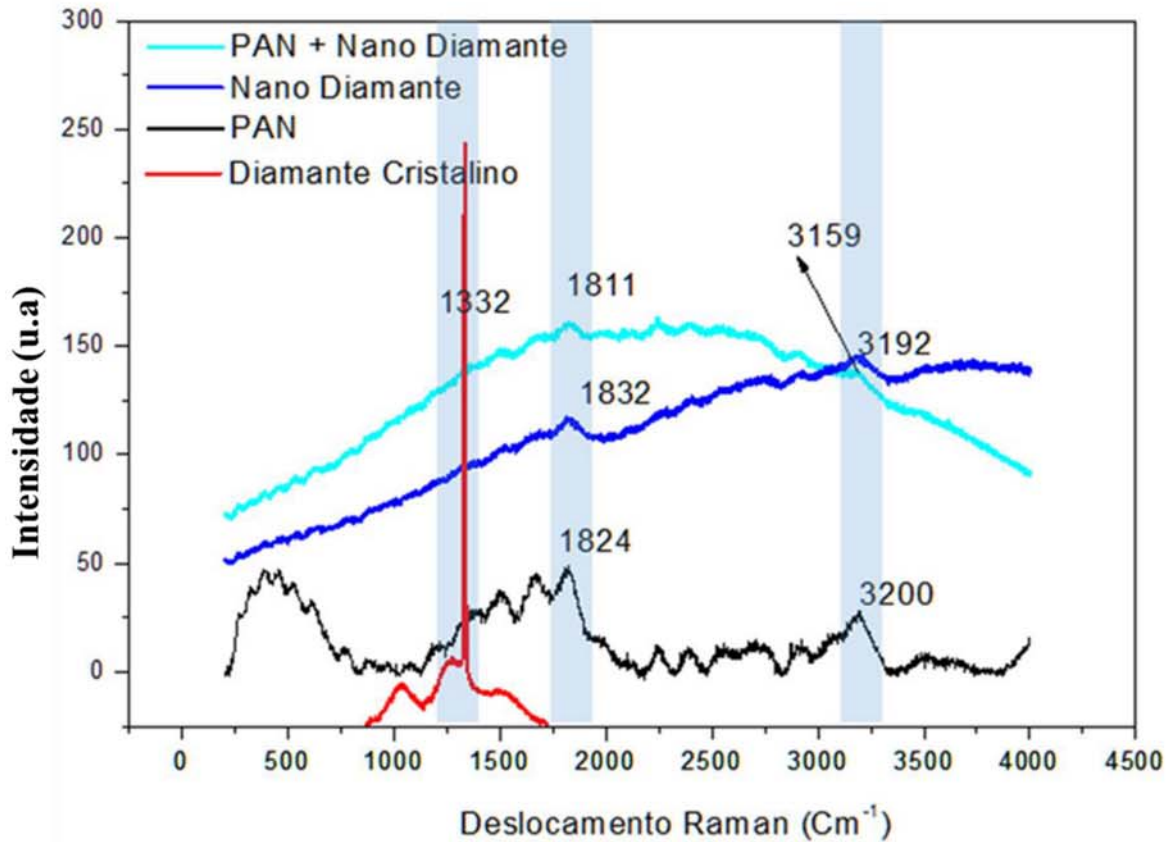
Fonte: Elaborado pelo autor.

5.4 ESPECTROSCOPIA RAMAN

A formulação original do Biovidro “*bioglass*” ($\text{SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5\text{-CaO-Na}_2\text{O}$) indica a sílica como o principal componente. A precipitação dos íons de cálcio no processo de produção, produz o fosfato e forma a hidroxiapatita proveniente dos componentes iônicos.

Pode ser observado na Figura 26 uma banda de maior intensidade em 1332 cm^{-1} referente ao diamante puro.

Figura 26- Espectros Raman da PAN com e sem nanodiamante comparado aos cristais de nanodiamante e diamante monocristalino.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A PAN com e sem nano partículas apresentou uma complexidade de bandas menores distribuídas por toda a extensão espectral estudada. Este padrão é característico de material amorfo e pode ser estabelecida como estiramento simétrico e assimétrico da ligação C-H. (BOKOBZA, 2021).

Por meio da análise dos espectros Raman, pode ser visto também efeitos mais sutis ao inspecionar os espectros, bem como as vibrações de uma molécula complexa consistindo em vibrações diatômicas considerando os grupos maiores de átomos da molécula de poliestireno. Conforme os comprimentos de onda 1332 cm^{-1} , 1811 cm^{-1} , 1824 cm^{-1} , 1832 cm^{-1} .

Pode ser visto também no espectro Raman da Figura 26 que o diamante monocristalino em linha vermelha apresenta uma banda distinta em 1332 cm^{-1} .

Conforme Alves e seus colaboradores (2008), $1332,1\text{ cm}^{-1}$ é a posição do pico Raman do diamante natural, o pico de diamante quando centrado em 1332 cm^{-1} denota uma melhoria na qualidade do filme de diamante.

O espectro de polímero de PAN + nanodiamante está apresentado com linha na cor azul ciano, demonstrando, nas posições de deslocamento em torno de 1832 cm^{-1} e 3192 cm^{-1} que a produção das nanofibras contém informações tanto do de polímero PAN e nanodiamante.

A Tabela 3 contém informações referente aos números de ondas encontrados de valores idênticos e/ou aproximados na literatura nas análises de Raman do nanodiamante

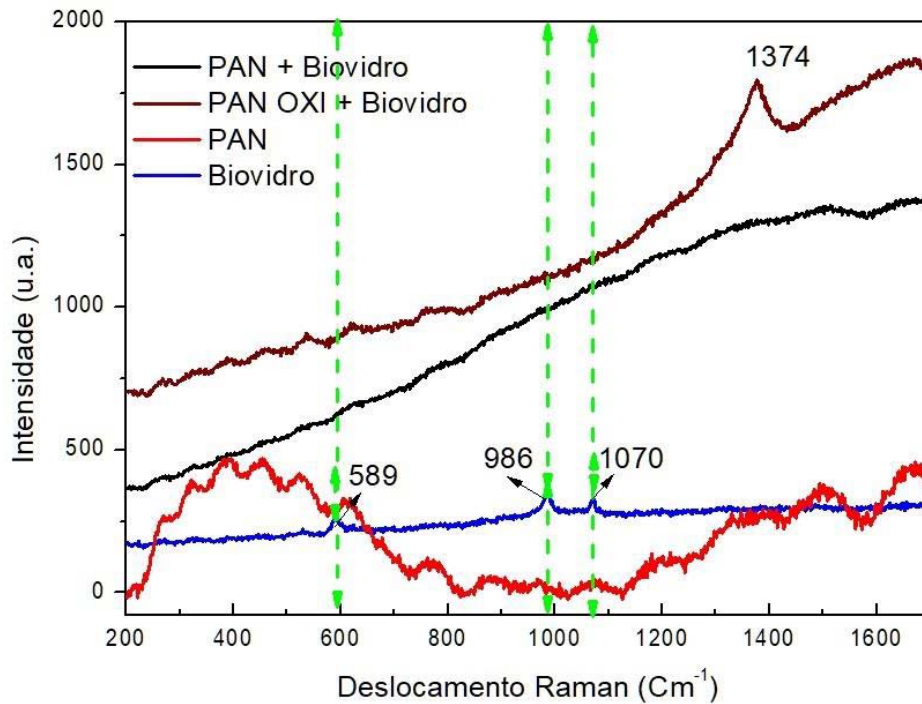
Tabela 3- Análise de Raman das Funções Químicas da Nanodiamante.

Número de onda (cm^{-1})	Função Química	Descrição	Referência
1332	C-C	Ligação do carbono sp^3	GORELIK; PYATYSHEV; 2020
1811, 1824, 1832	C-C	Vibração da ligação carbono-carbono em estruturas cristalinas	JORIO; SOUZA FILHO; 2016
3159, 3192, 3200	C-H	Vibração de estiramento simétrico da ligação C-H	BOKOBZA, 2021

Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 27 contém um gráfico de intensidade em função do deslocamento Raman em cm^{-1} do Biovidro, PAN+ Biovidro, PAN e PAN+ Biovidro oxidado. Observa-se que o espectro do Biovidro em linha azul contém bandas distintas nas posições de 589 cm^{-1} , 986 cm^{-1} e 1070 cm^{-1} .

Figura 27- Espectros Raman da nanofibra de polímero PAN com e sem Biovidro.



Fonte: Elaborado pelo autor.

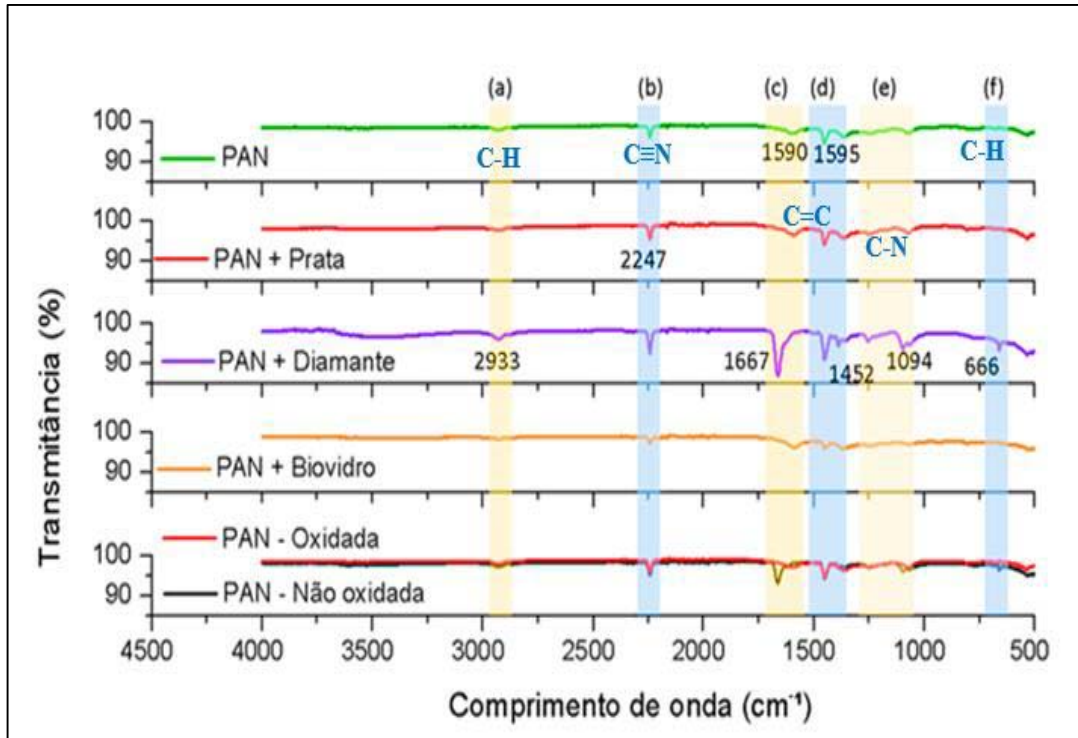
Observa-se que os espectros de nanofibra do polímero PAN+ Biovidro oxidado e nanofibra do polímero PAN+ Biovidro, em linha de cor preta não apresenta as bandas características do Biovidro.

O espectro da nanofibra do polímero PAN oxidado. + Biovidro, apresenta uma banda em 1374 cm^{-1} e uma tendência a formação de anéis de grafite em microescala indicando uma mudança de fase com amorfização da nanofibra do polímero PAN com Biovidro ocorrido durante o processo de oxidação.

5.5 ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO POR TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

A Figura 28 contém seis gráficos de porcentagem de transmitância em função do número de onda (cm^{-1}). Os gráficos foram posicionados a fim de uma análise comparativa da amostra de nanofibras do polímero PAN, nanofibras do polímero PAN + Prata, nanofibras do polímero PAN + Diamante, nanofibras do polímero PAN + Biovidro, nanofibras do polímero PAN oxidada, nanofibras do polímero PAN não oxidada.

Figura 28- Gráficos de transmitância (%) x número de onda (cm^{-1}) da amostra de nanofibra de polímero PAN, nanofibra de polímero PAN + Prata, nanofibra de polímero PAN + Diamante, nanofibra de polímero PAN + Biovidro, nanofibra de polímero PAN oxidada, nanofibra de polímero PAN não oxidada.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Na transição entre as posições (d) e (e) mais especificamente entre 1350 cm^{-1} e 1000 cm^{-1} encontra-se vibração da amida (C-N), como uma banda em todos os tipos de amins. A absorção de C-N ocorre em uma frequência mais alta em amins aromáticas porque a ressonância aumenta o caráter de ligação dupla entre o anel e o átomo de nitrogênio a ele ligado. Na posição (f) no gráfico da Figura 28 pode ser visto também a vibração fora do plano da ligação C-H do grupo eteno C=C-H (RIBEIRO *et al.*, 2015).

Pode ser visto nestes gráficos na posição marcada em (a) refere-se a uma banda centrada no comprimento em 2933 cm^{-1} esta banda é do estiramento assimétrico da ligação C-H no grupo CH_2 . A banda em 2940 cm^{-1} é característica da molécula CH_3 atribuído ao estiramento assimétrico C-H. Significando que ela está absorvendo a radiação de número de onda correspondente (VEGA, MORRIS, D'ACCORSO, 2006)

Na posição marcada em (b) pode ser visto uma segunda banda centrada em 2247 cm^{-1} referente a vibração de estiramento da ligação $\text{C}\equiv\text{N}$ do grupo nitrila. Segundo (PAVIA *et al.*, 2010), o grupo nitrila ($\text{C}\equiv\text{N}$) permanece entre 2260 e 2240 cm^{-1} . Uma conjugação com ligações duplas ou anéis aromáticos que move a absorção para uma frequência mais baixa. O grupo $\text{C}\equiv\text{N}$

é essencial para realizar modificações químicas no polímero eletrofiado com base em poliacrilonitrila, pois ele pode ser oxidado ou reagir com outros grupos, proporcionando estratégias para a produção de novos materiais. Vega e colaboradores, propuseram um mecanismo para a modificação da do polímero de PAN, utilizando reações direcionadas ao grupo $C\equiv N$ (VEJA; MORRIS; D'ACCORSO, 2006).

As bandas marcadas em posição centradas entre 1667 cm^{-1} e 1590 cm^{-1} na Figura 28 são referentes a vibração de estiramento da ligação dupla entre carbonos $C=C$ e ocorrem devido a ciclização de desidrogenação do monômero de Poliacrilonitrila (VEJA; MORRIS; D'ACCORSO, 2006).

Na Tabela 04 contém as relações entre os respectivos comprimentos de onda das taxas de absorvância referente aos grupos funcionais correspondentes às unidades poliméricas da PAN. A absorvância regular na estrutura das nanofibras indica que os seus constituintes estão bem dispersos em todo o material, com semelhanças espectrais, confirmando que todos os compostos apresentam um núcleo central, ou seja, os radicais existentes no polímero eletrofiado a base de poliacrilonitrila, representados pela banda em comum, 1590 cm^{-1} referente a ciclização e a desidrogenação da molécula de Poliacrilonitrila.

A Tabela 04 a seguir contém os comprimentos de onda (cm^{-1}) referente as bandas de ressonância dos seis gráficos confeccionados por meio da análise de FTIR das amostras, das funções química, bem como a descrição de cada.

Tabela 4- Análise de FTIR das Funções Química.

Número de onda (cm^{-1})	Função Química	Descrição	Referência
2933	C-H	Vibração de estiramento assimétrico da ligação C-H no grupo CH_2	RIBEIRO <i>et al.</i> , 2015
2247	$C\equiv N$	Vibração de estiramento da ligação $C\equiv N$ do grupo nitrila	VICKERS, 2017
1667	$C=C$	Vibração de estiramento da ligação $C=C$ do grupo vinil	JIN <i>et al.</i> , 2019
1595	$C=C$ e $C-N$	Vibração de estiramento da ligação $C=C$ em conjunto com a Vibração de	JIN <i>et al.</i> , 2019

		estiramento da ligação C-N	
1590	C=C e C-N	Vibração referente a ciclização da PAN e a desidrogenação da molécula PAN	JIN <i>et al.</i> , 2019
1094	C-N	Vibração de estiramento da ligação C-N do grupo amida	IGTPAN, 2016
666	-HC=CH-	Vibração fora do plano da ligação C-H do grupo eteno	RIBEIRO <i>et al.</i> , 2015

Fonte: Elaborado pelo autor.

5.6 CALORIMETRIA EXPLORATÓRIO DIFERENCIAL (DSC)

A Figura 29 contém um gráfico de Termogravimetria (TG) em linha verde e Calorimetria Exploratório Diferencial (DSC) em linha azul da nanofibra de polímero PAN Pura oxidada com e sem nanopartículas. Da análise de termogravimetria, observa-se gráfico quatro áreas utilizadas para avaliação de perda de massa em linha verde. Estas áreas são características de cada amostra e são obtidas durante o espectro exploratório.

No ponto (1) do gráfico, em linha verde, está a primeira área calculada e pode ser observado que o ponto médio da temperatura foi de 315,8 °C com o pico de inflexão foi de 317,3 °C e teve uma perda de massa de 5,92%.

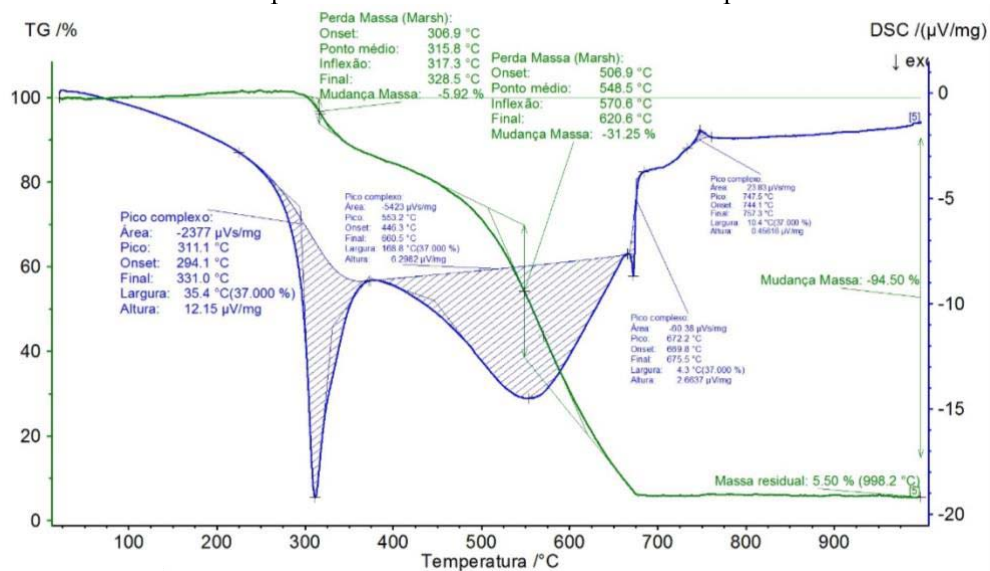
Nos estudos realizados por Bajaj & Padmanaban (1984) e Xue & Wilkie (1997), indicam que a temperatura “onset” é 290°C e ponto de temperatura máxima de degradação é 346 °C. Comparando estes resultados da literatura com o polímero de PAN pura oxidada produzido neste trabalho pode ser observado que os valores de temperatura permanecem dentro da primeira faixa de degradação térmica que varia de 250 °C a 350 °C, e a perda de massa foi de 5,92 % (BAJAJ; PADMANABAN, 1984; DENG *et al.*, 2011; XUE; WILKIE, 1997; SUN *et al.*, 2012).

No ponto (2) do gráfico, em linha verde, está a segunda área e pode ser observado que o ponto médio de temperatura foi de 548,5 °C com o pico de inflexão de 570,6°C e teve uma perda de massa de 31,25 %. No segundo ponto, a temperatura inicial de degradação “onset” de 506,9°C e ponto de temperatura máxima de degradação de 620,6°C, a PAN pura oxidada, especificamente, permaneceu entre a segunda e a terceira faixa de degradação térmica.

De acordo com Bajaj & Padmanaban (1984) e Xue & Wilkie (1997), fica entre 350 °C à 550° e a partir de 550 °C, desta maneira perda de massa de 31,25 % vai de encontro aos estudos previamente citados, pois, especificamente na terceira faixa de degradação térmica é onde ocorre a maior liberação de gases advindos da quebra das moléculas criadas nas temperaturas inferiores aos correspondentes à primeira faixa de degradação térmica (BAJAJ; PADMANABAN, 1984; DENG *et al.*, 2011; XUE; WILKIE, 1997; SUN *et al.*, 2012).

No ponto (3) do gráfico, em linha verde, está a terceira área e pode ser observado que a temperatura média foi de 998,2 °C e uma massa residual de 5,5 %. Ao todo foi consumido 94,5 % da massa inicial.

Figura 29- Calorimetria Exploratório Diferencial da nanofibra de polímero PAN Pura oxidada



Fonte: Elaborado pelo autor.

Comparando este resultado com os resultados da literatura observa-se que a primeira queda observada em torno dos 260°C é resultada da ciclização do grupo -COOH.

O Oxigênio da hidroxila reage com o carbono na ligação $C\equiv N$, que resulta na quebra da ligação do $-C\equiv N$ em $-C=N$, resultando em uma nova hidroxila com o carbono (COOCN). Esse processo se repete em toda a cadeia da Poliácridonitrila até que todas as ligações estejam em $(-C=N-C=N-)$ (SUN; SOU; WANG; 2010, OUYANG *et al.*, 2016).

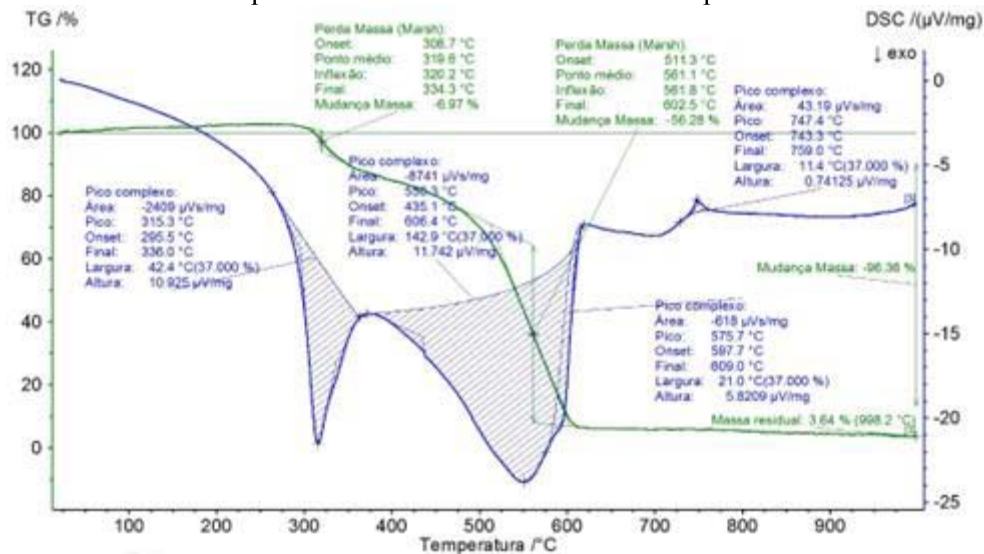
A Tabela 05 apresenta dos picos com os respectivos pontos de TG e DSC.

Picos	TG/%	DSC/ μ Vs/mg
1º	-5,92	-2377
2º	-31,25	-5423
3º	0	-60,38
4º	0	+23,83

Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 30 contém um gráfico de termogravimetria (TG) em linha verde e Calorimetria Exploratório Diferencial (DSC) em linha azul. Neste gráfico a amostra analisada foi a nanofibra de polímero PAN + Prata oxidada. Para esta análise foi utilizado 1,564 mg em atmosfera de N₂; à 20°C). A nanofibra de polímero PAN + Prata apresentou, um aumento da temperatura, com variações em quatro áreas dos quais foram utilizadas para o cálculo da DSC.

Figura 30- Calorimetria Exploratório Diferencial da nanofibra de polímero PAN + Prata oxidada.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Na primeira área foi calculada a temperatura com o pico em 315,3 °C, segunda área com o pico em 550,3 °C, terceira com o pico em 575,7 °C. Pode ser observado também uma quarta área com o pico em 747,4°C.

Na análise da curva de termogravimetria da nanofibra de polímero PAN + Prata oxidada foi possível observar dois pontos de decomposição principais sendo o primeiro com o ponto temperatura inicial de degradação “onset” de 308,7 °C e ponto de temperatura máxima de degradação de 334,3 °C, com perda de massa de 6,97 %.

O segundo ponto de temperatura inicial de degradação “onset” de 511,3 °C e ponto de temperatura máxima de degradação de 602,5°C, a nanofibra de polímero PAN + Ag oxidada, perda de massa de 56,28.

De acordo com Reis (2011) e Andrade (2008) a adição de nano partículas de Prata pode ocasionar um leve aumento na estabilidade térmica que conseqüentemente causa deslocamento térmico das temperaturas “onset” e máxima de degradação, essa mudança de deslocamento pode ter sido ocasionada pela mudança da mobilidade / energia cinética molecular do composto fabricado (PAN + Ag oxidado) (ANDRADE, 2008; REIS, 2011).

Segundo do Zhu *et al.* (2008) a mudança da taxa de DSC nas faixas mais aquecidas se relaciona com o fato de que a Prata, ao se vincular com um nano composto, possui cadeias químicas de ligações cruzadas e influência de grupos laterais que reduzem a mobilidade e promovem regiões de imobilidade ou tornando-as restritas as regiões preenchidas com nano partículas ocasionando na necessidade de um aumento expressivo de temperatura nas últimas duas curvas DSC (ZHU *et al.*, 2008; YAZDIMAMAGHANI *et al.*, 2013).

No segundo pico do gráfico é possível observar que a reação liberou quase o dobro de energia do que a primeira, ou seja, isso indica que as nanopartículas de Prata possuem afinidade no processo de desidrogenação com as fibras de nanofibra de polímero PAN.

A Tabela 06 contém a comparação dos valores do resultado da análise de TG e do resultado da análise de DSC da amostra de nanofibra de polímero PAN+Ag. Na Tabela 06, observa-se que no primeiro pico possui um comportamento similar a amostra de nanofibra de polímero PAN, que indica as mesmas reações de ciclização ocorreram nesta análise.

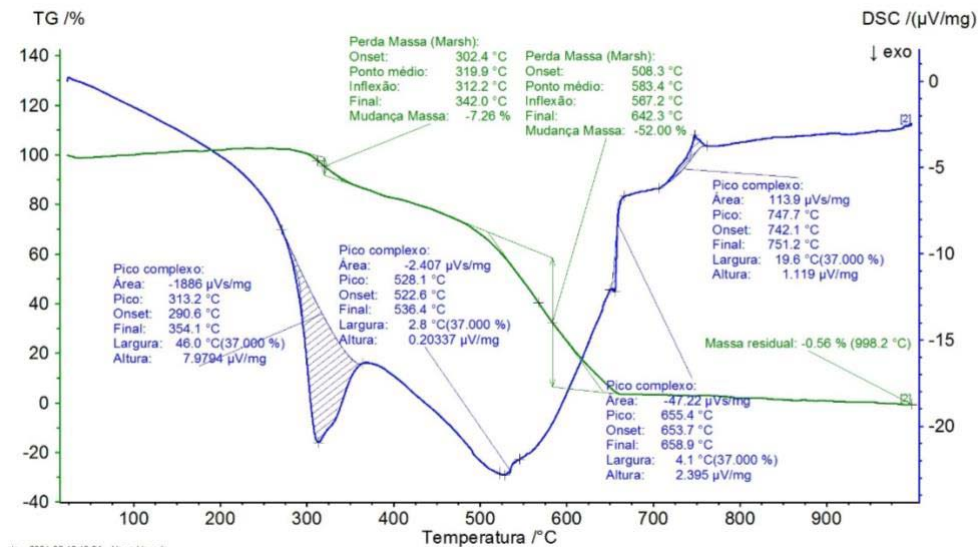
Tabela 06- Calorimetria Exploratório Diferencial da nanofibra de polímero PAN + Prata oxidada.

Picos	TG/%	DSC/μV/mg
1°	-6,97	-2407
2°	-56,28	-8741
3°	0	-618
4°	0	+43,19

Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 31 contém um gráfico de termogravimetria (TG) em linha verde e Calorimetria Exploratório Diferencial (DSC) em linha azul. Neste gráfico a amostra analisada foi a nanofibra de polímero PAN + Biovidro oxidada (amostra 1,247 mg em atmosfera de N₂ a 20 °C).

Figura 31- Calorimetria Exploratório Diferencial da nanofibra de polímero PAN + Biovidro.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Na linha verde do gráfico de TG pode ser observado que a amostra de nanofibra de polímero PAN + Biovidro oxidada apresentou, dois pontos de decomposição principais sendo o primeiro com o ponto temperatura inicial de degradação “onset” de 302,4 °C e ponto de temperatura máxima de degradação de 342,0 °C, com perda de massa de 7,26 %.

O segundo ponto temperatura inicial de degradação “onset” de 508,3 °C e ponto de temperatura máxima de degradação de 642,3 °C, a nanofibra de polímero PAN + Biovidro, perda de massa de 52,0 %.

De mesmo modo observa-se que a PAN influenciou diretamente na natureza do Biovidro, pois as temperaturas de área de DSC foram reduzidas (DEUBENER *et al.*, 2018; XUE *et al.*, 2020).

Na análise de DSC em linha azul pode ser observado que durante o aumento da temperatura, houve variações em quatro áreas dos quais foram utilizadas para o cálculo de área. Na primeira área calculada com a temperatura de o pico em 313,2 °C, na segunda área a temperatura de pico foi em 528,1 °C, e a terceira área a temperatura de pico foi de 747,3 °C.

De acordo com Mc Millan e Novaki, o Biovidro possui uma faixa de temperatura de transição vítrea de 600-800 °C, porém ao acrescentarmos aditivos, as temperaturas de nucleação e de cristalização variam conforme a natureza do material acrescentado, portanto, o Biovidro também influenciou a natureza da PAN (MCMILLAN, 1979; LIU *et al.*, 2018).

Segundo Han e colaboradores durante o processo de desidrogenação, as partículas de Biovidro são termodinamicamente instáveis, isso resulta em um comportamento diferente no segundo pico dessa amostra (HAN *et al.*, 2014).

Na Tabela 07 contém o resultado da análise de TG e DSC da amostra de nanofibra de polímero PAN+BV. Pode ser observado no segundo pico, que as nanopartículas de Biovidro propiciaram um aumento na quantidade de energia liberada que foi quase o dobro em relação a análise do polímero de nanofibra de polímero PAN sem nanopartículas.

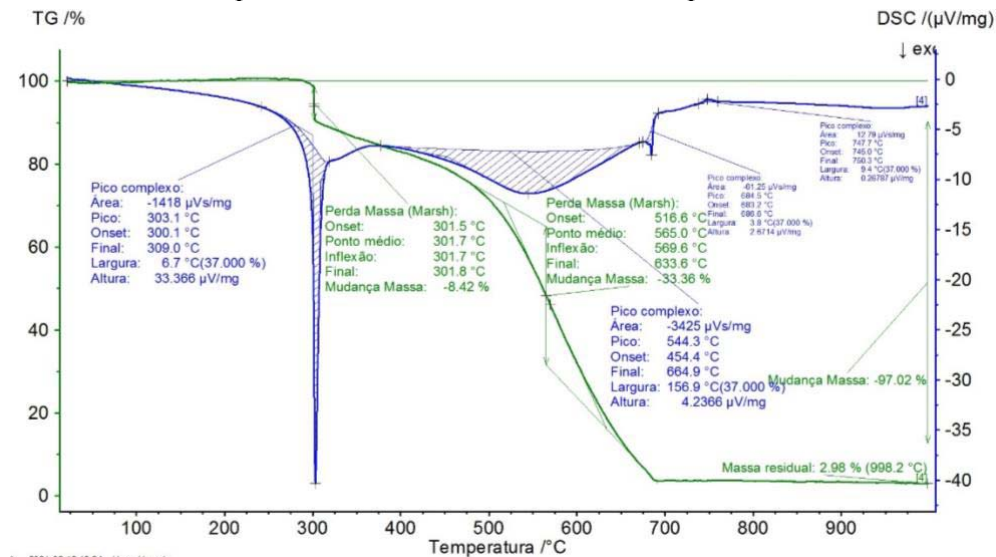
Tabela 07- Calorimetria Exploratório Diferencial da nanofibra de polímero PAN + Biovidro.

Picos	TG/%	DSC/ $\mu\text{V}/\text{mg}$
1º	-7,26	-1886
2º	-52,00	-2407
3º	0	-47,22
4º	0	+113,9

Fonte: Elaborado pelo autor.

A Figura 32 contém um gráfico de termogravimetria (TG) em linha verde e Calorimetria Exploratório Diferencial (DSC) em linha azul. Neste gráfico a amostra analisada foi a nanofibra de polímero PAN + Diamante oxidada (amostra com 3,353 mg; atmosfera de N_2 à 20 °C).

Figura 32- Calorimetria Exploratório Diferencial da nanofibra de polímero PAN + Diamante.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Na análise da curva de Termogravimetria da nanofibra de polímero PAN + Diamante oxidada é possível observar dois pontos de decomposição principais sendo o primeiro com o ponto temperatura inicial de degradação “onset” de 301,5 °C e ponto de temperatura máxima de degradação de 341,8 °C, com perda de massa de 8,42 %.

O segundo ponto a temperatura inicial de degradação “onset” de 516,6°C e ponto de temperatura máxima de degradação de 633,6 °C, a nanofibra de polímero PAN + Diamante oxidada, perda de massa de 33,36 %.

Na análise de DSC durante o aumento da temperatura, as variações ocorreram em quatro áreas as quais foram utilizadas para o cálculo. Na primeira área calculada com a temperatura variando de 300,1 °C à 309,0 °C com o pico em 303,1 °C.

A segunda área calculada a temperatura variou de 454,4 °C à 664,9 °C com o pico em 544,3 °C, terceira variando de 683,2 °C à 686,6 °C com o pico em 684,5 °C, quarto variando de 745,0 °C à 750,3 °C com o pico em 747,7 °C.

Estudos envolvendo o DSC com nanodiamante são ligeiramente escassos, porém podemos observar que as áreas analisadas estão ainda mais reduzidas, isto pode estar relacionado a natureza estrutural do diamante (GOBBI, 2018; ROSA; PEÇANHA; FILGUEIRA, 2015).

Isso pode ser explicado devido a afinidade entre as nanopartículas de nanodiamante e a estrutura da Poliácilonitrila durante o processo de ciclização, que por sua vez libera uma quantidade mais alta de energia. Esse comportamento pode ser observado também no gráfico de termogravimetria (TG).

A Tabela 08 contém o resultado comparativo da análise de TG e de DSC da amostra de nanofibra de polímero PAN+DM. Nessa amostra é possível perceber que o pico 2 do DSC na temperatura de 300 °C, houve um grande pico de liberação de energia.

Tabela 08- Calorimetria Exploratório Diferencial da nanofibra de polímero PAN + Diamante oxidada.

Picos	TG/%	DSC/ μ V/mg
1°	-8,45	-1416
2°	-33,36	-3425
3°	-97,02	-61,25
4°	0	+12,79

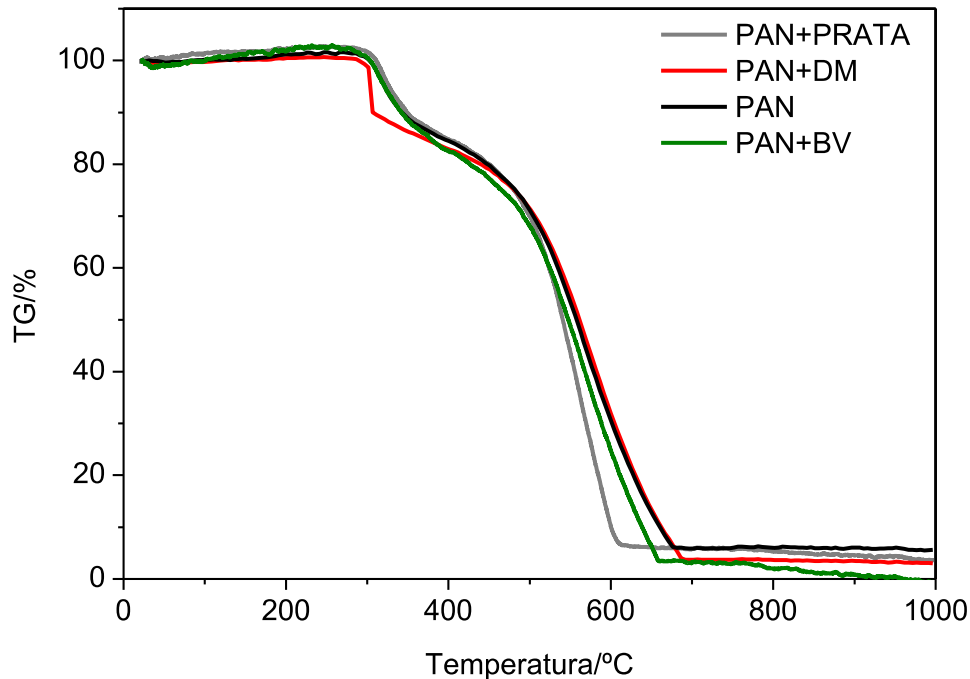
Fonte: Elaborado pelo autor.

5.6.1 Análise comparativa do DSC

A Figura 33 contém um gráfico com os resultados da análise de termogravimetria em função da variação de temperatura. A variação de temperatura ocorreu entre 20 °C até 1000 °C, para as amostras de nanofibra de polímero PAN (em linha preta), nanofibra de polímero PAN+Ag (em linha cinza), nanofibra de polímero PAN+DM (em linha vermelha) e nanofibra de

polímero PAN+BV (em linha verde).

Figura 33- Comparação entre os resultados de TG.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Observa-se na Figura 33 que em todos os ensaios a perda de massa foi gradativa e depois de 500 °C, e a partir de 600 °C a massa ficou praticamente constante com uma perda quase insignificativa, com exceção da amostra de nanofibra de polímero PAN+BV, que perdeu toda sua massa ao fim do experimento. Um diferencial também pode ser observado na amostra de nanofibra de polímero PAN+DM, que teve o primeiro pico de declínio de massa em torno de 300 °C.

A literatura informa que a perda de massa é decorrente do processo de carbonização. Também pode ser observado que as fibras dopadas com nanopartículas de Prata reagem de maneira diferente durante o aumento da temperatura. Isso se deve ao impacto das nanopartículas no curso de ciclização e desidrogenação destas fibras. O processo de desidrogenação possui preferência, levando a um processo mais rápido de decomposição das fibras na atmosfera de Oxigênio (KARBOWNIK *et al.*, 2015).

Um outro estudo foi a análise da cinética de oxidação em baixa temperatura usando a técnica de DSC. Os resultados obtidos mostraram claramente que sob atmosfera de nitrogênio, as fibras dopadas têm uma estabilidade térmica muito maior do que o material puro. Para melhor examinar a resistência ao calor das fibras, os resultados mostraram que as fibras PAN puras

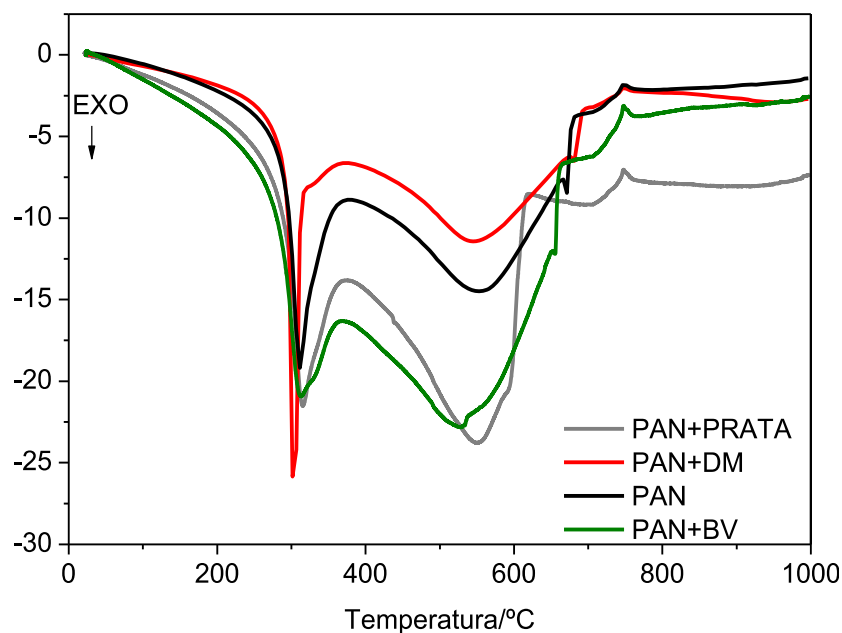
foram mais suscetíveis à ciclização do que à desidrogenação, enquanto as fibras dopadas foram mais suscetíveis à desidrogenação do que à ciclização. Isso confirma os resultados dos testes DSC (ZHANG *et al.*, 2011).

Karbownik e colaboradores (2015) analisaram também as propriedades mecânicas das fibras PAN com nanopartículas de Prata e sua influência nas propriedades estruturais, térmicas e mecânicas das fibras obtidas. Um compósito polímero-Prata foi obtido por um novo método baseado na preparação de nanopartículas diretamente em solução formadora de fibras.

A solução de fiação contendo PAN e AgNO_3 foi dissolvida no DMF. Observou que as amostras de polímero de PAN são caracterizadas por maior resistência, bem como menor alongamento que a amostra de referência. Esse fenômeno pode estar diretamente relacionado ao aumento da cristalinidade da Poliacrilonitrila e ao processo de fortalecimento do polímero com uma carga inorgânica como a sílica, Prata e diamante, que altera o mecanismo de deformação do material (KARBOWNIK *et al.*, 2019).

A Figura 34 contém um gráfico com os resultados da análise de DSC em função da variação de temperatura que ocorreu entre 20 °C até 1000 °C, e a taxa de aquecimento foi de 10 °C/min, para as amostras de nanofibra de polímero PAN (em linha preta), nanofibra de polímero PAN+Prata (em linha cinza), nanofibra de polímero PAN+DM (em linha vermelha) e nanofibra de polímero PAN+BV (em linha verde). Pode ser observado um aumento na quantidade de energia liberada no primeiro pico para a amostra de PAN+DM em linha vermelha.

Figura 34- Comparação entre os resultados de DSC.



Fonte: Elaborado pelo autor.

No segundo pico pode ser observado que a variação de entalpia foi diferente em relação as outras amostras. Observa-se que houve um alargamento do pico e uma variação maior de temperatura relação as outras amostras, e quantidade de energia liberada nesta região aumentou em todas as amostras. A literatura indica um efeito semelhante com o material dopado com Prata (KARBOWNIK *et al.*, 2015).

5.7 MOLHABILIDADE

A hidrofiliicidade pode ser explicada pela ligação de Hidrogênio da água e a força relativa da ligação de hidrogênio do material ditam a magnitude da força de aderência. As superfícies hidrofílicas têm sítios de ligação de Hidrogênio com a força de ligação forte, de modo que a força adesiva é maior do que a força coesiva, apresentando tendência a molhar. Já as superfícies hidrofóbicas apresentam sítios de ligação de hidrogênio com baixa resistência de ligação, ou seja, à força de coesão entre as moléculas de água e a superfície é fraca, o que causa uma baixa força de aderência da água no substrato, formando ângulos de contato menores (WANG *et al.*, 2011).

O valor do ângulo de contato é relevante, porque os valores determinam se o não tecido é hidrofílico, predominantemente hidrofílico, predominantemente hidrofóbico e hidrofóbico.

No Tabela 09 é evidenciado que o não tecido eletrofiado e oxidados apresentam diferentes valores de molhabilidade conforme o tipo de nanopartícula e isso se dá em função da interação com a umidade atmosfera.

Tabela 09- Valor médio do ângulo e desvio padrão das amostras.

Tendência hidrofílica				
Substrato	PAN pura	PAN+Prata	PAN+Biovidro	PAN+Diamante
Média	99,70	90,77	102,73	122,37
Desvio padrão	18,91	7,60	1,50	16,58

Fonte: Elaborado pelo autor

Pode ser observado que a fibra do polímero de nanofibra de polímero PAN pura teve o ângulo de contato de (99,7°), já a fibra do polímero de nanofibra de polímero PAN com nanopartículas de nanodiamante é o mais hidrofóbico (122,37°), seguido da amostra de

nanofibra do polímero de PAN+Biovidro (102,73°), e, por último, nanofibra do polímero PAN+Prata que foi o menor ângulo de contato (90,77°).

A redução do ângulo de contato da nanofibra do polímero PAN+Prata se dá em função da interação da Prata com o Oxigênio da atmosfera. Todos os não tecidos oxidados tiveram ângulo de contato predominantemente hidrofóbicos.

A análise de molhabilidade ou hidrofiliicidade é baseada na adsorção de água sobre uma superfície e é causada pelo equilíbrio entre as forças adesivas e coesivas. Assim, conforme a força de aderência aumenta em relação à força de coesão, a água na superfície aumenta a sua área de contato com o substrato, o que ocasiona uma redução do seu ângulo de contato. Tendo isso em mente, o material (PAN Pura, PAN + Prata, PAN + Vidro) apresentarem tendência decrescente de ângulo de contato, ou seja, reduzindo os valores do ângulo de contato e tornando-se materiais com tendência maior molhabilidade. Por outro lado, a PAN + Diamante não seguiu a mesma tendência (OBERLI *et al.*, 2014).

Além disso, a tensão superficial resulta de uma energia livre para realização de trabalho sobre as vizinhanças, que pode ser associada aos átomos da superfície. Esse fato explica os resultados de energia nas nanofibras. Uma vez que as moléculas na superfície não são cercadas por moléculas similares em todos os lados, elas são mais atraídas pela adesão às suas moléculas vizinhas na superfície. As moléculas são cercadas por todos os lados de interações favoráveis com moléculas vizinhas. Desse modo, na superfície, as moléculas possuem menos interações com as outras moléculas, portanto, uma molécula que se desloca do interior para a superfície requer energia. Tendo isso em mente, o conceito de energia de superfície, onde os átomos e moléculas movem-se livremente procurando ocupar uma posição de menor energia potencial. Isto é, um lugar onde as forças, atrativas e repulsivas, estejam em equilíbrio (BURKARTER *et al.*, 2010; RAABE; DEL MENEZZI; GONÇALEZ, 2016).

Por fim, é notório que muitas das superfícies super-hidrofóbicas naturais e/ou sintéticas possuem rugosidade intensa e uma estrutura complexa em micro e nanoescala. Mais um fato que converge com os resultados deste trabalho, pois a superfície da PAN + Diamante apresenta a menor média de rugosidade, ou seja, superfície mais lisa, também a maior propriedade hidrofílica (HO; GHOSHAGHI; TEPPER, 2013).

5.8 BIOATIVIDADE EM PRESENÇA DA BACTÉRIA *Staphylococcus aureus*.

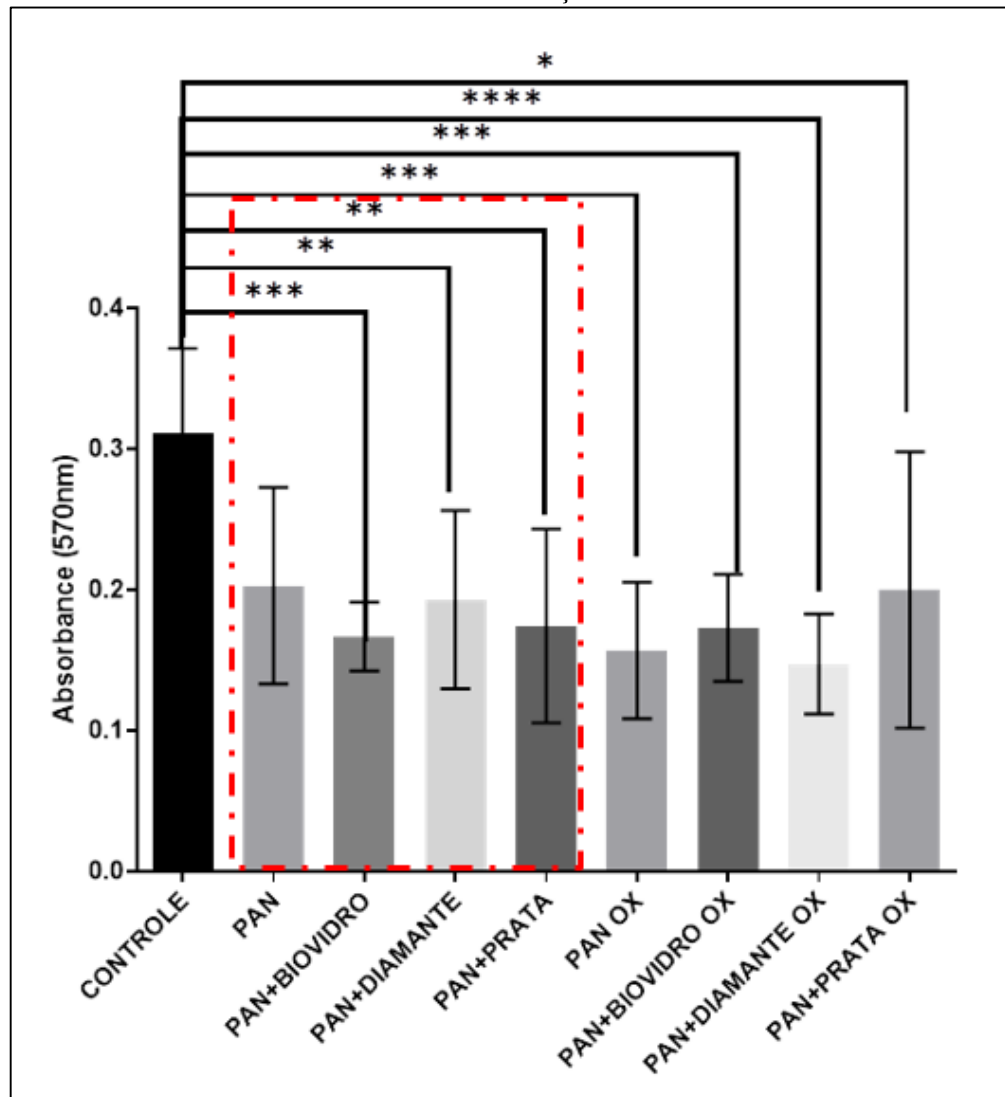
Neste capítulo são apresentadas as análises estatísticas com valores médios e desvios padrão dos testes de viabilidade bacteriana com a bactéria *Staphylococcus aureus*. A marcação

“*****” refere a diferença significativa ($p < 0,0001$), seguindo a mesma marcação “****” indica diferença significativa ($p < 0,001$), com “***” diferença significativa ($p < 0,01$) e “**” diferença significativa de ($p < 0,1$)

A Figura 35 representa o resultado de citotoxicidade com a bactéria *Staphylococcus aureus* com todas as amostras de nanofibra de polímero PAN. Os resultados no interior do traçado vermelho são referentes as amostras não oxidadas.

Tal atividade vinculada principalmente a partículas de diamante que teve uma significância estatística de 4 dígitos decimais por outro lado os polímeros de não tecido de PAN +Ag, apresentam propriedades antimicrobianas com um dígito decimal.

Figura 35- Capacidade Bactericida das nanofibras de polímero PAN, Diamante, Prata, Biovidro com e sem a oxidação.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Pode ser visto neste gráfico que todas as amostras de nanofibra de polímero PAN com e sem nanopartículas apresentaram atividade bactericida.

Ademais, nanocompostos como PAN + Prata oxidada, apresenta tanto a capacidade bactericida da Prata, quando o potencial oxidativo, assim a quebra da estrutura da membrana celular pode acelerar a liberação interna de íons Ag na estrutura bacteriana e causando danos oxidativo extremamente fortes em um curto espaço de tempo. Essa descoberta crucial para essas alternâncias multifatorial na evolução de bactérias, oferecendo vantagens promissoras para serem aplicados em drogas não antibióticas para matar bactérias (HSU *et al.*, 2021).

Sobre os vidros bioativos, foi relatado que derivados de Biovidro oxidado, tiveram um efeito antibacteriano de amplo espectro em bactérias patogênicas clínicas clássicas (GOH *et al.*, 2014).

Vale ressaltar que a ação bactericida das nanofibras são dependes de vários fatores que incluem tamanho, forma e concentração dos agentes bactericidas (RAZA *et al.*, 2016). Outros fatores importantes são as análises dos tipos e as concentrações das bactérias testadas, bem como o tempo de contato entre a bactéria e o agente bactericida. Deve-se isso a combinação da grande área de superfície do material e a fina camada de nanofibras eletrofiadas com a atividade bactericida, desse modo podendo mascarar efeito bactericida (KIM *et al.*, 2017).

Os resultados apresentados indicaram que, tanto o nanofibra de polímero PAN oxidada., quanto a nanofibra de polímero PAN Biovidro oxidada, apresentam significância estatística bactericida de três dígitos decimais e alta resistência e adesão. Essa nanoestrutura bactericida que consiste na atividade importante para oxidar os compostos do organismo e, assim, desintegrar a proteção da membrana microbiana.

As nanofibra de polímero PAN com nanodiamante oxidada apresentaram a melhor ação bactericida com significância estatística de 4 dígitos decimais com $p < 0,0001$ e sem oxidação com significância estatística dois dígitos decimais $p < 0,01$.

Os estudos de Beranová e colaboradores indicaram haver diferenças na efetividade entre gram-positiva e gram-negativa. Essas diferenças parecem ser baseadas na distinção morfológica básica entre a estrutura da parede celular gram-negativa e gram-positiva. Como a sensibilidade de *E. coli* a 2,4-dinitrofenol (DNPs) foi em geral substancialmente maior do que a de *B. subtilis*, acredita-se que a estrutura alvo em *E. coli* está localizada na superfície da membrana externa e a interação com DNPs é, portanto, mais específico. Com a parede celular gram-negativa, é a fração de lipopolissacarídeo projetando-se da parte externa membrana que primeiro interage com as nanopartículas (BERANOVÁ *et al.*, 2014).

O processo bacteriostático dessas nanofibras envolve o bloqueio do transporte inespecífico de hidrofílicos solutos através desses canais e afetam negativamente o equilíbrio osmótico das bactérias. Além disso, a difusão de nutrientes através da camada de peptidoglicano pode ser substancialmente bloqueada pelas nanofibras de diamante e derivados, mas que tal efeito inespecífico requer concentrações mais altas de DNPs a serem presos no revestimento de peptidoglicano (MARCIANO *et al.*, 2009).

Vale ressaltar que ao oxidar o diamante, aumenta a capacidade bactericida dele. Esse aumento pode ser explicado pela hidrofílicidade das nanopartículas que pode ter induzido um aglomerado maior formação, o que poderia explicar a capacidade bactericida mais forte ação de nanopartículas oxidadas contra as bactérias. Tal processo pode ser elucidado pela interação da nanofibras de diamante nas duas formas com a fixação na superfície bacteriana que ocorre na suspensão de água, danificando a superfície. Outro processo envolve a interação durante o crescimento da colônia, onde as células que permaneceram intactas durante a primeira etapa se formaram colônias. No entanto, sua formação de colônias pode ser influenciada pela camada de nanopartículas, prejudicando as gerações futuras (BERANOVÁ *et al.*, 2014).

6 CONCLUSÃO

Este trabalho cumpriu o objetivo inicial de produzir e caracterizar não tecidos eletrofiados com e sem nanopartículas em sua estrutura e avaliar o efeito microbicida destes materiais na presença da bactéria *Staphylococcus aureus*. Por meio do presente experimento, foi possível observar que as nanofibras de PAN, tanto os seus derivados com a Prata, Biovidro, Diamante, quanto suas versões oxidadas foram sintetizadas com sucesso com propriedades hidrofóbicas.

Evidenciou-se ainda, que nas unidades poliméricas da PAN, a absorvância apresentou-se com caráter regular na estrutura das nanofibras, fato este que indica que os seus constituintes estão bem dispersos em todo o material, com semelhanças espectrais, confirmando que todos os compostos apresentam um núcleo central, principalmente na banda em comum, 1590 cm^{-1} referente a ciclização e a desidrogenação da molécula de poliacrilonitrila.

Na avaliação morfológica via microscopia eletrônica de varredura das amostras, verificou-se a presença de uma estrutura rugosa em imagem 23(f) referente a amostra PAN – Biovidro. As oito imagens obtidas mostraram que os não tecidos apresentaram fibras bem formadas, aleatoriamente distribuídas e sem *beads*. Não foi evidenciada diferença morfológica entre as amostras com e sem oxidação.

Ao comparar as fibras analisadas por meio de microscopia eletrônica de varredura e microscopia eletrônica de transmissão foi possível observar que as fibras visualmente se apresentam uniformes, homogêneas, com textura rugosa e possuem formato cilíndrico, evidenciando assim que o processo de obtenção das fibras em escala manométrica foi adequado.

Nos espectros de Raman foi possível evidenciar como principal componente presente na formulação original do Biovidro “*bioglass*” ($\text{SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5\text{-CaO-Na}_2\text{O}$) que indica a sílica como elemento de maior representatividade do material estudado. Ressalta-se ainda que os espectros obtidos com a análise da nanofibra de polímero PAN+Biovidro oxidado comparado com espectro da nanofibra de polímero PAN+Biovidro, não apresenta as bandas características do Biovidro.

O espectro da nanofibra de polímero PAN oxidado + Biovidro, apresenta uma banda em 1374cm^{-1} e uma tendência a formação de anéis de grafite em microescala indicando uma mudança de fase com amorfização da fibra de PAN com Biovidro ocorrido durante o processo de oxidação.

Ao serem submetidas a análise de rugosidade aritmética (Ra), foi possível observar que as amostras das nanofibra de polímero PAN apresentaram medições de rugosidade da ordem

de nanômetros. A amostra de nanofibra do polímero PAN+ nanodiamante oxidada possui maior Ra ($8,29\mu\text{m}$), e nanofibra de polímero PAN + Ag Ra ($1,76\mu\text{m}$) com menor rugosidade.

Finalizando a presente etapa do estudo, observou-se que por meio dos resultados aqui apresentados, tanto a nanofibra de polímero PAN oxidado, quanto a nanofibra de polímero PAN Biovidro oxidado, apresentam significância estatística bactericida de três dígitos decimais.

Isso posto, de acordo com os resultados obtidos do presente estudo frente ao cenário pandêmico ocasionado pelo novo Coronavírus e outros microrganismos, a eletrofição de Poliacrilonitrila com diferentes nanopartículas é um tema relevante diante das suas propriedades.

Os resultados permitem o aperfeiçoamento das pesquisas para efeito antiviral e outros microrganismos resistentes. A engenharia biomédica é uma área que deve ser explorada com ênfase na indústria têxtil para contribuir com o embargo da segurança biológica da sociedade.

REFERÊNCIAS

- ABDO, H. S. *et al.* Antibacterial effect of carbon nanofibers containing Ag nanoparticles. **Fibers and Polymers**, v. 14, n. 12, p. 1985-1992, 2013.
- ABRAMCHUK, M. **Uso de Biovidro tipo algodão-lã para regeneração de pele**. Trabalho de conclusão de curso (graduação) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2019.
- AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (ANVISA). **Deteção e Identificação dos Fungos de Importância Médica**. Módulo VII. Ministério da Saúde, Brasília, 2004. Disponível em: <https://www.anvisa.gov.br/servicosaude/microbiologia/mod_7_2004.pdf>. Acesso em: 08 out. 2022
- AL-ATTABI, R. *et al.* Wrinkled silica doped electrospun nano-fiber membranes with engineered roughness for advanced aerosol air filtration. **Separation and Purification Technology**, v. 215, p. 500-507, 2019.
- ALLAN, I.; NEWMAN, H.; WILSON, M. Antibacterial activity of particulate Bioglass® against supra-and subgingival bacteria. **Biomaterials**, v. 22, n. 12, p. 1683-1687, 2001.
- ALVES, A.R. *et al.* Filmes de diamante CVD em grandes áreas obtidos por crescimentos sucessivos em etapas. **Revista Matéria**, v. 13, n. 3, p. 569 – 578, 2008
- ANDRADE, J. E. **Síntese, caracterização e modificação de nanopartículas de Prata com 5-fluorouracil sob a influência do pH**. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Sergipe, São Cristóvão, 2008.
- ARANA. A.F.M. **Desenvolvimento e avaliação de formulações inovadoras de géis de peróxidos de carbamina contendo nanopartículas de biovidro ou hidroxiapatita: estudo *in vitro***. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2014.
- ARCOS, M.L.; OSSA, F.; DÍAZ, T.E. Criopreservación de aislados nativos de la bacteria ruminal *Fibrobacter succinogenes*. **Revista Corpoica**, v. 15, p. 60-63, 2004.
- ARTIFON, W. **Avaliação da atividade antimicrobiana de não Tecidos de polieterimida produzidos via eletrofição**. 2019. 89f. Dissertação (mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2019.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE INDÚSTRIAS DE NÃO TECIDOS E TECIDOS TÉCNICOS – NORMA BRASILEIRA (ABINT NBR) 13370:2002. **O que são os Não Tecidos?**, 2002. Disponível em: <https://www.abint.org.br/naotecidos/o-que-sao>. Acesso em: 16 nov. 2022
- AUTORIDADE DE SEGURANÇA ALIMENTAR E ECONÔMICA (ASAE). ***Staphylococcus aureus***. República Portuguesa. Lisboa: Economia e transição digital. Disponível em: <https://www.asae.gov.pt/seguranca-alimentar/riscos-biologicos/staphylococcus->

aureus.aspx#:~:text=aureus%20consegue%20crescer%20em%20ambientes,10%20e%2045%20C%20B0C. Acesso em: 10 jan. 2020.

BAJAJ, P.; PADMANABAN, M. Thermal studies of copolymers of acrylonitrile with haloalkyl acrylates and methacrylates. **European Polymer Journal**, v. 20, n. 5, 1984.

BALINT, R.; CASSIDY, N. J.; CARTMELL, S. H. Conductive polymers: Towards a smart biomaterial for tissue engineering. **Acta biomaterialia**, v. 10, n. 6, p. 2341-2353, 2014.

BAZILIO, F.S. *et al.* Detecção e quantificação de nanopartículas de prata por spICP-MS. **Revista Química Nova**, v.4, n.7, 2021.

BERANOVÁ, J. *et al.* Sensitivity of bacteria to diamond nanoparticles of various size differs in gram-positive and gram-negative cells. **FEMS microbiology letters**, v. 351, n. 2, p. 179-186, 2014.

BOKOBZA, L. Interfaces in Polymer Nanocomposites Characterized by Spectroscopic Techniques. *In*: OZAKI, Y.; SATO, H. **Spectroscopic Techniques for Polymer Characterization: Methods, Instrumentation, Applications**. [s.l]: Wiley, 2021, p. 75-105.

BORTOLASSI, A. C. C. **Desenvolvimento e avaliação de meios filtrantes com nanofibras eletrofiadas e agentes bactericidas aplicados na filtração de ar**. Tese (doutorado) - Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2019.

BRANDÃO, L.E.V.S. **Crescimento, dopagem e caracterização de filmes de nanodiamante CVD**. Tese (Doutorado) - Universidade do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2014.

BRITO JUNIOR, C.A.R. *et al.* Poliacrilonitrila termoplástica plastificada em extrusora: considerações iniciais sobre as propriedades mecânicas. *IN*: CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS, 10., 2009. Foz do Iguaçu. **Anais...**, – Foz do Iguaçu, 2009

BRITO, C. A. R. J. *et al.* Poliacrilonitrila: processos de fiação empregados na indústria. **Revista Polímeros**, São Carlos, v. 23, n. 6, 2013.

BROWN, G.D. *et al.* Hidden killers: human fungal infections. **Revista Science Translational Medicine.**, n. 4, 2012.

BURKARTER, E. **Construção de imagens por padrões hidrofóbico/hidrofílicos**. Dissertação de mestrado, Pós-Graduação em Física, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2006.

BURKARTER, E. *et al.* Spinning droplets on superhydrophobic surfaces. **Physics of Fluids**, v. 22, n. 1, 2010.

CASTRO, E.V.B.; MIGUEL, N.A. Contaminação por *Staphylococcus aureus* nos chassis radiográficos em hospital de ensino. **Revista Colloq vitae**, v. 10, n.01, jan.-abr., 2018.

CETINER, S. *et al.* Electrospun nanofibers of polypyrrole-poly (acrylonitrile-co-vinyl acetate). **Textile Research Journal**, v. 80, n. 17, p. 1784-1792, 2010.

- CHANDRASEKAR, R. S. *et al.* Evaluation of antimicrobial properties of bioactive glass used in regenerative periodontal therapy. **Journal of Indian Society of Periodontology**, v. 19, n. 5, 2015.
- CHANG, G.; SHEN, J. Helical Nanoribbons fabricated by electrospinning. **Macromolecular Materials and Engineering**, v. 296, n. 12, p. 1071-1074, 2011.
- CHEN, H. *et al.* Fabrication of hierarchically porous inorganic nanofibers by a general microemulsion electrospinning approach. **Small**, v. 7, n. 13, p. 1779-1783, 2011.
- CHEUNG, G. Y. *et al.* Pathogenicity and virulence of Staphylococcus aureus. **Virulence**, v. 12, n. 1, p. 547-569, 2021.
- CHRONAKIS, I. S.; GRAPENSON, S.; JAKOB, A. Conductive polypyrrole nanofibers via electrospinning: electrical and morphological properties. **Polymer**, v. 47, n. 5, p. 1597-1603, 2006.
- CHRONAKIS, I.S. Novel nanocomposites and nanoceramics based on polymer nanofibers using electrospinning process: a review. **Journal of materials processing technology**, v. 167, n. 2-3, p. 283-293, 2005.
- CLARK, D. P.; PAZDERNIK, N. J. Nanobiotechnology. **Biotechnology**, p. 219–248, 2016.
- COSTA, R. G. F. *et al.* Eletrofiação de Polímeros em Solução: parte I: fundamentação Teórica. **Revista Polímeros**, São Carlos, v. 22, n. 2, p. 170-177, 2012.
- CROVACE, M.C. Obtenção de estruturas porosas altamente bioativas via sinterização do Biosilicato®. **Dissertação de mestrado do programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais** da Universidade Federal de São Carlos, São Carlos- SP, 2009.
- CROVACE, M.C. *et al.* Biosilicate® — A highly bioactive multipurpose glass-ceramic. *In vitro, in vivo* e ensaios clínicos. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 432, Parte A, 2016.
- DENG, W. *et al.* Poly (acrylonitrile-co-1-vinylimidazole): A new melt processable carbon fiber precursor. **Polymer**, v. 52, n. 3, p. 622-628, 2011.
- DEUBENER, J. *et al.* Updated definition of glass-ceramics. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 501, p. 3-10, 2018.
- DURÁN, N. *et al.* Nanotoxicologia de nanopartículas de Prata: toxicidade em animais e humanos. **Quím. Nova**, n. 42, v. 2, 2019.
- ERENO, D. Tecidos funcionais: Santista lança produtos para roupas profissionais com propriedades nanotecnológicas. **Pesquisa FAPESP**, p. 79, dez. 2006.
- EVANGELISTA, T.F.S. de. **Dinâmica de molhabilidade e avaliação microbiana em têxteis extraídos da UTI do HU/Univasf/Ebserh**. Dissertação (Mestrado e Ciência dos Materiais) - Universidade Federal do Vale do São Francisco, Campus, Juazeiro-Bahia, 2016.

FARIA, P. C.; MARTIN, A. A.; ALVES, N. P. Caracterização no Infravermelho (IV) e Eletrônica de superfície (MEV) de membranas assimétricas à base de Poli (acrilonitrila-co-acetato de vinila). **Matéria**, Rio de Janeiro, v. 22, n. 1, 2017.

FECHINE, P.B.A. **Avanços no desenvolvimento de nanomateriais**. Universidade Federal do Ceará, Fortaleza. Imprensa Universitária, 2020.

FLEMING, R; PARDINI, L. C; GRANADO, N. Obtenção e caracterização de copolímeros de Poliacrilonitrila (PAN) para uso em processos de fiação em extrusora. **Matéria**, Rio de Janeiro, v. 24, n. 3, 2019.

FREIRE, N.B. *et al.* Atividade antimicrobiana e antibiofilme de nanopartículas de Prata sobre isolados de *Aeromonas spp.* Obtidos de organismos aquáticos. **Revista de Pesquisa Veterinária Brasileira**, v. 32, n. 2, 2018.

GAIDHANI, S. *et al.* Biofilm disruption activity of silver nanoparticles synthesized by *Acinetobacter calcoaceticus* PUCM 1005. **Materials Letters**, v. 108, p. 324-327, 2013.

GOBBI, S. J. **Avaliação da resistência ao desgaste microabrasivo das ligas de Titânio Ti-12Cr e Ti-22Nb-6Zr obtidas por metalurgia do pó e recobertas com revestimento de diamante DLC**. 2018. 243f. Tese (doutorado) - Universidade de Brasília, Brasília, 2018.

GOH, Y.-F. *et al.* In-vitro characterization of antibacterial bioactive glass containing ceria. **Ceramics International**, v. 40, n. 1, p. 729-737, 2014.

GONÇALVES, T.M. **Caracterização de filmes finos obtidos por Deposição de Vapor Químico Assistido a Plasma (PECVD) e Deposição e Implantação Iônica por Imersão em Plasma (PIID)**. 2012. Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Sorocaba, 2012.

GORELIK, V. S.; PYATYSHEV, A. Yu. Raman scattering in diamond nano-and microcrystals, synthesized at high temperatures and high pressures. **Diamond and Related Materials**, v. 110, p. 108104, 2020.

GU, S. Y.; WU, Q. L.; JIE, R. E. N. Preparation and surface structures of carbon nanofibers produced from electrospun PAN precursors. **New Carbon Materials**, v. 23, n. 2, p. 171-176, 2008.

GUERRINI, L. M. *et al.* Eletrofiação do poli (álcool vinílico) via solução aquosa. **Revista Polímeros**. São Carlos, v. 16, n. 4, out.-dez., 2006.

HAN, B. *et al.* Improved bioactivity of PAN-based carbon nanofibers decorated with bioglass nanoparticles. **Journal of Biomaterials Science, Polymer Edition**, v. 25, p. 341-353, 2014.

HO, T.; GHOCHAGHI, N.; TEPPER, G. Development of magnetic fabrics with tunable hydrophobicity. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 130, n. 4, p. 2352-2358, 2013.

HODNIK, J. *et al.* Inibição da formação de biofilme por análogos conformacionalmente restritos à base de indol do 85actéria85 marinho oroidina. **Revista Cartas de química bioorgânica e medicinal**, v. 24, n. 11, 2014.

HOPPE, A.; GÜLDAL, N. S.; BOCCACCINI, A. R. A review of the biological response to ionic dissolution products from bioactive glasses and glass-ceramics. **Biomaterials**, v. 32, n. 11, p. 2757-2774, 2011.

HSU, I.-L. *et al.* Multiplex antibacterial processes and risk in resistant phenotype by high oxidation-state nanoparticles: New killing process and mechanism investigations. **Chemical Engineering Journal**, v. 409, p. 128266, 2021.

HU, S. *et al.* Study on Antibacterial Effect of 45S5 Bioglass. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, v. 20, 2009

HUANG, C. *et al.* Electrospinning of bacteria with parallel line surface texture for improvement of nerve cell growth. **Soft Matter**, v. 7, n. 22, p. 10812-10817, 2011.

HUEBSCH, N.; MOONEY, D.J. Inspiração e aplicação na evolução de biomateriais. **Revista Nature**, Cambridge, v. 462, n. 26, nov., 2009.

INSTITUTO GRANADO DE TECNOLOGIA DA POLIACRILONITRILA (IGTPAN). **Propriedades da Poliacrilonitrila**, 2016. Disponível em: <https://www.igtpan.com/propriedade-poli.asp#:~:text=%C3%89%20o%20pol%C3%ADmero%20mais%20resistente,e%20solu%C3%A7%C3%B5es%20concentradas%20de%20bases>. Acesso em: 20 fev. 2022.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO). ISO 20743:2013 **Textiles — Determination of antibacterial activity of textile products**. Vernier, Genebra Suíça, 2013. Disponível em: < <https://www.iso.org/standard/59586.html> > Acessado em 21 se. 2022

JIN, X. *et al.* A cross-linked polyacrylamide electrolyte with high ionic conductivity for compressible supercapacitors with wide temperature tolerance. **Nano Research**, v. 12, n. 5, p. 1199-1206, 2019.

JORIO, A; SOUZA FILHO, A. G. Raman studies of carbon nanostructures. **Annual Review of Materials Research**, v. 46, p. 357-382, 2016.

JOSSO, B.; BURTON, D. R.; LALOR, M. J. Frequency 86actéria86i wavelet transform for surface roughness analysis and. **Wear**, v. 252, n. 5-6, p. 491-500, 2002.

KAMAT, P. V. Photophysical, photochemical and photocatalytic aspects of metal nanoparticles. **The Journal of Physical Chemistry B**, v. 106, n. 32, p. 7729-7744, 2002.

KARBOWNIK, I. *et al.* Effect of doping polyacrylonitrile fibers on their structural and mechanical properties. **Polymer**, v. 75, p. 97-108, 2015.

KARBOWNIK, I. *et al.* The preparation and characterization of polyacrylonitrile-polyaniline (PAN/PANI) fibers. **Materials**, v. 12, n. 4, p. 664, 2019.

KAUR, R. B.; BADEA, I. Nanodiamonds as novel nanomaterials for biomedical applications: drug delivery and imaging systems. **Jornal Internacional de Nanomedicina**, v. 08, p. 203-220, 2013.

KEHRWALD, A.M. **Estudo da influência da energia livre superficial na molhabilidade e adesão de revestimentos à base de fluorsilanos**. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2009.

KHUDIYEV, T. *et al.* Sub-micrometer surface-patterned ribbon fibers and textiles. **Advanced Materials**, v. 29, n. 22, 2017.

KIM, D. H. *et al.* Effect of the size and shape of silver nanoparticles on bacterial growth and metabolism by monitoring optical density and fluorescence intensity. **Biotechnology and Bioprocess Engineering**, v. 22, n. 2, p. 210–217, 2017

KORALNIK, I. J.; TYLER, K.L. COVID-19: Uma ameaça global ao sistema nervoso. **Annals of Neurology**, v. 88, n. 1, p. 1-11, 2020.

LEE, A. *et al.* *Staphylococcus aureus* resistente à meticilina. **Revista Nature**, v. 4, n. 18033, 2018.

LI, D.; XIA, Y. Electrospinning of nanofibers: reinventing the wheel? **Advanced materials**, v. 16, n. 14, p. 1151-1170, 2004.

LI, P. *et al.* Electrospun PS/PAN fibers with improved mechanical property for removal of oil from water. **Marine pollution bulletin**, v. 93, n. 1-2, p. 75-80, 2015.

LIN, C. *et al.* Healing effect of bioactive glass ointment on full-thickness skin wounds. **Revista Biomedical Materials**, v.7, 2012.

LIU, X. *et al.* Transparent glass-ceramics functionalized by dispersed crystals. **Progress in Materials Science**, v. 97, p. 38-96, 2018.

LUO, Y. *et al.* A segmentação de *Candida albicans* em biofilmes de duas espécies com tratamento antifúngico reduz *Staphylococcus aureus* e MRSA *in vitro*. **Revista PlosOne**, v.16, n.4, 2021.

LUZ, A.O.; RIBEIRO, S.; PANDOLFELLI, V. C. Artigo revisão: uso da molhabilidade na investigação do comportamento de corrosão de materiais refratários. **Revista Cerâmica**, São Paulo, v. 54, 2008.

MACHADO, C.E. *et al.* Pontos Quânticos de Carbono: Síntese Química, Propriedades e Aplicações. **Revista Virtual de Química**, Rio de Janeiro, v. 7, n. 4, 2015

MACIEL, M. V. de O. B. **Síntese verde de nanopartículas de Prata utilizando óleo essencial e aplicação em nanofibras obtidas por eletrofiação**. 165 f. Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2019.

MAHMOD, D. S. A. *et al.* Effect of the solvent type on the formation and physical properties of polyacrylonitrile fibers via a solvent-free coagulation bath. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 121, n. 4, p. 2467-2472, 2011.

MAIKRANZ, E. *et al.* Different binding mechanisms of *Staphylococcus aureus* to hydrophobic and hydrophilic surfaces. **Nanoscale**, n. 12, p. 19267-19275, 2020.

MARCIANO, F. R. *et al.* Wettability and antibacterial activity of modified diamond-like carbon films. **Applied surface science**, v. 255, n. 20, p. 8377-8382, 2009.

MARTINS, M.; TRINDADE, T. Os nanomateriais e a descoberta de novos mundos na bancada do químico. **Revista Química Nova**, v. 35, n.7, 2012.

MCMILLAN, P. W. **Glass-ceramics**. New York: Academic Press, 1979.

MELLO, M. S. de.; OLIVEIRA, A. C. Overview of the actions to combat bacterial resistance in large hospitals. **Revista Latino-Americana de Enfermagem**, v. 29, 2021.

MIAO, F. *et al.* Electrospun Carbon Nanofibers/Carbon Nanotubes/Polyaniline Ternary Composites with Enhanced Electrochemical Performance for Flexible Solid-State Supercapacitors. **ACS Sustainable Chemistry & Engineering**, v. 4, p. 1689-1696, 2016.

MIAO, J. *et al.* Metodologias atuais de genotipagem para *Staphylococcus aureus* resistente à meticilina patógeno nosocomial (MRSA). **Revista Patogênese**, v. 107, p. 17-28, 2017.

MOITA NETO, J.M. **Molhamento e ângulo de contato**. Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Piauí. Teresina, mar., 2006.

MOLVIEW. CID=7855. 2022. Disponível em: <https://molview.org/?cid=7855>. Acesso em: 05 jan. 2022.

MORONES, J.R. *et al.* The bactericidal effect of silver nanoparticles. **Revista Nanotechnology**, v. 16, 2005.

NANOSCIENCE INSTRUMENTS. **Soluções para Pesquisa de Biomateriais**. Washington, D.C., 2022. Disponível em: < <https://www.nanoscience.com/techniques/electrospray/> > Acesso em: 02 out. 2022

NASCIMENTO, A.E.G. **Study of Wettability of Surfaces of Paraffin and Stainless Steel by Nonionic Surfactant Solutions**. Tese (doutorado) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2015.

NEVES, D. P. **Parasitologia dinâmica**. 3. ed. São Paulo: Atheneu, 2009.

NIU, H.; LIN, T. Fiber generators in needleless electrospinning. **Journal of nanomaterials**, v. 2012, 2012.

NOGUEIRA, A.V.; SILVA FILHO, G.N. **Microbiologia**. Florianópolis: Biologia/EaD/UFSC, 2015.

OBERLI, L. *et al.* Condensation and freezing of droplets on superhydrophobic surfaces. **Advances in colloid and interface science**, v. 210, p. 47-57, 2014.

ORGANIZAÇÃO PAN-AMERICANA DA SAÚDE. ORGANIZAÇÃO MUNDIAL DA SAÚDE. **Folha informativa sobre COVID-19**. Brasil. 2022. Disponível em: <https://www.paho.org/pt/covid19>. Acesso em: 02 jun. 2022

OUYANG, Q. *et al.* Simultaneous DSC/TG analysis on the thermal behavior of PAN polymers prepared by aqueous free-radical polymerization. **Polymer Degradation and Stability**, v. 30, p. 320-327, 2016.

PAULA, L. O. DE. **Estudos de tribocorrosão em substratos de ligas de 60 NiTi e Ti-6Al-4V recobertos com DLC na presença de urina sintética**. 2018. 62 f. Dissertação (mestrado) - Universidade do Vale do Paraíba, São José dos Campos, 2018.

PAVIA, D. L. *et al.* **Introdução à espectroscopia**. 4. ed. São Paulo: Cengage Learning, 2010.

PEI, S. *et al.* Inferência e controle da transmissão nosocomial de *Staphylococcus aureus* resistente à meticilina. **Revista E Life**, v.7, 2018.

POLLITTI, E.J.G. *et al.* Staphylococcus aureus infection dynamics. **Plos Pathong**, v. 14, n.6, 2018.

PRABHU, S.; POULOSE, E. K. Silver nanoparticles: mechanism of antimicrobial action, synthesis, medical applications, and toxicity effects. **International Nano Letters**, v. 2, n. 1, 2012.

QURESHI, A. *et al.* A review on current status of antiviral siRNA. **Reviews in medical virology**, v. 28, n. 4, p. e1976, 2018.

RAABE, J.; DEL MENEZZI, C.; GONÇALEZ, J. Avaliação da superfície de lâminas decorativas de curupixá (*Micropholis venulosa* Mart. Eichler). **Floresta e Ambiente**, v. 24, 2016.

RAZA, M. A. *et al.* Size-and shape-dependent antibacterial studies of silver nanoparticles synthesized by wet chemical routes. **Nanomaterials**, v. 6, n. 4, p. 74, 2016.

REIS, M. O. **Desenvolvimento e caracterização de nanocompósitos produzidos a partir de miniemulsão acrílica aquosa contendo nanopartículas de Prata**. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2011.

RIBEIRO, R. F. *et al.* Thermal Stabilization study of polyacrylonitrile fiber obtained by extrusion. **Polímeros**, v. 25, p. 523-530, 2015.

ROBERTSON, J. Diamond-like amorphous carbon. **Materials Science and Engineering**, v. R37, p. 129-281, 2002.

ROCTON, N. *et al.* Fine analysis of interaction mechanism of bioactive glass surface after soaking in SBF solution: AFM and ICP-OES investigations. **Applied Surface Science**, v. 505, p. 144076, 2020.

ROSA, M. C. G.; PEÇANHA, M. P.; FILGUEIRA, M. **Thermal Damage in Diamonds:**

ROSSIN, A. R. S. *et al.* Terapia fotodinâmica em eletrofição: revisão de técnicas e aplicações. **Revista Química Nova**, v.15, p. 1-10, 2020.

SALAMANCA-BUENTELLO, F. *et al.* Nanotechnology and the developing world. **PLoS Medicine**, v. 2, n. 5, 2005.

SANTANA, G.F.M. **Efetividade de scaffolds de poli (butileno adipato-cotereftalato) / nanohidroxiapatita obtidos por eletrofição para aplicação biomédica: avaliação *in vitro***. 2016. Tese (Doutorado) - Universidade do Estadual Paulista, São José dos Campos, 2016.

SANTOS, V. M. **Estudo dos filmes de Poliacrilonitrila modificados pela adição de clorofilas, citocromo-c, Fe(ii) e Fe(iii)**. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2009.

SANTOS, V. M.; SILVA FILHO, E. A.; NUNES FILHO, E. Estudo de filmes de poliacrilonitrila dopados com Fe (II) E Fe (III) por espectroscopia mössbauer e infravermelho. *In: CONGRESSO BRASILEIRO DE POLÍMEROS*, 10., 2009. **Anais...**, Foz do Iguaçu, 2009.

SAWAI, D.; FUJII, Y.; KANAMOTO, T. Development of oriented morphology and tensile properties upon superdrawing of solution-spun fibers of ultra-high molecular weight poly (acrylonitrile). **Polymer**, v. 47, n. 12, p. 4445-4453, 2006.

SEGALA, K. *et al.* Nanopartículas de Prata incorporadas em membranas de biopolímero nanoestruturadas produzidas por eletrofição: um estudo da atividade antimicrobiana. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, São Paulo, v. 51, n. 4, out.- dez., 2015.

SHALABY, T. *et al.* Electrospun nanofibers hybrid composites membranes for highly efficient antibacterial activity. **Ecotoxicology and environmental safety**, v. 162, p. 354-364, 2018.

SHARMA, V. K.; YNGARD, R. A.; LIN, Y. Silver nanoparticles: green synthesis and their antimicrobial activities. **Advances in colloid and interface science**, v. 145, n. 1-2, p. 83-96, 2008.

SHAW, D. J. **Introdução à Química dos Colóides e Superfícies**. São Paulo: Edgard Blucher, 1975

SILVA, C. F.; PAULA, D. D. M.; BORGES, K. B. Electrospinning applied to the development of adsorbent nanofibers aiming at improving solid phase (micro)extraction techniques. **Química Nova**, São Paulo, v. 44, n. 09, 2021.

SILVEIRA, D. C. *et al.* Caracterização eletromagnética de nanocompósitos flexíveis de PSU/negro de fumo obtidos via eletrofição. *In: SIMPÓSIO DE APLICAÇÕES OPERACIONAIS EM ÁREAS DE DEFESA*, 19., São José dos Campos, 2017. **Anais...**, Instituto Tecnológico Aeronáutico: São José dos Campos, 2017.

SINGH, R. *et al.* Bacteriogenic silver nanoparticles: synthesis, mechanism, and applications. **Applied microbiology and biotechnology**, v. 99, n. 11, p. 4579-4593, 2015.

SOCIEDADE BRASILEIRA DE IMUNIZAÇÃO - SBIM. **Conceitos importantes**. Disponível em: <https://familia.sbim.org.br/vacinas/conceitos-importantes>. Acesso em: 10 set. 2021.

SOCIEDADE BRASILEIRA DE PROTOZOLOGIA (SBPz). **Nota técnica da Sociedade Brasileira de Protozoologia (SBPz) acerca do recente debate sobre as definições de Protozoário e Vírus.** São Paulo; 2021. Disponível em: <https://sbpz.org.br/nota-tecnica-da-sociedade-brasileira-de-protozoologia-sbpz-acerca-do-recente-debate-sobre-as-definicoes-de-protozoario-e-virus/>. Acesso em: 10 jan. 2022.

SONDI, I.; SALOPEK-SONDI, B. Silver nanoparticles as antimicrobial 91actér: A case study on *E. coli* as a model for Gram negative bactéria. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 275, n. 1, p. 177–182, 2004.

STARTBIOSCIENCE. IMPORTAÇÃO E NACIONALIZAÇÃO DE PRODUTOS CIENTÍFICOS. **Grade para Microscopia Eletrônica, grid hexagonal (Cobre, Níquel, Ouro).** Campinas. 2022. Disponível em: < <https://startbioscience.com.br/produto/grade-para-microscopia-eletronica-grid-hexagonal/> > Acesso em 03 out. 2022

STRAIN, I. N. *et al.* Electrospinning of recycled PET to generate tough mesomorphic fibre membranes for smoke filtration. **Journal of Materials Chemistry A**, v. 3, n. 4, p. 1632–1640, 2015.

STUART, B. **Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications.** John Wiley & Sons: West Sussex, 2004.

SUN, J. Y. *et al.* Highly stretchable and tough hydrogels. **Nature**, v. 489, n. 7414, p. 133-136, 2012.

SUN, T., HOU, Y., WANG, H. Mass DSC/TG and IR Ascertained Structure and Color Change of Polyacrylonitrile Fibers in Air/Nitrogen During Thermal Stabilization. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 118, p. 462–468, 2010.

TEIXEIRA, V.C. **Nanotecnologia e diagnóstico na medicina.** 2021. Trabalho de Conclusão do Curso (graduação) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2021.

TERPOS, E. *et al.* Achados hematológicos e complicações do COVID-19. **Jornal Americano de Hematologia**, v. 95, n. 7, p. 834-847, 2020.

TOKUDA, N. *et al.* Atomically flat diamond (111) surface formation by homoepitaxial lateral growth. **Diamond and related materials**, v. 17, n. 7-10, p. 1051-1054, 2008.

TRABULSI, L. R.; ALTERTHUM, F. **Microbiologia.** 6. ed. São Paulo: Atheneu, 2015.

UNIVERSIDADE ABERTA DO SISTEMA ÚNICO DE SAÚDE (UNA-SUS). **Organização Mundial de Saúde declara pandemia do novo Coronavírus:** Mudança de classificação obriga países a tomarem atitudes preventivas. Brasília, 11 mar., 2020. Disponível em: <https://www.unasus.gov.br/noticia/organizacao-mundial-de-saude-declara-pandemia-de-coronavirus#:~:text=A%20mudan%C3%A7a%20de%20classifica%C3%A7%C3%A3o%20n%C3%A3o,o%20Covid%2D19%20tem%20apresentado..> Acesso em: 10 jan. 2022.

VANTURELLI, R. B.; GRIPA, S. Eletrofiação: uma alternativa para a produção de não tecidos. **Revista UNIFEBE.** Bruspe, v.1, n. 22, set.- dez., 2017.

VEGA, I.; MORRIS, W.; D'ACCORSO, N. PAN chemical modification: Synthesis and characterization of terpolymers with 1,2,4-oxadiazolic pendant groups. **Reactive and Functional Polymers**, v. 66, n. 12, p. 1609-1618, 2006.

VENTURELLI, R.B. **Produção de Não Tecidos de PET Reciclado com Incorporação de Óleo Essencial**: Comparação entre Eletrofição Coaxial e Eletroaspersão. Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química. Florianópolis, 2016.

VICKERS, N. J. Animal communication: when I'm calling you, will you answer too? **Current biology**, v. 27, n. 14, p. R713-R715, 2017.

VINUEZA, M.E.G. **Síntese, caracterização e capacidade de inibição de biofilme por Biovidro ativo 58s através da incorporação de compostos orgânicos e inorgânicos**. Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2017.

WALKER, J. N. *et al.* A cateterização altera a ecologia da bexiga para potencializar a infecção por *Staphylococcus aureus* do trato urinário. In: NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES, 14., 2017. **Proceedings...**, Standford, n. 41, 2017.

WANG, H. *et al.* Preparation and characterization of silver nanocomposite textile. **Journal of Coatings Technology and Research**, v. 4, n. 1, p. 101-106, 2007.

WANG, J. *et al.* Synthesis of biomimetic superhydrophobic surface through electrochemical deposition on porous alumina. **Journal of Bionic Engineering**, v. 8, n. 2, p. 122-128, 2011.

WANG, Y. *et al.* Formation of Surface Morphology in Polyacrylonitrile (PAN) Fibers during Wet-Spinning. **Journal of Engineered Fibers and Fabrics**, v. 13, n. 2, p. 155892501801300208, 2018.

WANG, Y. *et al.* Preparation on silver nanoparticles dispersed in polyacrylonitrile nanofiber film spun by electrospinning. **Revista Materiais**. São Paulo, v. 59, p. 3046-3049, 2005.

WANG, Z. *et al.* Solvent-Free Organocatalytic Preparation of Cyclic Organic Carbonates Under Scalable Continuous Flow Conditions. **React. Chem. Eng.**, v. 4, p. 17-26, 2019.

WANITWISUTCHAI, T. *et al.* Buffering capacity and antibacterial properties among bioactive glass-containing orthodontic adhesives. **Dental Materials Journal**, p. 2020-375, 2021.

WEHLING, J. *et al.* Bactericidal Activity of Partially Oxidized Nanodiamonds. **ACS Nano**, v. 8, p. 6475- 6483, 2014.

XUE, J. *et al.* Fabrication, photoluminescence and applications of quantum dots embedded glass ceramics. **Chemical Engineering Journal**, v. 383, p. 123082, 2020.

XUE, T. J.; WILKIE, C A. Thermal degradation of poly (styrene-g-acrylonitrile). **Polymer degradation and stability**, v. 56, n. 1, p. 109-113, 1997.

YANG, J. J.; XU, K. W. Characterization of multiscale surface evolution of polycrystalline copper thin films. **Journal of applied physics**, v. 101, n. 10, p. 104902, 2007.

YAZDIMAMAGHANI, M. *et al.* Synthesis and characterization of encapsulated nanosilica particles with an acrylic copolymer by in situ emulsion polymerization using thermoresponsive nonionic surfactant. **Materials**, v. 6, n. 9, p. 3727-3741, 2013.

YU, D. G.; CHOU, W. L.; YANG, M. C. Effect of draw ratio and coagulant composition on polyacrylonitrile hollow fiber membranes. **Separation and purification technology**, v. 52, n. 2, p. 380-387, 2006.

ZAMAN, S. B. *et al.* A review on antibiotic resistance: alarm bells are ringing. **Cureus**, v. 9, n. 6, 2017.

ZANCAN, P.H. Influência dos parâmetros de deposição na molhabilidade de filmes de A-C: H. **Dissertação (mestrado)** - Universidade do Estado de Santa Catarina. Joinville, 2017.

ZHANG, C. L. *et al.* Structural evolution and kinetic study of high isotacticity poly (acrylonitrile) during isothermal pre-oxidation. **Carbon letters**, v. 12, n. 4, p. 229-235, 2011.

ZHANG, C.L.; YU, S.H. Nanopartículas encontram eletrofição: avanços recentes e perspectivas futuras. **Revista Sociedade Química**, v.13, 2014.

ZHANG, Q. *et al.* Deciphering effects of surface charge on particle removal by TiO₂ polyacrylonitrile nanofibers. **Aerosol and Air Quality Research**, v. 17, n. 7, p. 1909-1916, 2017.

ZHU, A. *et al.* Film characterization of poly (styrene-butylacrylate-acrylic acid)-silica nanocomposite. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 322, n. 1, p. 51-58, 2008.