

Universidade Do Vale Do Paraíba (UNIVAP)  
Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento (IP&D)  
Programa de Mestrado Profissional em Processamento de Materiais (PPGPM)

Yoshio Manoel Nunes Shimada

**Produção de Nanocompósito de Fibra de PAN com Nanopartículas de Prata obtido por  
Eletrofiação para aplicação como Invólucro em Filtros HEPA**

**Production of PAN Fiber Nanocomposite with Silver Nanoparticles Obtained by  
Electrospinning for Application as Enclosure in HEPA Filters**

São José dos Campos  
2023

Yoshio Manoel Nunes Shimada

**Produção de Nanocompósito de Fibra de PAN com Nanopartículas de Prata obtido por Eletrofiação para aplicação como Invólucro em Filtros HEPA**

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Mestrado Profissional em Processamento de Materiais da Universidade do Vale do Paraíba para obtenção do título de Mestre em Processamento de Materiais.

Orientadora: Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Lucia Vieira

São José dos Campos  
2023

## TERMO DE AUTORIZAÇÃO DE DIVULGAÇÃO DA OBRA

### Ficha catalográfica

Shimada, Yoshio Manoel Nunes

Produção de Nanocompósito de Fibra de PAN com Nanopartículas de Prata obtido por Eletrofição para aplicação como Invólucro em Filtros HEPA / Yoshio Manoel Nunes Shimada; orientadora, Lucia Vieira. - São José dos Campos, SP, 2023.

1 CD-ROM, 51 p.

Dissertação (Mestrado Profissional) - Universidade do Vale do Paraíba, São José dos Campos. Programa de Pós-Graduação em Processamento de Materiais.

Inclui referências

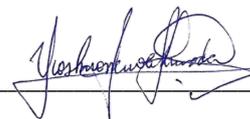
1. Processamento de Materiais. 2. Nanopartícula de prata. 3. Bactericida. 4. Filtro HEPA. I. Vieira, Lucia , orient. II. Universidade do Vale do Paraíba. Programa de Pós-Graduação em Processamento de Materiais. III. Título.

Eu, Yoshio Manoel Nunes Shimada, 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, 1 de Março de 2024.



Autor(a) da Obra

Data da defesa: 13 / 12 / 2023

---

**YOSHIO MANOEL NUNES SHIMADA**

**“PRODUÇÃO DE NANOCOMPÓSITO DE FIBRA PAN COM NANOPARTÍCULAS DE PRATA OBTIDO POR ELETROFIAÇÃO PARA APLICAÇÃO COMO INVÓLUCRO EM FILTROS HEPA.”**

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

Fernando dos S. Ortega	<i>Fernando S. Ortega</i>
Lucia Vieira	<i>Lucia Vieira</i>
Tiago M. B. Campos	<i>Tiago M. B. Campos</i>
Rita de C. M. Sales Contini	<i>Rita de C. M. S. Contini</i>

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Lúcia Vieira

Diretora do IP&D – Univap

São José dos Campos, 13 de dezembro de 2023.

## **DEDICATÓRIA**

Dedico esta dissertação aos meus pais, cujo amor, apoio incondicional e sacrifícios tornaram este percurso possível. À minha família, amigos e mentores, cujas orientações e encorajamentos foram fundamentais. A todos aqueles que acreditaram em mim, mesmo nos momentos de dúvida, este trabalho é também um reflexo da confiança que depositaram em mim. Agradeço por fazerem parte desta jornada.

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus, pela minha vida, e por me permitir ultrapassar todos os obstáculos encontrados ao longo da realização deste trabalho e por permitir que eu tivesse saúde e determinação para não desanimar durante a realização deste trabalho.

A minha família que sempre me apoiaram e me auxiliaram a chegar até aqui, principalmente para minha mãe, meu pai e minha irmã.

A minha orientadora Dra. Lucia Vieira por ter sido tão paciente nos meus momentos de fraqueza e ter me dado direção para um caminho por mim ainda não habitado. Sem seu apoio, não teria conseguido

A Dra. Carolina Hahn da Silveira pelos auxílios com minha dissertação.

A coordenadora do curso Dra. Ivone Regina de Oliveira por todo o incentivo, conselhos e paciência. Sem seu incentivo, não teria conseguido também.

As técnicas de laboratório Dra. Angela Vieira e Priscila Maria Marciano Leite. Vocês foram chave para conseguir desvendar esse mundo de análises e caracterizações. Muito obrigado.

A Me. Felipe Santos de Almeida pelos auxílios com a parte microbiológica. Seu auxílio ajudou a desvendar a eficácia do meu projeto. Obrigado.

A todos que participaram, direta ou indiretamente do desenvolvimento deste trabalho de pesquisa, enriquecendo o meu processo de aprendizado.

## RESUMO

O filtro HEPA, abreviação de "*High Efficiency Particulate Air*", é um componente amplamente utilizado atualmente. Ele consiste em uma matriz de microfibras sobrepostas, formando múltiplas camadas dispostas aleatoriamente, com diâmetros de fibra em torno de 0,5µm e espaçamento na ordem de micrômetros (50 a 100µm). A composição dos filtros HEPA pode variar, incluindo materiais como fibra de vidro ou polímeros, como o Nylon. Esses filtros são altamente eficazes na retenção de partículas de dezenas de micrômetros, com uma dependência da permeabilidade do ar variando entre 100-350Pa. No entanto, algumas bactérias atmosféricas, como *Staphylococcus aureus*, possuem dimensões entre 0,5–1,5 µm de diâmetro, e *E. coli*, por exemplo, tem tamanho entre 1,1-6.0 µm, podendo potencialmente penetrar a porosidade desses filtros. Com o objetivo de mitigar esse problema e prolongar a vida útil dos filtros HEPA, este estudo investigou a viabilidade do uso de um invólucro feito de um nanocompósito de fibras de PAN impregnadas com nanopartículas de prata, produzido por eletrofição. Esse invólucro apresenta-se como uma solução de baixo custo, substituível após cada uso, simplificando a manutenção dos filtros HEPA e estendendo seu ciclo de utilização. Além disso, o invólucro exibe propriedades bactericidas, oferecendo uma camada adicional de proteção ao usuário de aparelhos eletrodomésticos. O processo de eletrofição empregado foi o eletrospinning, utilizando uma dispersão de Poliacrilonitrila (PAN) em Dimetilformamida (DMF), com e sem a adição de nanopartículas de prata. Após a eletrofição, o não tecido de PAN (Nt-PAN) foi coletado e passou por um tratamento térmico em forno para estabilização das cargas eletrostáticas e melhoria nas propriedades de manipulação. As amostras de Nt-PAN, com e sem prata, foram submetidas a uma caracterização abrangente, incluindo análise morfológica via Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), análise de composição química via espectroscopia por FTIR, Energia Dispersiva de Raios X (EDX), e avaliação de atividade bactericida e bacteriostática por meio do estudo de halos. Os resultados revelaram que as fibras com presença confirmada de prata nos Nt-PAN com aproximadamente 20% em massa. A análise da composição química indicou componentes característicos da Poliacrilonitrila e da Dimetilformamida. As amostras de Nt-PAN com prata demonstraram potencial promissor como invólucro de proteção para filtros HEPA, apresentando halos de raio de 4,22mm para *E. coli* e 6,50mm para *S. aureus*, em conformidade com a norma, apresentando um halo de  $\geq 3$ mm de raio.

**Palavras-Chave:** PAN; nanopartícula de prata; bactericida; filtro HEPA.

## ABSTRACT

The HEPA filter, short for "High Efficiency Particulate Air," is a widely used component today. It consists of a matrix of overlapping microfibers, forming multiple layers arranged randomly, with fiber diameters around 0.5 $\mu$ m and spacing in the order of micrometers (50 to 100 $\mu$ m). The composition of HEPA filters can vary, including materials such as fiberglass or polymers, like Nylon. These filters are highly effective in retaining particles of tens of micrometers, with a dependence on air permeability ranging between 100-350Pa. However, some atmospheric bacteria, such as *S. aureus*, have dimensions between 0.5–1.5  $\mu$ m in diameter, and *E. coli*, for example, has a size between 1.1-6.0  $\mu$ m, potentially allowing them to penetrate the porosity of these filters. To address this issue and extend the lifespan of HEPA filters, this study investigated the viability of using a casing made from a nanocomposite of PAN fibers impregnated with silver nanoparticles, produced through electrospinning. This casing offers a low-cost solution, replaceable after each use, simplifying HEPA filter maintenance and extending its usage cycle. Additionally, the casing exhibits bactericidal properties, providing an additional layer of protection to users of household appliances. The electrospinning process employed was electrospinning, using a dispersion of Polyacrylonitrile (PAN) in Dimethylformamide (DMF), with and without the addition of silver nanoparticles. After electrospinning, the PAN nonwoven fabric (Nt-PAN) was collected and underwent thermal treatment in an oven to stabilize electrostatic charges and improve handling properties. The Nt-PAN samples, with and without silver, underwent comprehensive characterization, including morphological analysis via Scanning Electron Microscopy (SEM), analysis of chemical composition via FTIR spectroscopy, Energy Dispersive X-ray (EDX), and evaluation of bactericidal and bacteriostatic activity through halo studies. The results revealed that the fibers with confirmed silver presence in Nt-PAN were approximately 20% by mass. Chemical composition analysis indicated characteristic components of Polyacrylonitrile and Dimethylformamide. Nt-PAN samples with silver demonstrated promising potential as protective enclosures for HEPA filters, exhibiting halo radii of 4,22mm for *E. coli* and 6,50mm for *S. aureus*, in accordance with the standard, presenting a halo with a radius of  $\geq 3$ mm.

**Keywords:** PAN; silver nanoparticle; bactericide; HEPA filter.

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Esquema de um sistema de eletrofiação convencional. ....	18
<b>Figura 2.</b> Diagrama esquemático de um sistema de eletrofiação. ....	18
<b>Figura 3.</b> Estrutura molecular do homopolímero de PAN.....	22
<b>Figura 4.</b> Bactéria Gram-negativa. ....	25
<b>Figura 5.</b> Bactéria Gram-positiva. ....	26
<b>Figura 6.</b> Etapas de evolução do projeto. ....	28
<b>Figura 7.</b> Etapas do preparo da Solução. ....	29
<b>Figura 8.</b> Etapas do processo de eletrofiação. ....	29
<b>Figura 9.</b> Morfologia do Filtro HEPA via MEV. ....	34
<b>Figura 10.</b> Morfologia AgNPs.....	35
<b>Figura 11.</b> MEV Nt-PAN com e sem AgNPs.....	36
<b>Figura 12.</b> Área Analisada do Filtro HEPA em EDX. ....	37
<b>Figura 13.</b> Espectro da análise de EDX do Filtro HEPA. ....	37
<b>Figura 14.</b> Dispersão das AgNPs na fibra PAN. ....	38
<b>Figura 15.</b> Espectro da análise por EDX do Nt-PAN com AgNPs. ....	38
<b>Figura 16.</b> Espectros de FTIR das Amostras de Nt-PAN e PAN com AgNPs.....	40
<b>Figura 17.</b> Disposição dos discos para o ensaio de Antibiograma. ....	41
<b>Figura 18.</b> Antibiograma para S. aureus. ....	42
<b>Figura 19.</b> Antibiograma para E. Coli. ....	43

## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1.</b> Porcentagem em peso de C e Ag .....	39
<b>Tabela 2.</b> Bandas características da PAN. ....	40
<b>Tabela 3.</b> Medição dos halos de inibição para S.aureus. ....	42
<b>Tabela 4.</b> Medição dos halos de inibição para E. coli .....	43

## **LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS**

**Ag – Prata**

**Au - Ouro**

**C - Carbono**

**FTIR - Infravermelho Por Transformada De Fourier**

**Nt-PAN- Não tecido de poliacrilonitrila**

**NPs – Nanopartículas**

**O - Oxigênio**

**Ti - Titânio**

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>12</b>
<b>2 OBJETIVOS</b> .....	<b>14</b>
2.1 Objetivo Geral .....	14
2.2 Objetivos Específicos .....	14
<b>3 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	<b>15</b>
3.1 Filtros “ <i>High Efficiency Particulate Air</i> ” (HEPA).....	15
3.2 Eletrofiação.....	16
3.2.1 Parâmetros para o processo de eletrofiação.....	19
3.2.1.1 Parâmetros da Solução.....	19
3.2.1.2 Parâmetro do Processo.....	20
3.2.1.3 Parâmetros do Ambiente .....	21
3.3 Poliacrilonitrila (PAN).....	22
3.4 Nanopartícula de prata.....	23
3.5 Bactérias.....	24
3.5.1. Bactérias Gram positivas e Gram negativas .....	25
3.5.2. <i>Staphylococcus aureus</i> .....	26
3.5.2. <i>Escherichia coli</i> .....	27
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>28</b>
4.1 Preparação da solução .....	28
4.2 Eletrofiação.....	29
4.3 Estabilização das mantas de PAN .....	30
4.4 Caracterizações Físico-química e Microbiológica do Nt-PAN.....	31
4.4.1 Microscopia Eletrônica De Varredura (MEV) .....	31
4.4.2 Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios-X (EDX).....	31
4.4.3 Composição via FTIR.....	32
4.4.4 Teste Bactericida.....	32
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>34</b>
5.1 Morfologia do Filtro HEPA, AgNPs e Nt-PAN com e sem prata. ....	34
5.1.1 Morfologia via MEV do Filtro HEPA.....	34
5.1.2 Morfologia via MEV das AgNPs .....	35
5.1.3 Morfologia via MEV do Nt-PAN com e sem AgNPs .....	35
5.2 EDX .....	36
5.2.1. EDX do Filtro HEPA.....	36
5.2.1. EDX do Nt-PAN com AgNPS .....	37
.....	38
5.3 Composição via FTIR .....	39
5.4 Ensaio Antibiograma em presença da bactéria <i>E. coli</i> e <i>Staphylococcus aureus</i> . ...	40
<b>6 CONCLUSÃO</b> .....	<b>44</b>
<b>7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	<b>45</b>
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>46</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A Eletrofiação, conhecida como *electrospinning* em inglês, constitui um método extremamente versátil para a produção de materiais nanométricos, evidenciando considerável potencial na utilização de uma ampla gama de soluções. Destacando-se como a técnica mais vantajosa entre os métodos de fabricação de nanofibras, ela oferece multifuncionalidade, simplicidade na produção de nanomateriais, custo reduzido e a capacidade de empregar diversos materiais como soluções para o processo de eletrofiação (Hussain; Yusoff, 2012). Este método encontra aplicações abrangentes, incluindo o processamento de polímeros (com a possibilidade de incorporar outros materiais, como cerâmicas ou metais), a fabricação de nanocompósitos de matriz polimérica e blendas, a engenharia tecidual médica, a criação de sensores, a catálise, a agricultura e a purificação de águas (Costa *et al.*, 2012).

O processo de eletrofiação é desencadeado mediante a aplicação de um campo elétrico, o qual é empregado para gerar um jato carregado de uma solução polimérica. Nesse processo, o solvente se dispersa progressivamente à medida que o jato se desloca pelo ar, resultando na formação de um não-tecido fibroso que pode ser direcionado eletricamente ou capturado por uma tela de metal (Doshi; Reneker, 1995). Dentre os polímeros utilizados para a eletrofiação, destacam-se o Nylon6,6 (PA-6,6), o Poliuretano (PU), o Poliacetato de vinila (PVA), o Ácido polilático (PLA), a Poliacrilonitrila (PAN) e outros (Huang *et al.*, 2003).

Conforme citado, a PAN é um dos materiais utilizados para a eletrofiação. A PAN eletrofiada se transforma em um Nt-PAN. O Não tecido, do inglês, *nonwoven*, é descrito pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT, 2017), através da NBR-13370, como “*um material plano, flexível e porosa, formado por um véu ou manta de fibras/ filamentos, orientado direccionalmente ou por acaso, conformado por processo mecânico e/ou químico e/ou térmico e combinações destes*”.

Os seres humanos enfrentam exposição cotidiana a uma diversidade de poluentes atmosféricos, tais como Matéria Particulada (MP), Óxido de Enxofre (SO<sub>x</sub>), Óxidos de Nitrogênio (NO<sub>x</sub>), Monóxido de Carbono (CO), Ozônio (O<sub>3</sub>), bem como a patógenos, incluindo fungos, bactérias e vírus, que podem ser transmitidos pelo ar ou através do contato direto com superfícies contaminadas (Jaybhay *et al.*, 2022).

O desenvolvimento e avanço dos filtros de ar de partículas de alta eficiência (HEPA – *High Efficiency Particulate Air*) demonstram esforços em direção à manutenção de ar limpo e respirável. Filtros HEPA geralmente usam fibra de vidro como o meio de filtração e podem

ter uma eficiência de filtração de 99,97% para partículas com um diâmetro aerodinâmico de 0,3  $\mu\text{m}$  e uma capacidade de retenção de poeira muito alta (Zhang *et al.*, 2021).

Por outro lado, o desenvolvimento de resistência bacteriana a diversos materiais está em ascensão, sendo o uso inadequado de antibióticos a principal causa desse fenômeno. Esse quadro representa uma das mais significativas ameaças à saúde global, segurança alimentar e desenvolvimento atual. A resistência bacteriana está tornando cada vez mais desafiador o tratamento de diversas infecções, como pneumonia, tuberculose, gonorreia e salmonelose (WHO, 2020). Uma alternativa de bactericida disponível é o uso de materiais nanotecnológicos. Destacam-se como nanomateriais altamente promissores, com propriedades antibacterianas, as nanopartículas metálicas. Essas partículas apresentam atividade química ampliada devido à notável relação superfície/volume e à estrutura cristalográfica da superfície, como é o caso das nanopartículas de prata (AgNPs) (Wang; Hu; Shao, 2017).

Frente ao cenário desafiador que abrange tanto a poluição atmosférica quanto o crescente problema da resistência bacteriana, é crucial otimizar a eficácia de materiais com o uso da nanotecnologia, especialmente com as AgNPs. Este estudo visa investigar a complexidade e as potencialidades da técnica de eletrofiliação, enfrentando os desafios associados ao desenvolvimento de materiais inovadores que incorporam AgNPs. Considerando aspectos essenciais, como a purificação do ar e a resistência bacteriana, propõe-se a criação de um invólucro de não tecido de PAN impregnado com AgNPs, com propriedades bactericidas. Este material visa complementar os filtros HEPA, prolongando sua vida útil e estabelecendo uma solução eficaz contra bactérias, contribuindo assim para a melhoria da qualidade do ar.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 Objetivo Geral

O propósito desta pesquisa consiste em produzir um nanocompósito, utilizando uma matriz de Nt-PAN, tanto com quanto sem reforço de AgNPs, para, em seguida, analisar a eficácia dos Nt-PAN eletrofiados, com e sem a presença de prata, em relação aos efeitos bactericida. Tal avaliação será conduzida por meio do método de Kirby-Bauer, utilizando a técnica de disco-difusão, e será direcionada especificamente para as bactérias *Staphylococcus aureus* e *Escherichia coli* (*E. coli*).

### 2.2 Objetivos Específicos

Os objetivos específicos desta dissertação incluem:

- Produzir um nanocompósito, com matriz de Nt-PAN, com e sem reforço de AgNPs.
- Realizar a caracterização morfológica dos Nt-PAN por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).
- Identificar a presença de prata nos Nt-PAN utilizando Espectroscopia de Dispersão de Energia (EDX).
- Analisar a composição química dos Nt-PAN por meio de Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR).
- Avaliar a bioatividade dos Nt-PAN na presença das bactérias *Staphylococcus aureus* e *E. coli*, considerando aspectos bactericidas.

Estes objetivos específicos visam proporcionar uma compreensão abrangente das características e desempenho dos Nt-PAN, destacando sua morfologia, presença de prata, composição química e a efetividade contra bactérias específicas.

### 3 REVISÃO DE LITERATURA

Este capítulo apresenta como se encontra o estado da arte dos principais tópicos que constituem o conteúdo teórico desta pesquisa.

#### 3.1 Filtros “*High Efficiency Particulate Air*” (HEPA)

Os Filtros HEPA foram desenvolvidos em 1940 por Arthur D. Little para o Projeto Manhattan, um programa que resultou na produção das primeiras bombas atômicas durante a Segunda Guerra Mundial. Este filtro representou um avanço significativo na tecnologia de filtragem do ar, abordando uma necessidade crítica de controle de partículas extremamente pequenas contaminadas com radioatividade nuclear (Michaelis; Loraine, 2005).

O filtro de ar particulado de alta eficiência (HEPA) tornou-se item indispensável na manutenção da segurança biológica e é utilizado como meio de retenção de culturas de contaminações originadas no ar circundante. Quando a produção comercial começou, muitos novos usos foram encontrados na medicina, na fabricação de microeletrônica e na produção farmacêutica. Uma compreensão completa desses filtros provou ser tão importante que estimulou atividades de pesquisa e desenvolvimento que estabeleceram a ciência da filtragem do ar em uma base teórica sólida e promoveram rápidos avanços nos materiais de construção e nos métodos de produção (First, 1998).

Para se qualificarem como grau HEPA, os filtros devem remover pelo menos 99,97% de todas as partículas de 0,15 a 0,2  $\mu\text{m}$ . Assim, os filtros HEPA têm pelo menos 99,97% de eficiência na remoção de todas as partículas, com eficiências ainda maiores para partículas maiores e menores que 0,15  $\mu\text{m}$  (Christopherson *et al.*, 2020).

À medida que o ar flui através do filtro e entre as fibras, partículas transportadas pelo ar serão aprisionadas por 1 de 3 mecanismos: impactação, interceptação e difusão (First, 1998).

A adesão às fibras do filtro pode ocorrer através de forças de Van der Waals, atração eletrostática e ação capilar. As partículas são presas (aderem à fibra) por uma combinação dos seguintes mecanismos:

- **Interceptação:** Onde as partículas que seguem um fluxo de ar entram em contato com uma fibra e aderem a ela. A interceptação predomina em partículas maiores que 0,4  $\mu\text{m}$ .
- **Impacto:** Onde as partículas de grandes dimensões não são capazes de evitar as fibras enquanto seguem um fluxo de ar e são levadas a um impacto direto com uma delas. Este efeito

aumenta com a diminuição da separação entre as fibras e o aumento da velocidade do fluxo de ar. O impacto predomina em partículas maiores que 0,4  $\mu\text{m}$ .

- Difusão: Um mecanismo adicional, que é resultado da colisão de moléculas de gás com as partículas menores, especialmente aquelas com menos de 0,1  $\mu\text{m}$ , o que impede e retarda sua passagem através do filtro. A partícula adquire movimento aleatório dentro do gás, o que aumenta a probabilidade de uma partícula ser parada por um dos dois mecanismos anteriores. É o mais dominante quando o fluxo de ar é lento (Perry *et al.*, 2016).

Os filtros HEPA são fabricados com materiais específicos projetados para fornecer alta eficiência na remoção de partículas. Os materiais principais utilizados na fabricação de filtros HEPA incluem Microfibras de Vidro (Min; Kim; Kim, 2018) e poliméricas.

O filtro de fibra de vidro tradicional não pode ser degradado naturalmente (Min; Kim; Kim, 2018) assim como os poliméricos, criando um grande fardo para o meio ambiente (Geyer; Jambeck; Law, 2017) fazendo buscar novas tecnologias para a mitigação de agentes infecciosos.

### 3.2 Eletrofiação

Ao contrário das técnicas convencionais de fiação de fibras (fiação úmida, fiação a seco, fiação por fusão, fiação por gel), que são capazes de produzir fibras poliméricas com diâmetros abaixo da faixa micrométrica, a fiação eletrostática ou “eletrofiação” é um processo capaz de produzir fibras poliméricas no diâmetro nanométrico. A eletrofiação é um processo eficiente que pode ser utilizado para montar mantas de polímero fibroso compostas de diâmetros de fibra que variam de vários microns até fibras com diâmetro inferior a 100 nm (Frenot; Chronakis, 2003).

Electrospinning é uma técnica inventada em 1897 por Rayleigh mas foi patenteada apenas em 1934 por Anton Formahals (Bhardwaj; Kundu, 2010). O processo, até então chamado de “fiação elétrica” de fibras, foi um advento da produção de fibras em 1938, onde o precursor da técnica, (Formhals, 1938), que patenteou nos EUA para o processo e aparelho para regular e controlar o comprimento de fibras artificiais, criando fibras de acetato de celulose a partir de uma solução de acetona e éter monometílico de etilenoglicol (Ibrahim; Klingner, 2020).

Taylor (1964) observou que uma gota de solução precursora se forma na ponta agulha ou capilar na eletrofiação, e logo após um estiramento por forças eletrostáticas forma-se em forma de cone (conhecido como Cone de Taylor). O processo de eletrofiação foi reutilizado por Doshi e Reneker (1995) em seu estudo com uso de um campo elétrico para criar um jato

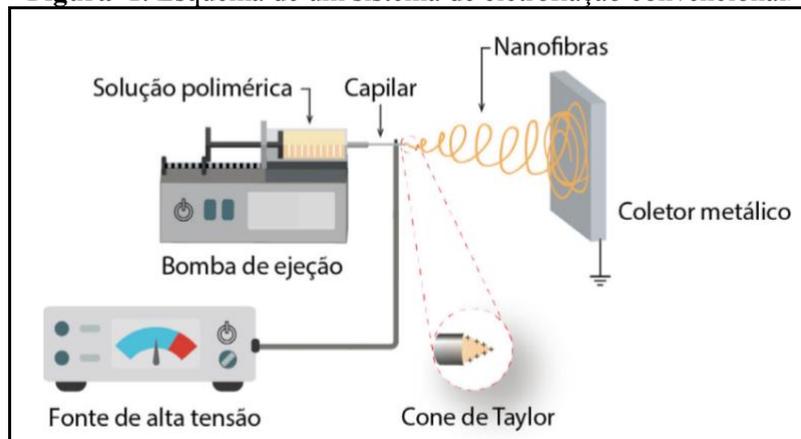
de solução que viaja pelo ar, evaporando o solvente e formando fibras com uma variedade de cruzamentos, formas e tamanhos seccionais a partir de diferentes polímeros com diâmetros de faixa de 0,05 a 5 microns.

As nanofibras obtidas pelo processo de eletrofiação ganharam muita atenção para as mais variadas aplicações tanto na pesquisa quanto no meio industrial por serem produzidas de modo simples e são aplicadas em engenharia, biomédicas, automobilística, aeroespacial e ambientais por elevada área superficial e a elevada razão de aspecto, porosidade, flexibilidade, desempenho mecânico, simplicidade de processamento e custo relativamente baixo (Santos *et al.*, 2011; Mercante *et al.*, 2021).

A eletrofiação tradicional trabalha com um único capilar único, depositando as fibras em um coletor plano, com produção muito baixa (menos de  $0,3 \text{ gh}^{-1}$ ) e orientação aleatória. Há grande colaboração dos meios acadêmicos nos setores industriais, o que levou a grandes avanços, alguns deles posteriormente levados para a indústria. Dados mostram que foi obtido 43 milhões de dólares em 2006; 101 milhões de dólares em 2010; projetado para atingir 2,2 mil milhões de dólares em 2020 com a produção de nanofibras no setor comercial, aumentando as atividades empresariais e novos investimentos por diversas empresas (Savva; Krasia-Christoforou, 2018)

A definição de eletrofiação refere-se a um processo eletrohidrodinâmico que resulta no movimento de um fluido por meio da aplicação de um campo eletrostático (Ghosal *et al.*, 2018) O processamento de fibras ou não tecidos nano/micrométricos que são criados a partir do movimento de um polímero precursor alocado em uma seringa (acoplado a bomba de seringa para transporte da solução precursora) com uma agulha, fieira ou capilar que é exposto a um campo elétrico entre a ponta da agulha e um coletor aterrado através de uma fonte de energia de alta tensão (da ordem de kV) (He *et al.*, 2008) e pode ser elucidado na Figura 1.

**Figura 1.** Esquema de um sistema de eletrofiação convencional.

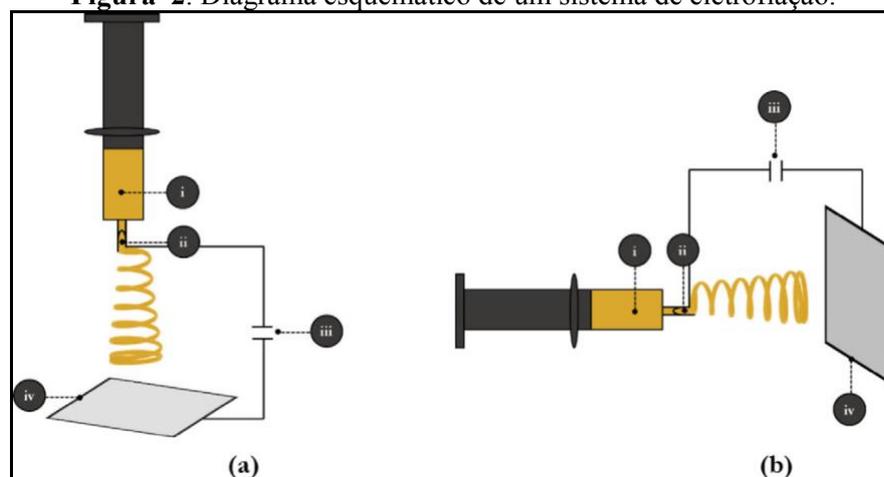


Fonte: Mercante et al. (2021).

Quando o campo elétrico aplicado chega a um valor crítico, as forças elétricas repulsivas superam as forças de tensão superficial e a gota se alonga adquirindo um formato cônico, conhecido como cone de Taylor, a partir do qual um jato carregado da solução é ejetado (Taylor, 1964).

Basicamente, possui duas principais formas de configuração: vertical e horizontal, conforme a Figura 2. Essas configurações podem ser adaptadas para eletrofiação lado a lado, eletrofiação coaxial dependendo do tipo de morfologia de fibras. No diagrama observa-se: (i) bomba de seringa; (ii) fieira/agulha; (iii) fonte de alta tensão e (iv) coletor aterrado. A alta tensão é aplicada entre a fieira e o coletor aterrado. Em (a) configuração vertical e (b) configuração horizontal (Silva; Paula; Borges 2021).

**Figura 2.** Diagrama esquemático de um sistema de eletrofiação.



Fonte: Silva; Paula; Borges (2021).

Para a produção de fibras com diferentes morfologias é necessário observar alguns parâmetros que serão abordados no próximo tópico.

### 3.2.1 Parâmetros para o processo de eletrofiação

Davanzo (2015) analisou condições para a eletrofiação como a voltagem aplicada (10, 15, 20 kV), distância de trabalho (10, 15 e 20 cm) e viscosidade da solução (2, 4, 6, 8 e 10% m/v) da solução de PAN em dimetilformamida (DMF). Foi observado, por meio de microscopia eletrônica de varredura, um aumento do diâmetro e uma diminuição da quantidade das fibras, aumentando da distância de trabalho. Com a redução da tensão aplicada ocorreu uma redução, segmentação e irregularidade das fibras e, só houve a formação de nanofibras somente em soluções de 4% e 6% m/v de PAN. Logo, a melhor condição para a conformação de nanofibras foi: concentração de 6% (m/v) de PAN em DMF, distância de trabalho de 10 cm e tensão de 20 kV.

Dentre os parâmetros para a fabricação de nanofibras utilizando a eletrofiação, pode-se destacar os parâmetros da solução, do processo e do ambiente.

#### 3.2.1.1 Parâmetros da Solução

As propriedades da solução para a eletrofiação afetam a produção das fibras e podem ser divididas em concentração de polímero, peso molecular, tensão superficial, viscosidade e condutividade (Ibrahim; Klingner, 2020).

A concentração da solução afeta a conformação das fibras, pois, interagem diretamente com variáveis como viscosidade e tensão superficial. Em concentrações baixas (baixa viscosidade) da solução, ocorre a eletropulverização, formando gotículas no transporte da solução ao coletor, produzindo de NPs em vez de nanofibras. Em concentrações intermediárias, formam-se nanofibras e *beads* (estrutura em formas de grânulos, esferas ou favo de mel), com nanofibras pouco estáveis. Em altas concentrações formam-se fibras lisas, uniformes e sem *beads* (Li; Wang, 2013).

Polímeros com alta concentração e maior viscosidade formam fibras eletrofiadas mesmo em valores mais baixos de alta tensão. Com viscosidade muito baixa, são obtidos *beads* em vez de fibras e com viscosidade muito alta, é difícil extrusar a solução polimérica. A viscosidade da solução desempenha um papel importante no tamanho e morfologia da fibra via eletrofiação (Ibrahim; Klingner, 2020).

A tensão superficial dos solventes tem um grande efeito no processo de eletrofiação, onde mantas livres de *beads* são produzidas com a diminuição da tensão superficial da

solução. À medida que a tensão superficial da solução aumenta, o processo de eletrofiação é enfraquecido pela instabilidade dos jatos, o que gera *beads* (Angamma; Jayaram, 2016).

As soluções poliméricas são consideradas condutoras e seus íons carregados que afetam a formação do jato. O tipo de polímero, o solvente utilizado e os sais iônicos controlam a condutividade da solução. Quando a condutividade da solução aumenta, o diâmetro da fibra diminui e vice-versa. As soluções altamente condutoras são instáveis em campos fortes e aparece instabilidade à flexão, levando à distribuição de amplo diâmetro e a formação de nanofibras eletrofiadas de pequeno diâmetro (Zuo *et al.*, 2005).

O peso molecular é inversamente proporcional a solubilidade do polímero. Todavia, é diretamente proporcional as propriedades físicas, como viscosidade da solução polimérica, reologia, flexibilidade e grau de emaranhamento de cadeia (Ghorani; Tucker, 2015).

A morfologia das nanofibras eletrofiadas é influenciada pelas propriedades físicas e elétricas da solução, que são determinadas pelo tipo de solvente (Eda; Shivkumar, 2007). O solvente deve dissolver completamente o polímero para formar uma solução homogênea e ter volatilidade moderada, conforme indicado por um ponto de ebulição moderado (Zuo *et al.*, 2005). Geralmente, os solventes voláteis evaporam durante o percurso entre ponta da agulha para o coletor. Solventes altamente voláteis devem ser evitados, por possuírem baixo ponto de ebulição, evaporando na ponta da agulha, entupindo a agulha. Deve-se evitar também a utilização de solventes não voláteis por não proporem a secagem completa das nanofibras quando coletadas, formando *beads* (Medeiros *et al.*, 2022).

### **3.2.1.2 Parâmetro do Processo**

Outros parâmetros importantes que afetam a morfologia das fibras eletrofiadas são tensão, distância da ponta da agulha ao coletor, vazão e agulha diâmetro (Ibrahim; Klingner, 2020).

A tensão aplicada controla a intensidade do campo elétrico entre a ponta da agulha e o coletor e a intensidade da força de tração. Para vários polímeros, alta tensão aplicada aumenta as forças repulsivas eletrostáticas no jato ejetado, evaporando rapidamente o solvente o que diminui o diâmetro da fibra (Ibrahim; Klingner, 2020).

A vazão da solução afeta a velocidade inicial do jato e a taxa de deslocamento do polímero. A formação de nanofibras eletrofiadas sem *beads* favorece a baixa vazão para ter tempo suficiente para a evaporação do solvente (Zuo *et al.*, 2005). À medida que a vazão do polímero aumenta, tanto o diâmetro da fibra como o diâmetro dos poros aumentam. A alta

vazão produziu fibras com *beads*, pois não houve tempo suficiente para secagem antes de chegar ao coletor (Wannatong; Sirivat; Supaphol, 2004).

O tipo de coletor são eletrodos condutores para coletar as nanofibras carregadas. Geralmente, é feito de material metálico e revestido por uma folha de alumínio (Al) é usada como coletor (Ibrahim; Klingner, 2020).

A distância entre a ponta da agulha e o coletor é usada para controlar a morfologia e diâmetro da fibra de nanofibras eletrofiadas. A correta evaporação do solvente depende diretamente da distância entre a ponta da agulha e o coletor (Ibrahim; Klingner, 2020).

O diâmetro interno da agulha é um fator importante que afeta o diâmetro da fibra e a morfologia das nanofibras eletrofiadas. O entupimento dessa agulha ocorre com a diminuição do diâmetro interno da agulha. Com a redução do diâmetro interno da agulha ocorre a redução do raio da gota. A taxa de fluxo e campo elétrico constantes, à medida que o diâmetro do jato de polímero diminui, sua velocidade aumenta, portanto, o tempo de viagem da ponta da agulha ao coletor diminui, o que diminui a evaporação do solvente e a divisão do jato para produzir nanofibras eletrofiadas com diâmetro pequeno e distribuição normal estreita. O diâmetro interno da agulha pequeno, alta velocidade e baixa evaporação devem levar a fibra de baixa qualidade (Ibrahim; Klingner, 2020).

### 3.2.1.3 Parâmetros do Ambiente

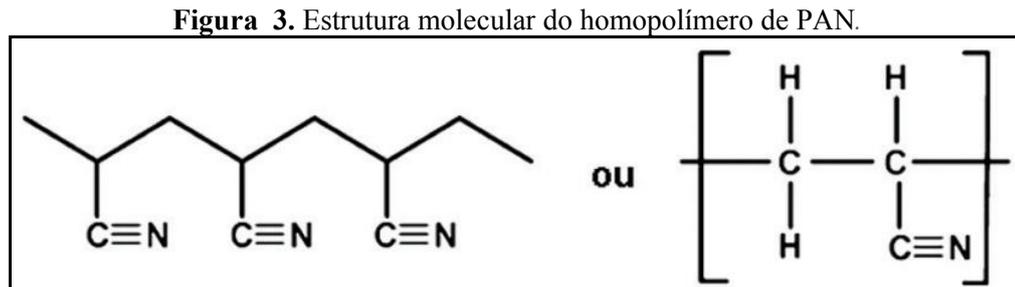
Os parâmetros ambientais incluem umidade e temperatura, que têm grande efeito na morfologia e produção de nanofibras eletrofiadas.

Existe uma correlação direta entre volatilidade do solvente, evaporação e temperatura (Haider; Haider; Kang, 2018) Além disso, a tensão superficial e a viscosidade da solução polimérica tem ligação direta com a temperatura (Bhardwaj; Kundu, 2010). O aumento da temperatura da solução leva à redução da viscosidade e as fibras ficaram com diâmetro reduzido (Mit-Uppatham; Nithitanakul; Supaphol, 2004). O aumento da temperatura tem dois efeitos opostos, o primeiro causa aumento da taxa de evaporação do solvente e, o segundo diminuição da viscosidade (Ibrahim; Klingner, 2020).

A umidade influencia o diâmetro da nanofibra eletrofiada. Em umidade muito baixa, os solventes voláteis evaporam rapidamente e podem causar problemas no processo de eletrofiação, como ponta de agulha entupida. A alta umidade pode ajudar a descarregar as nanofibras eletrofiadas (Bhardwaj; Kundu, 2010).

### 3.3 Poliacrilonitrila (PAN)

O polímero PAN (Poliacrilonitrila),  $[C_3 H_3 N]_n$ , molecularmente normalmente se trata de um polímero atático, linear com grupos nitrilas com grande polaridade, como na Figura 3. (Brito *et al.*, 2013).



Fonte: Rahaman; Ismail; Mustafa (2007).

A poliacrilonitrila (PAN), assim como, os copolímeros de PAN são abordados em diversos estudos por volta de quase um século para aplicações comerciais/tecnológicas (Nataraj; Yang; Aminabhavi, 2012), sendo o polímero com maior utilização para a eletrofiação de nanofibras de carbono.

O PAN possui algumas vantagens sobre outros polímeros, principalmente como precursor de materiais carbonáceos, devido ao seu alto rendimento de carbono, pouca cisão de cadeias durante o tratamento térmico e alto ponto de degradação/fusão, que pode proporcionar numerosas formas de preparação antes dos processos de carbonização (Oliveira Junior *et al.*, 2017).

O processo de polimerização para obter a poliacrilonitrila com propriedades técnicas apropriadas é uma reação radicalar dos monômeros de acrilonitrila (Del'arco Junior, 1997). A polimerização ocorre quando de pequenas moléculas de acrilonitrila, denominados monômeros, reagem e constituem ligações covalentes, formando os polímeros (Canevarolo Junior, 2017).

Para facilitar o processo de polimerização é necessário confeccionar uma solução, a partir da solubilização do polímero de PAN em dimetilformamida (DMF), que é um solvente orgânico com grande aplicabilidade nesse (Brito *et al.*, 2013).

### 3.4 Nanopartícula de prata

Durante séculos, a prata foi reconhecida como um material antibiótico natural, capaz de curar várias doenças (Rai, 2013).

Desenvolvimentos atuais em nanotecnologia afirmam que os nanomateriais, em particular os baseados em prata, são aplicados campos biológico, farmacêutico e biomédico (Padnya; Gorbachuk; Stoikov, 2020) como também em algumas áreas ligadas a criação e aplicação de nanomateriais para substituir ou melhorar algumas tecnologias. Com diversos tipos de nanopartículas metálicas, as nanopartículas de prata (AgNps) são aplicadas em vários campos devido as suas propriedades físicas, químicas e biológicas.

As AgNps mais comuns no mercado são obtidas por métodos físicos e químicos, mas há estudos que também sintetizam essas partículas por método biogênico (através de algas, fungos ou bactérias) (Rozhin *et al.*, 2021).

A prata já é explorada há bastante tempo por apresentar alta toxicidade para uma grande variedade de microrganismos (Durán *et al.*, 2010). A prata é moldável e maleável, possuindo alta condutividade térmica e elétrica, e um grande oxidante (Rao *et al.*, 2015).

Duran *et al.* (2016) concluiu que a atividade bacteriana das nanopartículas de prata abaixo de 10 nm se dá pela própria nanopartícula, e em tamanhos maiores predominantemente ocorre através dos íons de prata. As nanopartículas de prata penetram nas células melhor que os íons de prata. O estudo comprovou que o material nanoestruturado rompeu da membrana celular. AgNPs também podem se fixar na superfície de células vivas, onde interromper a permeabilidade e a respiração dos microrganismos (Choi *et al.*, 2018).

Nanopartículas de prata (AgNPs) são frequentemente utilizadas em aplicações antimicrobianas e estéreis, como cosméticos, roupas e medicamentos, com base em suas excelentes propriedades (Choi *et al.*, 2018).

Panáček *et al.* (2018) afirma que a resistência de *Escherichia coli* (*E. coli*) ao AgNP vem da aglomeração das nanopartículas no meio, advindo das proteínas adesivas do fagelo liberadas pela bactéria. Para evitar o desenvolvimento de resistência, é possível utilizar uma maior concentração de AgNP (como 10 × a Concentração Inibitória Mínima - CIM) para com efeito rápidos e de longo prazo.

As AgNPs inibem a cadeia respiratória celular, além da retirada de cátions  $\text{Ca}^{2+}$  e  $\text{Zn}^{2+}$  por efeito de substituição, essenciais para a bactéria (Garcia, 2011).

Outro mecanismo bactericida é com a capacidade das AgNPs de penetrar nas células das bactérias interagindo com ligações dissulfeto dos conteúdos de glicoproteicos/proteicos afetando proteínas de replicação do DNA e a transcrição do RNA (Lara *et al.*, 2011).

### 3.5 Bactérias

As bactérias têm de 0,2 a 2 µm de tamanho. São organismos unicelulares que, quando fixados a certas superfícies sob a influência de vários fatores, como alimentos, temperatura, umidade, pH e oxigênio, podem aumentar sua população formando um biofilme (Fraile; Marí; Prieto, 2011).

Com o constante uso de microbicidas (incluindo antibióticos), há uma grande evolução da resistência de bactérias patogênicas (que pode provocar uma doença), que ambos aumentam a Resistência Antimicrobiana de Genes e sua propagação entre as espécies por Transferência Horizontal de Genes (Tao *et al.*, 2022).

Existem diversos tipos de bactérias. Algumas delas podem ser encontradas fazendo parte no auxílio do bom funcionamento do corpo humano, ou vivendo em diferentes ambientes, como solo, ambientes aquáticos, atmosferas, alimentos e amostras ambientais diversas (Silva; Souza, 2013).

Existem duas maneiras diferentes de tratar uma infecção bacteriana. Uma é a administração de agentes bacteriostáticos, que inibem o crescimento de bactérias, e a outra são os bactericidas, que exterminam as bactérias (biocidas). Esses agentes podem ser bactericidas para um determinado organismo e bacteriostáticas para outros (Garcia, 2011).

Alguns exemplos de bactérias: *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Salmonella*, *Pseudomonas aeruginosa*, *Streptococcus*, *Lactobacillus*, *Clostridium botulinum*, *C. perfringens*, *Bacillus subtilis*, *B. cereus*, entre outras.

A complexidade da composição química e do arranjo estrutural da superfície celular do microorganismo é devido à presença de uma ampla variedade de grupos químicos. As espécies bacterianas, pertencentes aos microorganismos procarióticos, podem ser classificadas em dois grupos distintos pela reação Gram (Feitor, 2010).

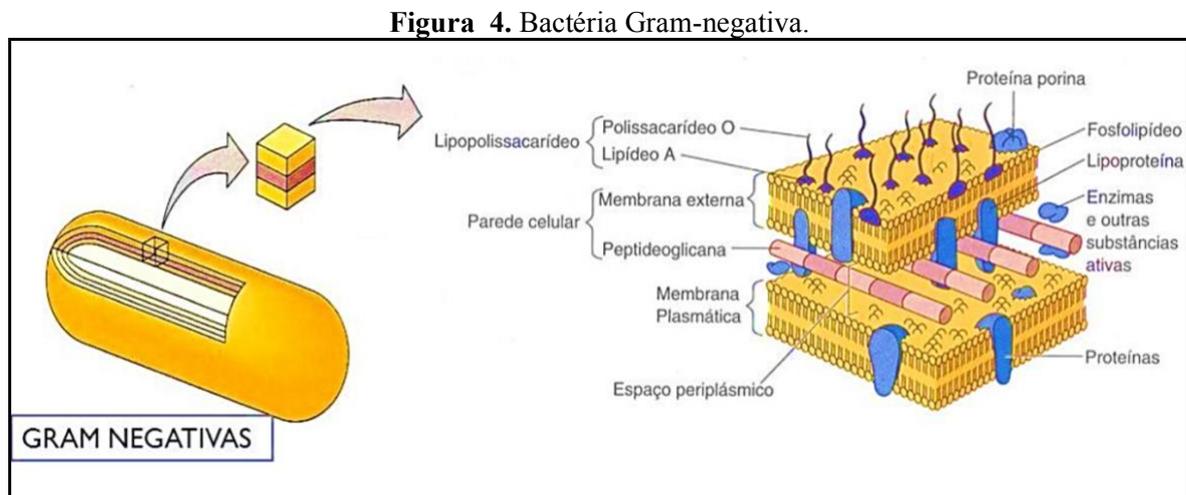
### 3.5.1. Bactérias Gram positivas e Gram negativas

A microscopia de coloração de Gram é o método mais utilizado para a observação direta de microrganismos em amostras clínicas e pode fornecer um resultado previsível e rápido para o agente infeccioso (Daur *et al.*, 2004).

A designação desse sistema de classificação foi atribuída em reconhecimento ao patologista dinamarquês Gram, que, em 1884, concebeu um método para distinguir as variadas estruturas das membranas celulares das bactérias. Esse método permitiu a discriminação entre as paredes celulares das bactérias Gram-positivas e Gram-negativas (Feitor, 2010).

Bartholomew e Mittwer (1952) estudaram o método chamado Coloração de Gram que consiste em um teste de análise microbianas no microscópio, com a ideia advinda de Hans Christian Gram (1853-1938). Com base na coloração roxa ou violeta (identificadas as Gram-positivas) e vermelho ou rosa (identificadas as Gram-negativas) as colônias manchadas eram localizados amostras de sangue, escarro, fezes, pus e urina em forma de esfera, forma de haste, individuais, pares, correntes, grupos. Bactérias Gram-positivas apresentam coloração azulada porque o álcool não as mancham, pois possuem parede celular mais espessa e seus poros encolhem quando expostas ao lugol. Bactérias Gram-negativas aparecem rosa/roxo porque são descoloridas pelo álcool e coradas com safranina ou fucsina.

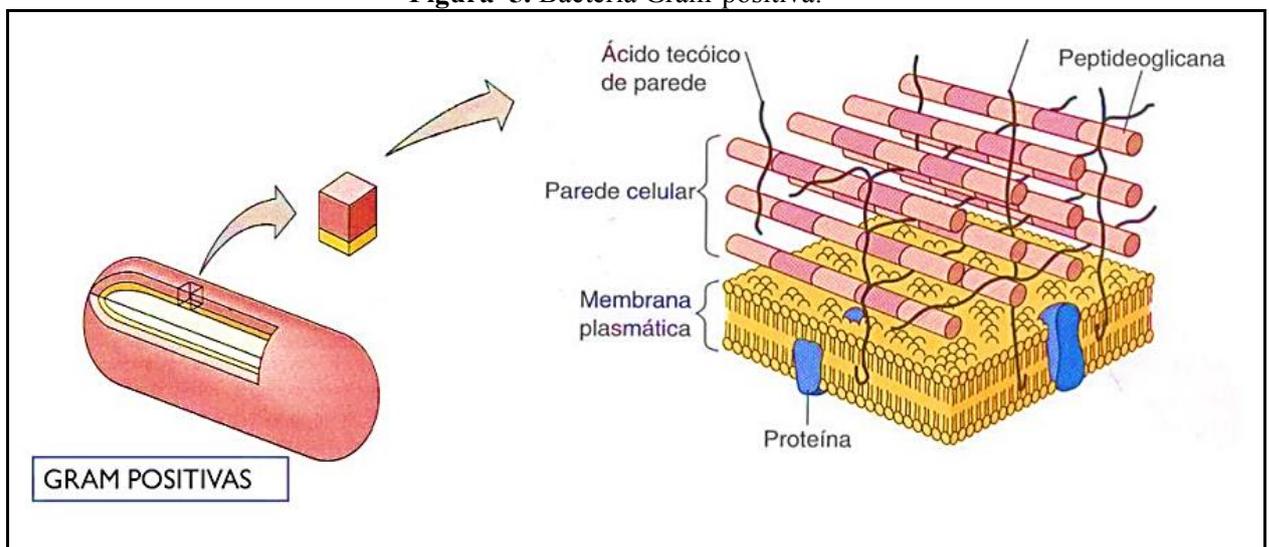
As cepas de bactérias são separadas em dois grandes grupos, as Gram-positivas e Gram-negativas. O envelope celular das bactérias Gram-negativas é dividido em três partes: a membrana externa, a parede celular do peptidoglicano e a membrana citoplasmática ou interna (Slavin *et al.*, 2017), apresentado na Figura 4.



A membrana externa é uma característica distintiva das bactérias Gram-negativas porque esta camada está ausente nas bactérias Gram-positivas (Arts; Gennaris; Collet, 2015). A Figura 5 demonstra a estrutura de uma bactéria gram-positiva possuindo apenas uma membrana.

As membranas internas ou citoplasmáticas dos dois tipos de bactérias são semelhantes, porém, os envelopes externo da célula são diferentes, evidenciando sua tolerância e suscetibilidade a antimicrobianos da bactérias Gram-negativas (Slavin *et al.*, 2017).

**Figura 5.** Bactéria Gram-positiva.



Fonte: Tortora; Funke; Case (2005).

As diferenças apresentadas acima explicitam a necessidade de criar tecnologias para a extinção bacteriana (ou ao menos a diminuição) conforme a especificidade da parede da membrana celular de bactérias gram-positivas como as *Staphylococcus aureus* e gram-negativas como as *Escherichia coli*.

### 3.5.2. *Staphylococcus aureus*

*Staphylococcus aureus* (*S. aureus*) é uma espécie de bactéria imóvel, em forma de esfera, considerada um microrganismo patogênico (pode desencadear uma doença), gram-positivo pertencente à família *Staphylococcaceae* com diâmetro médio de 1  $\mu\text{m}$  (Ondusko; Nolt, 2018).

Esta bactéria é bastante virulenta que coloniza o hospedeiro humano, produzindo condições de risco de vida. Previne-se respostas imunes que induz infecção humana

localizada ou sistêmica, causando infecções de pele e tecidos moles, incluindo endocardite, bacteremia e osteomielite (David; Daum, 2017).

Comparado com o envelope celular de bactérias Gram-negativas, a membrana externa protetora está ausente em bactérias Gram-positivas. A camada de peptidoglicano também é muito mais espessa (15–100 nm) (Rohde, 2019).

*Staphylococcus aureus* se adapta rapidamente além de desenvolver resistência a todos os agentes antimicrobianos que são utilizados atualmente para seu tratamento (Monaco *et al.*, 2016) Infecções causadas por *S. aureus* se tornaram difíceis de se tratar devido à resistência a antibióticos e à propensão a produção de biofilmes (Juncker; Lazazzera; Billi, 2021)

O surgimento de um número elevado de infecções por *S. aureus* altamente resistentes criou a necessidade de novos conhecimentos sobre antimicrobianos/ bactericida (Juncker; Lazazzera; Billi, 2021).

### 3.5.2. *Escherichia coli*

*Escherichia coli* é um membro comensal da microbiota intestinal de além de um patógeno oportunista de mamíferos e aves. *E. coli* é a bactéria aeróbica predominante da microbiota intestinal (Denamur *et al.*, 2021).

A *E. coli* seja uma das bactérias mais encontradas (em níveis fenotípicos e moleculares), e continua a ser um importante problema de saúde pública, causando infecções graves em adultos e crianças (Mare *et al.*, 2022).

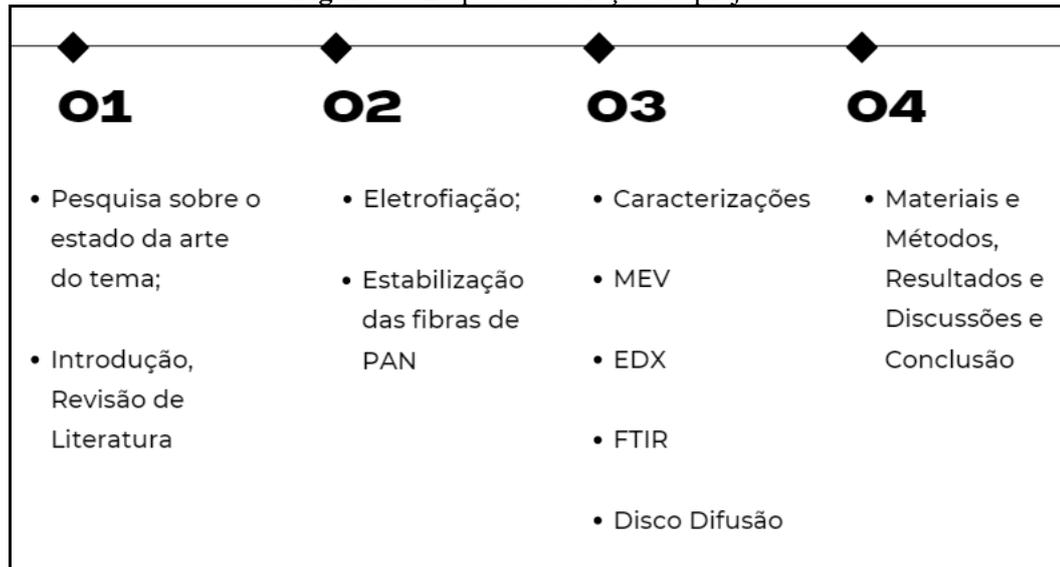
A parede celular das bactérias gram-negativas, como a *E. coli*, é formada por uma fina camada de peptidoglicano (20 - 50 nm) para manter a forma da célula bacteriana (Arts; Gennaris; Collet, 2015).

Denamur *et al.* (2021) diz que devido à estrutura genética da população e à ecologia de *E. coli*, constantemente irá surgir de novos clones patogênicos devido a resistência e mutação por microbicidas exigindo novas abordagens para o controle dessa população, como o uso de nanotecnologias.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente estudo foi dividido em 4 etapas, conforme a Figura 6, e é descrito nos capítulos seguintes:

**Figura 6.** Etapas de evolução do projeto.



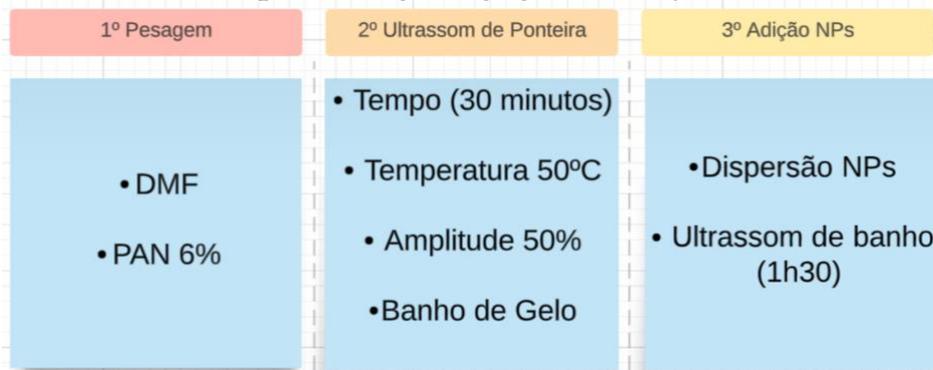
Fonte: Autor (2023).

O estudo do tema começou com a pesquisa do atual estado da arte dos tópicos abordados, para a escrita da Introdução e da Revisão de Literatura. Após a escrita e atualização, foi iniciado o processo de eletrofiação, iniciando pela preparação da solução e depois, a estabilização das fibras de PAN. Com o material confeccionado foi feita a caracterização do material com MEV, EDX, FTIT e Análise Microbiológica (disco difusão).

### 4.1 Preparação da solução

Para a produção das fibras poliméricas por eletrofiação foram preparadas soluções com concentração de 6 % m/m de PAN em DMF (dimetilformamida/ 99,5 % de pureza/ Merck®). Tanto o DMF quanto os polímeros utilizados foram fornecidos pelo Instituto Granado de Tecnologia da Poliacrilonitrila (IGTPAN).

Antes de conformar as nanofibras PAN-AgNPs com um eletrofiador, foi preparada uma solução PAN e DMF. A solução foi preparada em 3 etapas, conforme a Figura 7:

**Figura 7.** Etapas do preparo da Solução.

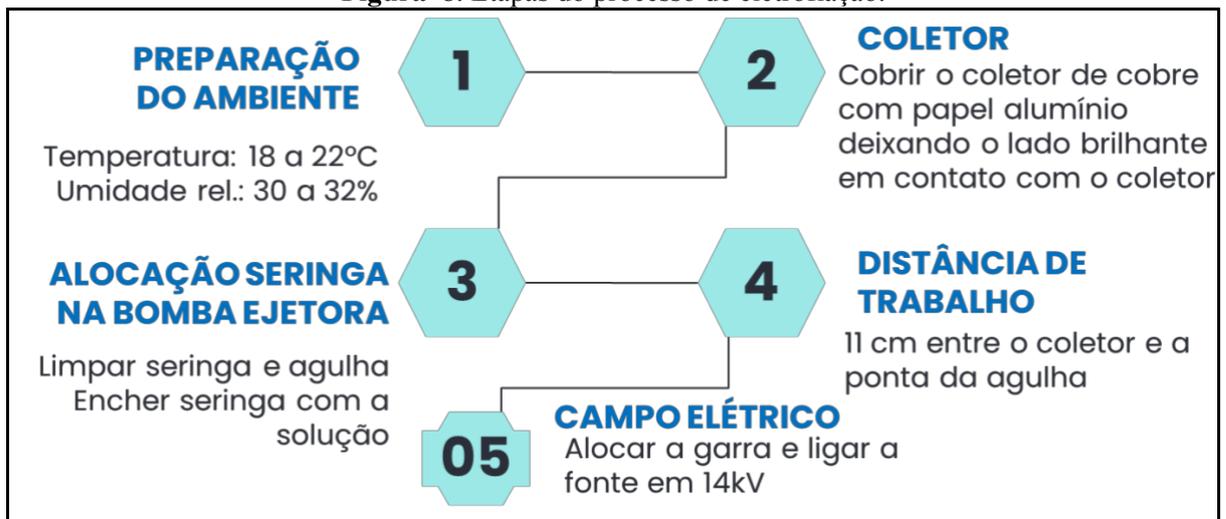
Fonte: Autor (2023).

Após feita solução de PAN/DMF, uma metade foi separada para eletrofiar a PAN e a outra metade para fazer a solução com PAN/DMF/AgNPs. Para a última citada, foi acrescentado 10% de AgNPs na solução separada de PAN/DMF e levada por 1h30 no ultrassom de banho.

As AgNPs foram adquiridas da empresa Nanostructured & Amorphous Materials, Inc. Katy, TX, USA. O tamanho das AgNPs é de 20-80nm x 600-800nm, com 99,5% de pureza.

## 4.2 Eletrofição

A eletrofição do não tecido de PAN foi feita conforme a Figura 8:

**Figura 8.** Etapas do processo de eletrofição.

Fonte: Autor (2023).

Para a eletrofição, foi utilizado 1 mL de solução de PAN/DMF e carregados em uma seringa de uso único de 5 mL com uma agulha de uso veterinário de calibre 19, aonde a garra do eletrodo positivo foi fixado. A seringa foi afixada a uma bomba de seringa (New Era Pump

System, Inc., Farmingdale, NY, USA). Um pedaço de folha de alumínio revestiu o coletor que foi travado em uma posição a 110 mm de distância do bocal de eletrofiação. O clipe do eletrodo aterrado foi então anexado à folha de alumínio para permitir a criação de um campo elétrico durante o processo de eletrofiação. O a fonte de alta tensão operou a uma voltagem constante de 14 kV e a taxa de injeção da solução foi ajustada para 1,0 mL/h.

Estes parâmetros foram previamente obtidos em trabalhos anteriores do grupo de pesquisa. O processamento das fibras de PAN foi realizado no Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento (IP&D) da Universidade Vale do Paraíba (UNIVAP).

### 4.3 Estabilização das mantas de PAN

A estabilização termo-oxidativa é uma parte importante do processo de produção das nanofibras de carbono, pois, é responsável por tornar o material infusível. O processo de estabilização termo-oxidativa, ocorre o rearranjo das ligações atômicas intermoleculares da PAN, ocorrendo a transformação de um material termoplástico para um termorrígido e com estabilidade térmica na faixa de temperaturas de 200 a 300 °C. Esse tratamento é corriqueiramente feito a uma taxa de aquecimento baixa (5°C/min), com aquecimento lento e de longa duração (Kumar; Hietala; Oksman, 2019).

Segundo Gergin, Ismar e Sarac (2017) a estabilização termo-oxidativa é um processo que causa a mudança na coloração do material. Quanto mais escura a amostra após a estabilização, maior a probabilidade de estas possuírem maior grau de estabilização termo-oxidativa.

O processo de estabilização é seguido por reações químicas complexas, como a desidrogenação, oxidação, aromatização e ciclização. Todas essas reações são responsáveis pela forte transformação na estrutura molecular do PAN. A desidrogenação contribui para a formação de ligações duplas e provavelmente ocorre antes da ciclização, seguida pela oxidação e eliminação de água, respectivamente. Essas reações contribuem para reduzir a cisão da cadeia e estabilizar o PAN durante a pirólise em altas temperaturas. O oxigênio incorporado nas cadeias moleculares age como iniciador da ciclização, que é a reação mais importante no processo de estabilização. Embora o oxigênio não esteja envolvido diretamente no mecanismo de reação da ciclização, ele contribui para elevar a energia de ativação, criando locais ativados que favorecem a formação de uma estrutura tipo escada ao longo da cadeia polimérica (Oliveira Junior *et al.*, 2017).

Para esse estudo, a estabilização termo-oxidativa foi feita utilizando o forno EDGCON 5P a partir da temperatura ambiente e ar atmosférico, com uma rampa de aquecimento de 5 °C/min até chegar a 235°C (temperatura utilizada pelo grupo de estudos de Costa *et al.*, 2021), onde permaneceu durante 1h. Após esse processo o material foi retirado do forno e deixado para assumir a temperatura ambiente.

#### **4.4 Caracterizações Físico-química e Microbiológica do Nt-PAN**

As caracterizações das Nps foram feitas nos laboratórios do IP&D (Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento) da Universidade Vale do Paraíba.

##### **4.4.1 Microscopia Eletrônica De Varredura (MEV)**

Um método bastante comum para a análise morfológica é a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) (Fissan *et al.*, 2014). O MEV foi utilizado para determinar a distribuição, tamanho e forma do Nt-Pan com as AgNPs (Modena *et al.*, 2019). Foi utilizado o modo SE (*Scanning Eletrons*), nas ampliações de 10k, 15k e 30k para comparação da morfologia do Nt-PAN com e sem NPs de prata.

O sistema de MEV utilizado foi o modelo EVO MA10 da marca ZEISS localizado na Central Analítica do IP&D.

Foi feito a microscopia do Filtro HEPA (HEPA do Motor para Aspirador Electrolux Power Speed STK15), das AgNPs e dos Nt-PAN com AgNPs que receberam uma fina camada de material condutor (ouro) por eletrodeposição pelo sistema de *Sputering*, Deposição por Vapor Físico, onde íons de argônio colidem com o alvo de ouro e produzem uma ablação do alvo, os íons, átomos e aglomerados são arrancados do alvo e por uma diferença de potencial atingem o substrato e neste caso foi a amostra Nt-Pan e do Filtro HEPA.

##### **4.4.2 Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios-X (EDX)**

O mesmo equipamento mencionado anteriormente para a análise morfológica das nanofibras foi empregado na microanálise química das amostras. A técnica utilizada para esse propósito foi a Espectroscopia por Energia Dispersiva de Raios-X (EDX), o qual foi feito duas análises. A primeira visa verificar os elementos constituintes do filtro HEPA e a segunda

análise visa identificar a presença das nanopartículas de prata (AgNPs) incorporadas nas nanofibras. Foram feitas 5 interações até 10keV.

#### 4.4.3 Composição via FTIR

As análises espectroscópicas no infravermelho foram realizadas na Central Analítica, do Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento da Universidade do Vale do Paraíba. O equipamento utilizado foi o Spectrum Frontier, região MIR 4000 a 450  $\text{cm}^{-1}$ , ganho 1 e o acessório utilizado foi o UATR, ambos da PerkinElmer. Foram feitas 10 varreduras para refinamento do espectro.

#### 4.4.4 Teste Bactericida

Para o teste bactericida e bacteriostático foi preparado com o método de Kirby-Bauer, onde foi utilizado o Nt-PAN estabilizados com e sem AgNPs e atividade antibacteriana foi analisada pelo método de difusão ágar Mueller-Hinton. O efeito bactericida foi feito contra as bactérias: *Staphylococcus aureus* (gram-positiva – ATCC 6538), *Escherichia coli* (gram-negativa – ATCC 25922).

As culturas bacterianas foram mantidas em uma estufa, e ativadas em um meio de cultura, no caso, Luria Bertani (LB) sólido e incubadas a 37 °C por 24 horas. Após ativação, as culturas foram diluídas em soro fisiológico até obterem a padronização de  $10^6$  UFC/mL, medida com a leitura de absorção em um espectrofotômetro a um comprimento de onda de 590nm para *Escherichia coli*, e 490 nm para *Staphylococcus aureus*. Na sequência, 1 mL de cada bactéria foi adicionado em placas de Petri contendo cultura LB, e a análise foi conduzida com triplicata para cada amostra, com e sem Nps de prata. O hipoclorito de sódio foi utilizado como controle bactericida. O método de Kirby-Bauer: Difusão com disco (disco-difusão) (Norma M2-A8, *National Committee For Clinical Laboratory Standards*, 2002), é um método, físico e refere-se à formação do halo inibitório ou (antibiograma) (Cazalini *et al.*, 2017).

O método é utilizado para avaliar a presença de atividade antimicrobiana e é uma indicação de que o produto ativo migrou através a superfície de Agar e pode ser contabilizado por medição do diâmetro do halo. A medição é comparativa ao halo controle. Assim o resultado será sensível quando o raio for maior do que 3mm formado pela linhagem controle; será resistente quando for menor do que 3mm em relação ao controle. O microrganismo terá

seu crescimento inibido em função da concentração do antimicrobiano difundido (Li *et al.*, 2017). Esse método é qualitativo, ou seja, permite classificar a amostra bacteriana em suscetível. Algumas substâncias podem ter ação bactericidas (matam as bactérias) se o raio for maior do que 3mm do raio formado pela linhagem controle enquanto outras apenas bacteriostáticas - raio for menor do que 3mm do raio formado pela linhagem controle ou seja, inibem o crescimento das bactérias.

O teste de antibiograma foi feito com o Nt-PAN com AgNPs na presença das *E. coli* e *S. aureus* para verificar se há ação bactericida. Também foi feito o mesmo teste para o filtro HEPA na presença de *S. Aureus*.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Morfologia do Filtro HEPA, AgNPs e Nt-PAN com e sem prata.

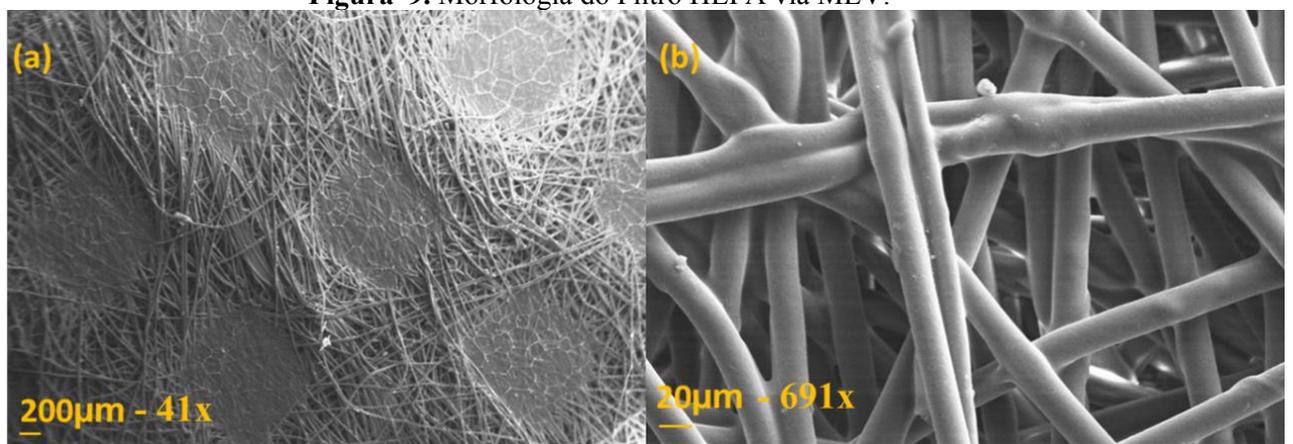
#### 5.1.1 Morfologia via MEV do Filtro HEPA

A morfologia do filtro HEPA foi apresentada via MEV na Figura 9(a) e (b). A Figura 9(a) apresenta um aumento de imagem de 41X, uma barra de comparação de 200 $\mu$ m, emissão de elétrons de 20kV, distância de trabalho de 11,5mm, empregando elétrons secundários. A Figura 9(b) tem um aumento de imagem 691X, com uma barra de comparação de 20 $\mu$ m, emissão de elétrons de 20kV, distância de trabalho de 12mm, também empregando elétrons secundários.

Pode ser visto na Figura 9(a) a presença de platôs. Estes platôs estão distribuídos pelo Nt do Filtro HEPA, onde essas regiões, as fibras do filtro HEPA estão compactadas. Esses platôs vieram a partir do trabalho de Langmuir que propôs um arranjo de cilindros paralelos em uma configuração de colmeia. Ele simplificou o problema ao aproximar hexágonos por círculos, descrevendo o fluxo por um cilindro coaxial. Langmuir alterou o perfil de velocidade, assumindo uma velocidade máxima na parede externa do cilindro, e desconsiderou efeitos inerciais, concentrando o gradiente de pressão ao longo do eixo (x) (Hutten, 2007).

A Figura 9(b) pode ser visto a dispersão das fibras de forma aleatória com o tamanho das fibras de aproximadamente 20 $\mu$ m.

**Figura 9.** Morfologia do Filtro HEPA via MEV.



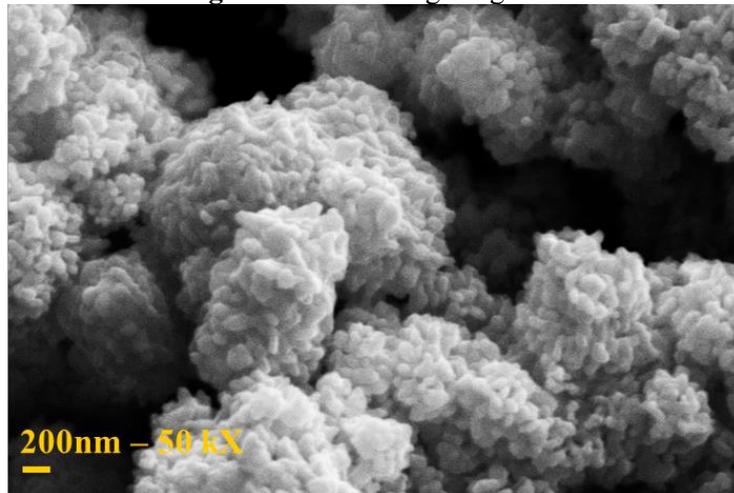
Fonte: Autor (2023).

### 5.1.2 Morfologia via MEV das AgNPs

A morfologia das AgNPs via MEV foi apresentada na Figura 10.

A Figura 10 apresenta um aumento de imagem de 50kX, uma barra de comparação de 200nm, emissão de elétrons de 20kV, distância de trabalho de 10,5mm, empregando elétrons secundários. Pode ser visto nesta imagem a presença de aglomerados que são dispersos durante a preparação da solução para a eletrofição com o uso do ultrassom de banho.

**Figura 10.** Morfologia AgNPs.



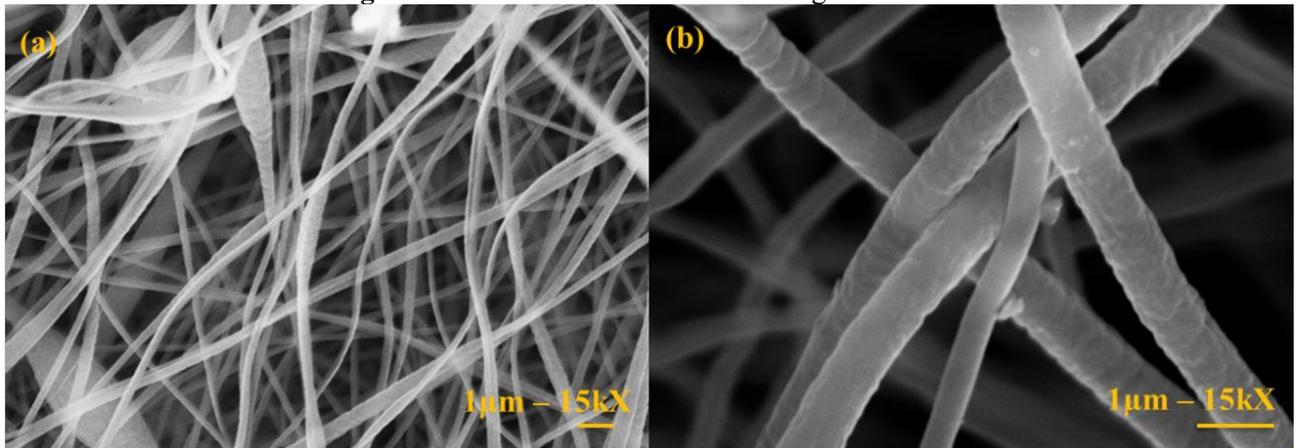
Fonte: Autor (2023).

### 5.1.3 Morfologia via MEV do Nt-PAN com e sem AgNPs

A Figura 11 contém duas imagens de MEV, a Figura 11(a) com distância de trabalho de 9mm e (b) com distância de trabalho de 13,5mm, na ampliação de 15kX e barra de visualização de 1 $\mu$ m, empregando elétrons secundários. Pode ser visto na estrutura das fibras eletrofiadas 11(a) a presença de grânulos, denominados *beads*.

Pode ser observado que o Nt-PAN puro, na Figura 11(b), não contém a presença de *beads*, na região analisada. Já a Figura 11(a) há a formação de nanofibras eletrofiadas com *beads* está relacionada a diversos fatores estudados por Yarin (1993) e Entov e Hinch (1997). Estes fatores incluem a viscosidade da solução, a densidade líquida de carga transportada pelo jato eletrofiado e a tensão superficial da solução.

**Figura 11.** MEV Nt-PAN com e sem AgNPs.



Fonte: Autor (2023).

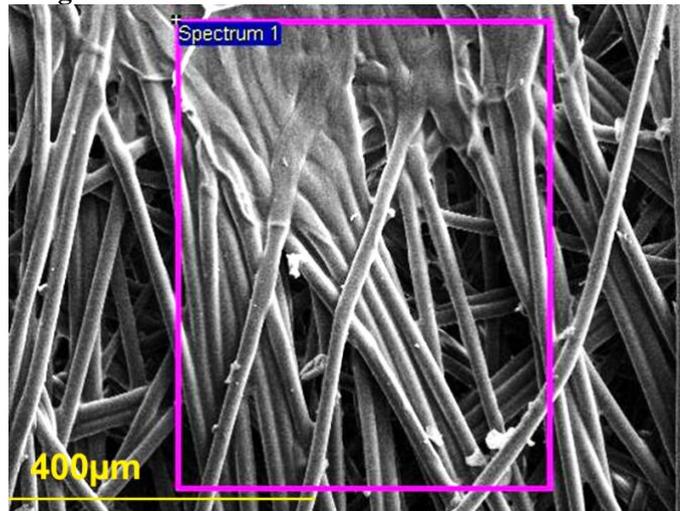
Neste estudo, considera-se benéfica a presença de *beads*, observados na formação das fibras de poliacrilonitrila (PAN) com as nanopartículas de prata (AgNPs) por meio do processo de eletrofiação. Esses *beads* são aceitos devido à sua capacidade de ampliar a área superficial do material e reduzir os espaçamentos entre as estruturas, o que contribui para a eficácia do processo de filtração.

## 5.2 EDX

### 5.2.1. EDX do Filtro HEPA

A Figura 12 contém a área analisada do filtro HEPA para a verificação dos elementos constituintes.

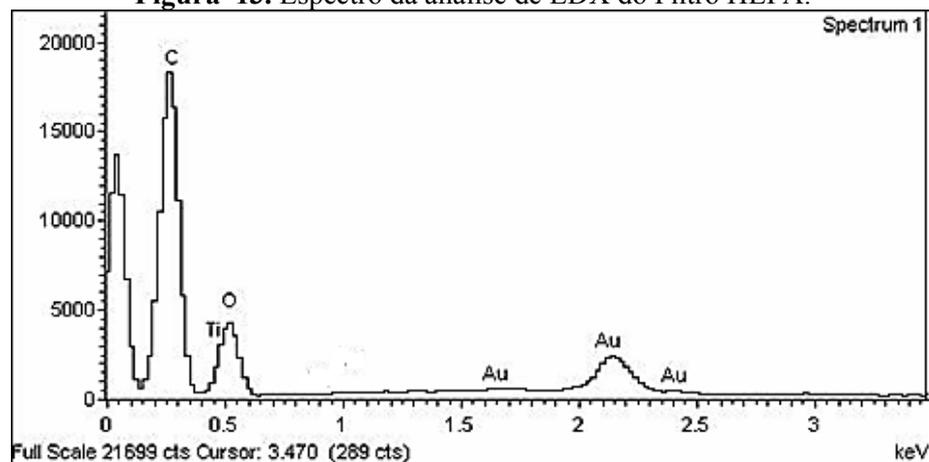
**Figura 12.** Área Analisada do Filtro HEPA em EDX.



Fonte: Autor (2023).

O espectro resultante da análise por EDX da área selecionada está apresentado na Figura 13. O espectro do EDX revela a presença de Ouro (Au) devido ao revestimento para o MEV. O Carbono (C) foi identificado, confirmando que o filtro analisado é feito de polímero. Também foi observada uma banda única para Titânio (Ti) e Oxigênio (O), indicando a presença de Dióxido de Titânio ( $\text{TiO}_2$ ) no filtro HEPA.

**Figura 13.** Espectro da análise de EDX do Filtro HEPA.



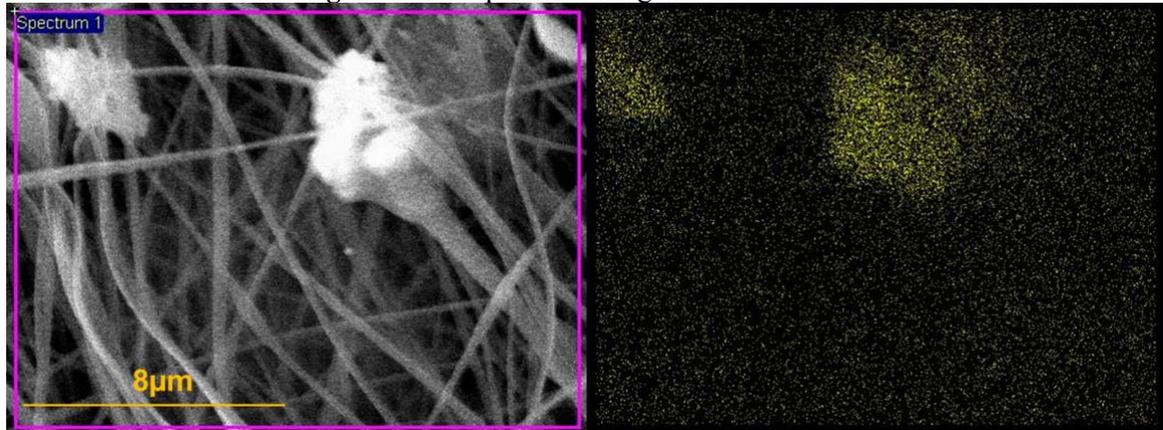
Fonte: Autor (2023).

### 5.2.1. EDX do Nt-PAN com AgNPs

A Figura 14. Contém duas imagens da fibra de N-PAN com AgNPs a análise foi realizada via MEV e mapa de EDX, respectivamente. Na Figura 14 (a) pode ser observado a

presença de *clusters* provenientes da aglomeração das AgNPs. Já na Figura 14 (b) pode ser observado a dispersão das AgNPs na forma de pontos amarelos no material eletrofiado. Pode ser observado nesta imagem que a prata está distribuída em toda a área analisada.

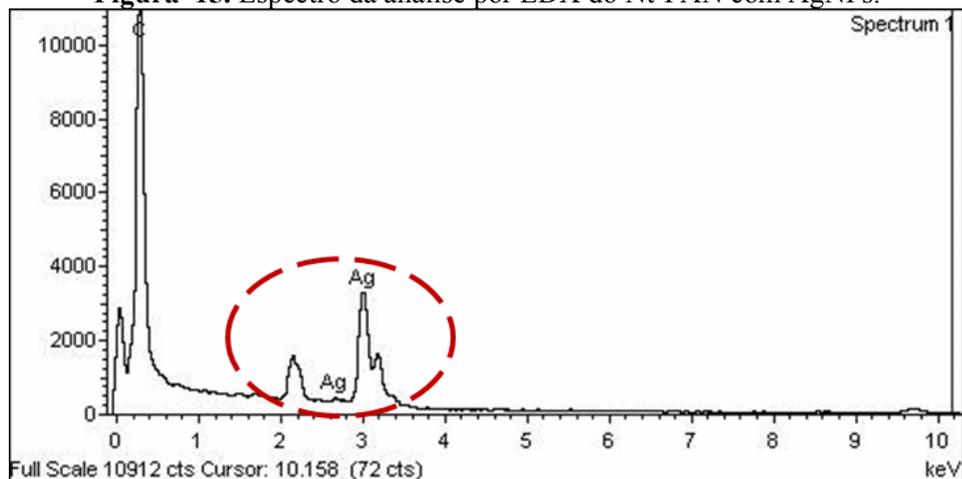
**Figura 14.** Dispersão das AgNPs na fibra PAN.



Fonte: Autor (2023).

A Figura 15 contém o espectro resultante da análise por EDX, pode ser visto nesta Figura as bandas correspondentes ao Carbono (C), proveniente da PAN, e de Prata (Ag). Isso permite afirmar que o material obtido estava livre de quaisquer elementos contaminantes, indicando sua pureza.

**Figura 15.** Espectro da análise por EDX do Nt-PAN com AgNPs.



Fonte: Autor (2023).

Outro resultado disposto pela análise de EDX, foi a composição química do material a partir da porcentagem dos elementos constituintes. Conforme a Tabela 1.

**Tabela 1.** Porcentagem em peso de C e Ag

<b>Elemento</b>	<b>Peso (%)</b>
Carbono (C)	79,56
Prata (Ag)	20,44
Total	100

Fonte: Autor (2023).

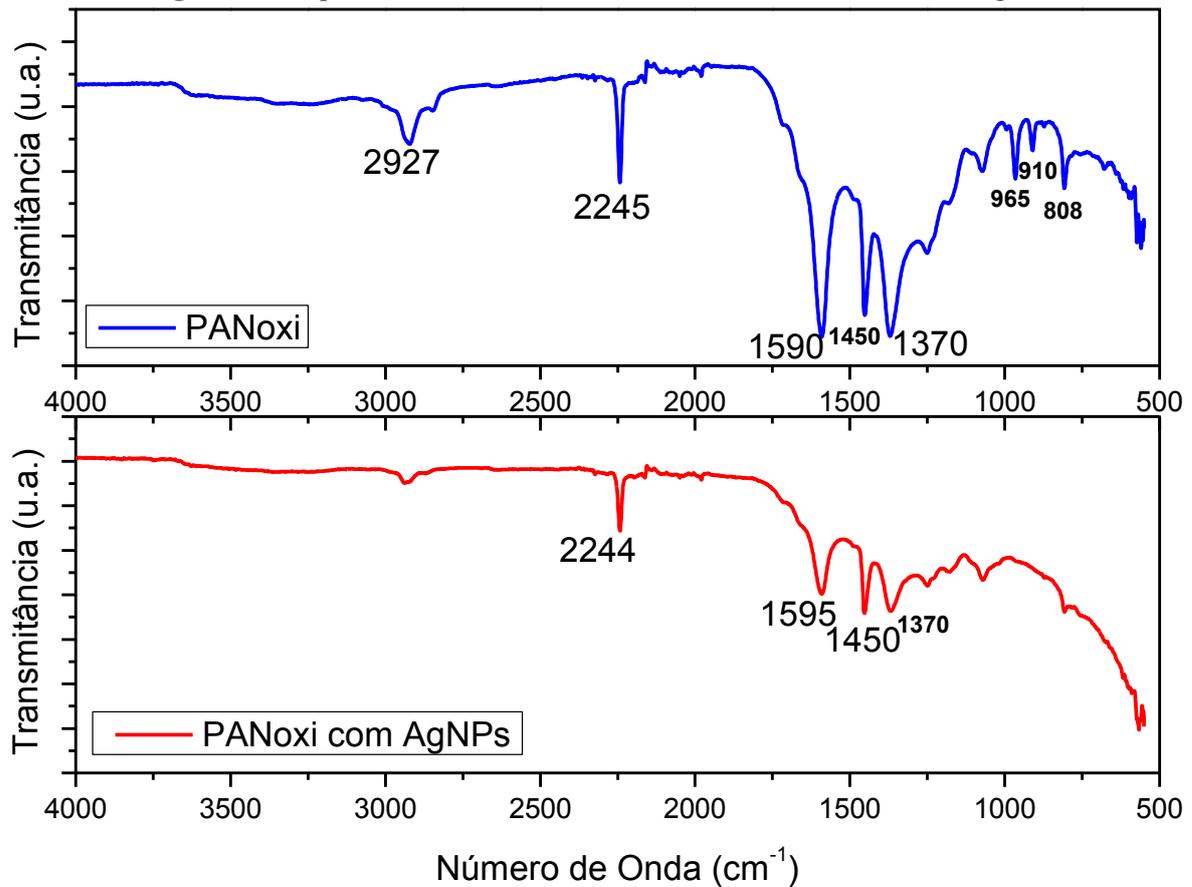
Com os resultados da Tabela 1 é possível ver a porcentagem em peso de aproximadamente 20% de Ag e 80% em C. A porcentagem de Ag é observada na área analisada que pode ter ocorrido pouca dispersão neste local de análise, visto que, a solução foi feita com 10% p/p de Ag.

### 5.3 Composição via FTIR

Os espectros FTIR das fibras PAN pura estabilizada PAN com AgNPs estão ilustrados na Figura 16. Observa-se que nas fibras de PAN puras eletrofiadas, houve o deslocamento da banca em torno de  $2939\text{ cm}^{-1}$  para  $2927$ , que é atribuído à vibração de estiramento do grupo metileno ( $-\text{CH}_2$ ). Essa banda não apareceu no espectro da amostra de PAN oxi com AgNPs (Panapoy; Dankeaw; Ksapabutr, 2008).

A banda em  $2244$  ou  $2245\text{ cm}^{-1}$  corresponde ao modo de estiramento da nitrila ( $-\text{CN}$ ). A banda em  $1450\text{ cm}^{-1}$  é devido à vibração de flexão do grupo metileno. (Panapoy; Dankeaw; Ksapabutr, 2008) Houve o deslocamento da banda entre  $1590$  a  $1595\text{ cm}^{-1}$ , onde na literatura aparece em torno de  $1580\text{ cm}^{-1}$ , atribuída à vibração de ligações conjugadas das ligações  $\text{C}=\text{C}/\text{C}=\text{N}$  (Oliveira Junior *et al.*, 2017)

Houve toda evaporação do solvente, que frequentemente apresenta um pico em torno de  $1700\text{ cm}^{-1}$ , o qual pode ser atribuído à vibração de estiramento das ligações carbonila ( $\text{C}=\text{O}$ ) (Panapoy; Dankeaw; Ksapabutr, 2008).

**Figura 16.** Espectros de FTIR das Amostras de Nt-PAN e PAN com AgNPs.

Fonte: Autor (2023).

A descrição das bandas características o espectro da PAN se encontra na Tabela 2.

**Tabela 2.** Bandas características da PAN.

Banda $\text{cm}^{-1}$	Descrição	Referências
2927	Atribuída a alongamento $\nu\text{C-H}$ em $\text{CH}_2$	(Panapoy; Dankeaw; Ksapabutr, 2008)
2244/2245	Atribuída ao estiramento $\nu\text{C}\equiv\text{N}$	(Panapoy; Dankeaw; Ksapabutr, 2008)
1590/1595	Atribuída à vibração de ligações conjugadas das ligações $\text{C}=\text{C}/\text{C}=\text{N}$	(Santos et al., 2017)
1450	Atribuída a vibração de flexão do grupo metileno	(Panapoy; Dankeaw; Ksapabutr, 2008)
1370	Atribuída a alongamento $\nu\text{C-H}$ em $\text{CH}_2$	(Devasia et al., 2006)

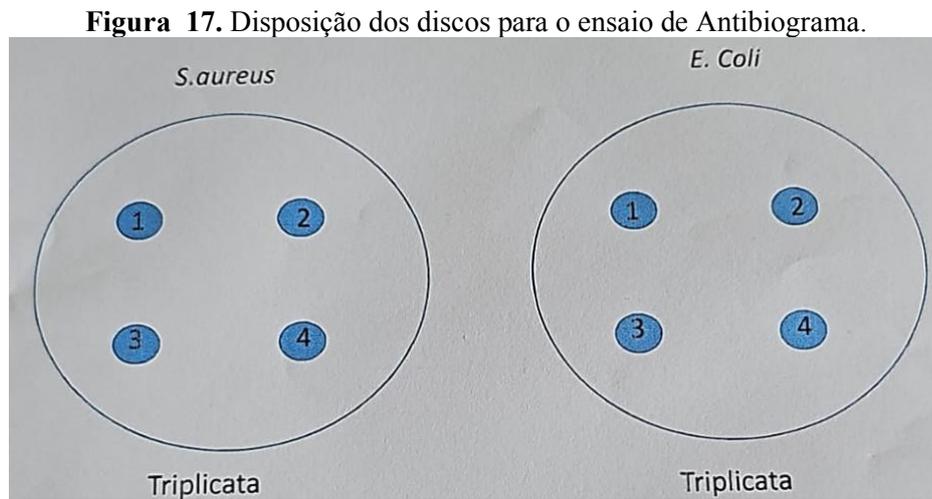
Fonte: Autor (2023).

#### 5.4 Ensaio Antibiograma em presença da bactéria *E. coli* e *Staphylococcus aureus*.

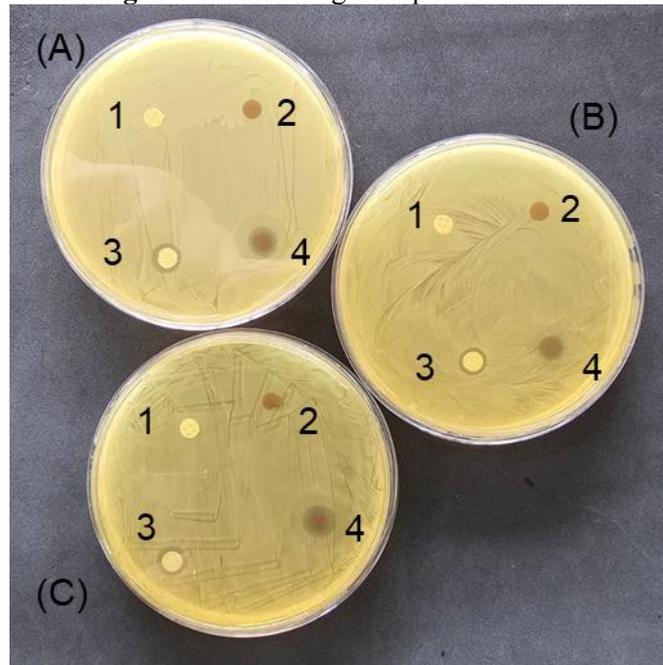
O estudo visou avaliar o halo inibitório gerado por discos de não tecido impregnados com nanopartículas de prata contra *Escherichia coli* (*E. coli*) e *Staphylococcus aureus* (*S.*

*aureus*). Os discos foram colocados sobre as culturas bacterianas em placas de ágar Luria Bertani. Após 24 horas de incubação a 37°C, os raios dos halos de inibição foram observados e medidos. Cada experimento foi feito em triplicata para garantir a consistência dos resultados.

A Figura 17 contém como foram dispostos os 4 discos para análise na presença das bactérias *S. aureus* e *E. coli*. O disco 1 é do Nt-PAN estabilizado, o disco 2 é o Nt-PAN com AgNPs, o disco 3 é o filtro HEPA e o controle positivo com hipoclorito de sódio.



A Figura 18 contém o teste de antibiograma em triplicata (A, B e C) dos discos (1), (2), (3) e (4) na presença da bactéria *S. aureus*.

**Figura 18.** Antibiograma para *S. aureus*.

Fonte: Autor (2023).

As medidas dos halos de inibição para a bactéria *S. aureus* foi apresentado na tabela 3

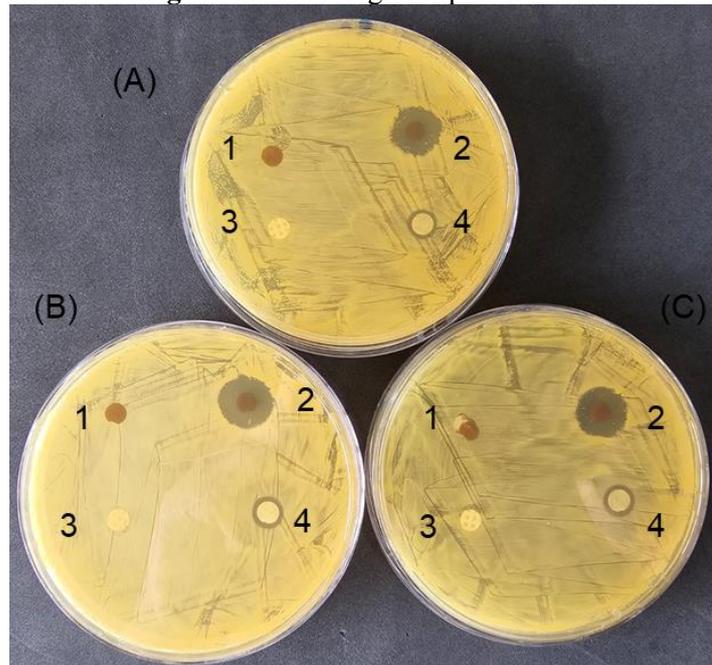
**Tabela 3.** Medição dos halos de inibição para *S.aureus*.

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>Raio médio (mm)</b>
<b>Disco 1 (raio em mm)</b>	0,0	0,0	0,0	0,0
<b>Disco 2 (raio em mm)</b>	6,50	6,20	6,80	<b>6,50</b>
<b>Disco 3 (raio em mm)</b>	0,0	0,0	0,0	0,0
<b>Disco 4 (raio em mm)</b>	4,15	4,00	4,30	<b>4,15</b>

Fonte: Autor (2023).

Os resultados apresentados na tabela demonstram que o disco como Nt-PAN puro não houve formação de halo assim como ocorreu com o disco do filtro HEPA, o que explica que para esse teste não houve a capacidade de inibir o crescimento de *S. aureus*. Já o disco com Nt-PAN com AgNPs houve formação de halo de 6,5mm para *S. Aureus*, afirmando sua capacidade bactericida. Também houve halo de inibição para o controle positivo.

A Figura 19 contém o teste de antibiograma em triplicata (A, B e C) dos discos (1), (2), (3) e (4) na presença da bactéria *E. coli*.

**Figura 19.** Antibiograma para *E. Coli*.

Fonte: Autor (2023).

As medidas dos halos de inibição para a bactéria *E. coli* foi apresentado na tabela 3

**Tabela 4.** Medição dos halos de inibição para *E. coli*

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>Raio médio</b>
<b>Disco 1 (raio em mm)</b>	0,0	0,0	0,0	0,0
<b>Disco 2 (raio em mm)</b>	4,55	3,50	4,60	<b>4,22</b>
<b>Disco 3 (raio em mm)</b>	0,0	0,0	0,0	0,0
<b>Disco 4 (raio em mm)</b>	4,10	4,00	4,20	<b>4,10</b>

Fonte: Autor (2023).

Os resultados mostram que o disco com o Nt-PAN e o filtro HEPA não apresentaram halo de inibição, o que explica que para esse teste não houve a capacidade de inibir o crescimento de *E. coli*. Porém, houve halo de inibição para o Nt-PAN com AgNPs (4,22mm) e para o controle positivo.

## 6 CONCLUSÃO

Em conclusão, este estudo destaca a eficácia dos filtros HEPA na retenção de partículas atmosféricas, embora apresentem desafios na barreira contra bactérias de dimensões reduzidas. A abordagem inovadora de incorporar um invólucro de nanocompósito de fibras de PAN impregnadas com nanopartículas de prata, produzido por eletrofição, mostrou-se promissora. Esse invólucro não apenas simplifica a manutenção dos filtros HEPA, estendendo seu ciclo de utilização com uma solução de baixo custo e substituível, mas também adiciona propriedades bactericidas, proporcionando uma camada adicional de proteção aos usuários de aparelhos eletrodomésticos.

O processo de eletrofição, utilizando a dispersão de PAN em DMF com e sem nanopartículas de prata, resultou em fibras com diâmetro médio de 0,3 $\mu$ m, e a presença confirmada de prata nas amostras com aproximadamente 20% em massa. A caracterização abrangente, incluindo MEV, FTIR, EDX, e o estudo de halos, demonstrou o potencial promissor do invólucro de Nt-PAN com prata como uma barreira eficaz, apresentando halos significativos de 6,5mm para *E. coli* e 4,22mm para *S. aureus*, em conformidade com as normas bactericidas.

O Filtro HEPA não apresentou halo de inibição para *S. aureus*, o que confirma a importância do invólucro bactericida.

Esses resultados sugerem não apenas uma melhoria na eficácia de retenção bacteriana, mas também abrem perspectivas para aprimorar a tecnologia de filtros HEPA, tornando-os mais adaptáveis e eficientes na purificação do ar. A introdução de propriedades bactericidas oferece uma camada adicional de proteção, contribuindo para ambientes mais seguros e saudáveis, especialmente em contextos em que a qualidade do ar é crucial.

## **7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

Sugere-se como trabalhos futuros:

Avaliação do Nanocompósito de Fibra de PAN com a incorporação das AgNPs para ação antiviral e antifúngica.

Análise da dispersão das AgNPs via ultrassom de ponteira na solução de PAN/DMF para eletrofição.

## REFERÊNCIAS

- ANGAMMANA, C. J.; JAYARAM, S. H. Fundamentals of electrospinning and processing technologies. **Particulate Science and Technology**, v. 34, n. 1, p. 72–82, 2016.
- ARTS, I. S.; GENNARIS, A.; COLLET, J.-F. Reducing systems protecting the bacterial cell envelope from oxidative damage. **FEBS Letters**, v. 589, n. 14, p. 1559–1568, 2015.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. **ABNT 13370**: Nãotecido – Terminologia. Rio de Janeiro: ABNT, 2017.
- BARTHOLOMEW, J. W.; MITTWER, T. The Gram Stain. **Bacteriological Reviews**, v. 16, n. 1, p. 1–29, mar. 1952.
- BHARDWAJ, N.; KUNDU, S. C. Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique. **Biotechnology Advances**, v. 28, n. 3, p. 325–347, maio 2010.
- BRITO, C. A. R. *et al.* Empregados na Indústria. **Polímeros Ciência e Tecnologia**, v. 23, n. 6, p. 764–770, 2013.
- CANEVAROLO JUNIOR, S. V. **Técnicas de Caracterização de Polímeros**. São Paulo: Artliber Editora Ltda., 2017.
- CAZALINI, E. M. *et al.* Antimicrobial and anti-biofilm properties of polypropylene meshes coated with metal-containing DLC thin films. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, v. 28, n. 6, p. 97, 2017.
- CHOI, Y. *et al.* Comparative toxicity of silver nanoparticles and silver ions to *Escherichia coli*. **Journal of Environmental Sciences**, v. 66, p. 50–60, abr. 2018.
- CHRISTOPHERSON, D. A. *et al.* High-Efficiency Particulate Air Filters in the Era of COVID-19: Function and Efficacy. **Otolaryngology–Head and Neck Surgery**, v. 163, n. 6, p. 1153–1155, 14 dez. 2020.
- COSTA, R. G. F. *et al.* Eletrofiação de polímeros em solução: parte II: aplicações e perspectivas. **Polímeros**, v. 22, n. 2, p. 178–185, 2012.
- COSTA, H. M. S. *et al.* Obtenção de nanofios de carbono a partir de copolímero de PAN eletrofiados para aplicação como supercapacitores. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 26, n. 2, 2021.
- DAUR, A. V. *et al.* Sensibilidade Da Coloração De Gram No Diagnóstico Prévio Das Infecções Em Sítios Corporais Estéreis Sensitivity Of Gram Staining For Early Diagnostic Of Infections In Sterile Body Sites. **Visão Acadêmica, Curitiba**, v. 5, n. 2, p. 91–94, 2004.
- DAVANZO, D. L. **Produção de nano-e micro-fibras de poliacrilonitrila**. Cuiabá – MT, 2015.

DAVID, M. Z.; DAUM, R. S. Treatment of Staphylococcus aureus Infections. **Curr Top Microbiol Immunol.**, p. 325–383, 2017.

DEL'ARCO JUNIOR, A. P. **Análise e desenvolvimento do processo de obtenção de fibras de carbono a partir da estabilização oxidativa das fibras de poliacrilonitrila.** 1997. 141f. Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Química, Campinas, SP. Disponível em: <https://hdl.handle.net/20.500.12733/1585373>. Acesso em: 3 abr. 2023.

DENAMUR, E. *et al.* The population genetics of pathogenic Escherichia coli. **Nature Reviews Microbiology**, v. 19, n. 1, p. 37–54, 2021.

DEVASIA, R. *et al.* Fourier transform infrared and wide-angle X-ray diffraction studies of the thermal cyclization reactions of high-molar-mass poly (acrylonitrile- *co* -itaconic acid). **Journal of Applied Polymer Science**, v. 100, n. 4, p. 3055–3062, 2006.

DOSHI, J.; RENEKER, D. H. Electrospinning process and applications of electrospun fibers. **Journal of Electrostatics**, v. 35, n. 2–3, p. 151–160, ago. 1995.

DURÁN, N. *et al.* Potential use of silver nanoparticles on pathogenic bacteria, their toxicity and possible mechanisms of action. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 21, n. 6, p. 949–959, 2010.

DURÁN, N. *et al.* Silver nanoparticles: A new view on mechanistic aspects on antimicrobial activity. **Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine**, v. 12, n. 3, p. 789–799, abr. 2016.

EDA, G.; SHIVKUMAR, S. Bead-to-fiber transition in electrospun polystyrene. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 106, n. 1, p. 475–487, 2007.

ENTOV, V. M.; HINCH, E. J. Effect of a spectrum of relaxation times on the capillary thinning of a filament of elastic liquid. **J. Non-Newtonian Fluid Mech.**, v. 72, p. 31–53, 1997.

FEITOR, M. C. **Efeito Antibacteriano De Tecidos Têxteis Revestidos Por Prata Através Da Técnica De Deposição Por Plasma.** 2010. 117 f. Tese (Doutorado em Pesquisa e Desenvolvimento em Ciência e Engenharia de Petróleo) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2010.

FIRST, M. W. Hepa Filters. **Journal of the American Biological Safety Association**, v. 3, n. 1, p. 33–42, 1 mar. 1998.

FISSAN, H. *et al.* Comparison of different characterization methods for nanoparticle dispersions before and after aerosolization. **Analytical Methods**, v. 6, n. 18, p. 7324, 2014.

FORMHALS, A. **Artificial Fiber Construction.** Germany, 1938.

FRAILE, M. DE LA R.; NAVARRO MARÍ, J. M.; PRIETO, J. P. **Microbiología en ciencias de la salud: conceptos y aplicaciones.** Madrid: Elsevier, 2011.

FRENOT, A.; CHRONAKIS, I. S. Polymer nanofibers assembled by electrospinning. **Current Opinion in Colloid & Interface Science**, v. 8, n. 1, p. 64–75, mar. 2003.

GARCIA, M. V. D. **Síntese, caracterização e estabilização de nanopartículas de prata para aplicações bactericidas em têxteis**. Campinas, 2011. 77f. Dissertação (mestrado em Engenharia Química) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2011.

GERGIN, İ.; ISMAR, E.; SARAC, A. S. Oxidative stabilization of polyacrylonitrile nanofibers and carbon nanofibers containing graphene oxide (GO): a spectroscopic and electrochemical study. **Beilstein Journal of Nanotechnology**, v. 8, p. 1616–1628, 2017.

GEYER, R.; JAMBECK, J. R.; LAW, K. L. Production, use, and fate of all plastics ever made. **Science Advances**, v. 3, n. 7, 2017.

GHORANI, B.; TUCKER, N. Fundamentals of electrospinning as a novel delivery vehicle for bioactive compounds in food nanotechnology. **Food Hydrocolloids**, v. 51, p. 227–240, out. 2015.

GHOSAL, K. *et al.* Electrical Spinning to Electrospinning: a Brief History. *In*: KNY, E.; GHOSAL, K.; THOMAS, S. **Electrospinning: From Basic Research to Commercialization**. [s.l: s.n.]. 2018. p. 1–23.

HAIDER, A.; HAIDER, S.; KANG, I.-K. A comprehensive review summarizing the effect of electrospinning parameters and potential applications of nanofibers in biomedical and biotechnology. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 11, n. 8, p. 1165–1188, dez. 2018.

HE, J.-H. *et al.* **Electrospun Nanofibres and Their Applications**. Shropshire: Smithers, 2008.

HUANG, Z. M. *et al.* A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. **Composites Science and Technology**, v. 63, n. 15, p. 2223–2253, 2003.

HUSSAIN, F. S. J.; YUSOFF, M. B. M. Fabrication and characterization of electrospun silver nanofibers with unmatched porosity. *In*: IEEE INTERNATIONAL CONFERENCE ON NANOTECHNOLOGY, 12., 2012. *Proceedings...*, Birmingham, 2012, p. 1-4, doi: 10.1109/NANO.2012.6322232.

HUTTEN, I. M. **Handbook of Nonwoven Filter Media**. Elsevier Science & Technology Books, 2007.

IBRAHIM, H. M.; KLINGNER, A. A review on electrospun polymeric nanofibers: Production parameters and potential applications. **Polymer Testing**, v. 90, p. 106647, out. 2020.

JAYBHAY, S. *et al.* A Novel Approach for Assessing Vehicle Interior Air Quality (VIAQ) in Future Mobility Solutions. **SAE Technical Paper**, 2022. Doi: <https://doi.org/10.4271/2022-28-0455>.

- JUNCKER, R. B.; LAZAZZERA, B. A.; BILLI, F. The use of functionalized nanoparticles to treat *Staphylococcus aureus* -based surgical-site infections: a systematic review. **Journal of Applied Microbiology**, v. 131, n. 6, p. 2659–2668, 2021.
- KUMAR, M.; HIETALA, M.; OKSMAN, K. Lignin-Based Electrospun Carbon Nanofibers. **Frontiers in Materials**, v. 6, 2019.
- LARA, H. H. *et al.* Silver nanoparticles are broad-spectrum bactericidal and virucidal compounds. **Journal of Nanobiotechnology**, v. 9, n. 1, p. 30, 2011.
- LI, J. *et al.* Antimicrobial Activity and Resistance: Influencing Factors. **Frontiers in Pharmacology**, v. 8, 2017.
- LI, Z.; WANG, C. Effects of Working Parameters on Electrospinning. *In*: LI, Z.; WANG, C. **One-Dimensional nanostructures**. Berlin: Springer, 2013. p. 15–28.
- MARE, A. *et al.* Serogroups and genetic diversity of diarrheagenic strains of *Escherichia coli*: a retrospective study. **The Journal of Infection in Developing Countries**, v. 16, n. 05, p. 827–834, 2022.
- MEDEIROS, G. B. *et al.* Modification and Functionalization of Fibers Formed by Electrospinning: A Review. **Membranes**, v. 12, n. 9, p. 861, 2022.
- MERCANTE, L. *et al.* Nanofibras eletrofiadas e suas aplicações: avanços na última década. **Química Nova**, 2021.
- MICHAELIS, S.; LORAINÉ, T. Aircraft Cabin Air Filtration and Related Technologies: Requirements, Present Practice and Prospects. *In*: HOCKING, M. **Air Quality in Airplane Cabins and Similar Enclosed Spaces**. v. 4. Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, 2005. p. 267–289.
- MIN, K.; KIM, S.; KIM, S. Silk protein nanofibers for highly efficient, eco-friendly, optically translucent, and multifunctional air filters. **Scientific Reports**, v. 8, n. 1, 2018.
- MIT-UPPATHAM, C.; NITHITANAKUL, M.; SUPAPHOL, P. Ultrafine Electrospun Polyamide-6 Fibers: Effect of Solution Conditions on Morphology and Average Fiber Diameter. **Macromolecular Chemistry and Physics**, v. 205, n. 17, p. 2327–2338, 2004.
- MODENA, M. M. *et al.* Nanoparticle Characterization: What to Measure? **Advanced Materials**, v. 31, n. 32, 2019.
- MONACO, M. *et al.* Worldwide Epidemiology and Antibiotic Resistance of *Staphylococcus aureus*. **Curr Top Microbiol Immunol.**, p. 21-56, 2017.
- NATARAJ, S. K.; YANG, K. S.; AMINABHAVI, T. M. Polyacrylonitrile-based nanofibers—A state-of-the-art review. **Progress in Polymer Science**, v. 37, n. 3, p. 487–513, mar. 2012.

- OLIVEIRA JUNIOR, M. Santos *et al.* A statistical approach to evaluate the oxidative process of electrospun polyacrylonitrile ultrathin fibers. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 134, n. 43, 2017.
- ONDUSKO, D. S.; NOLT, D. Staphylococcus aureus. **Pediatrics In Review**, v. 39, n. 6, p. 287–298, 2018.
- PADNYA, P.; GORBACHUK, V.; STOIKOV, I. The Role of Calix[n]arenes and Pillar[n]arenes in the Design of Silver Nanoparticles: Self-Assembly and Application. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 21, n. 4, p. 1425, 20 fev. 2020.
- PANÁČEK, A. *et al.* Bacterial resistance to silver nanoparticles and how to overcome it. **Nature Nanotechnology**, v. 13, n. 1, p. 65–71, 2018.
- PANAPOY, M.; DANKEAW, A.; KSAPABUTR, B. Electrical Conductivity of PAN-based Carbon Nanofibers Prepared by Electrospinning Method. **Thammasat Int J Sc Tech**, v. 13, 2008.
- PERRY, J. L. *et al.* **Submicron and Nanoparticulate Matter Removal by HEPA-Rated Media Filters and Packed Beds of Granular Materials**. [s.l: s.n.], 2016. Disponível em: <http://www.sti.nasa.gov>. Acesso em: 3 abr. 2023.
- RAHAMAN, M. S. A.; ISMAIL, A. F.; MUSTAFA, A. A review of heat treatment on polyacrylonitrile fiber. **Polymer Degradation and Stability**, v. 92, n. 8, p. 1421–1432, ago. 2007.
- RAI, M. Nanobiotecnologia verde: biossínteses de nanopartículas metálicas e suas aplicações como nanoantimicrobianos. **Ciência e Cultura**, v. 65, n. 3, p. 44–48, jul. 2013.
- RAO R., V. K. *et al.* Conductive silver inks and their applications in printed and flexible electronics. **RSC Advances**, v. 5, n. 95, p. 77760–77790, 2015.
- ROHDE, M. The Gram-Positive Bacterial Cell Wall. **Microbiology Spectrum**, v. 7, n. 3, 2019.
- ROZHIN, A. *et al.* Biogenic Silver Nanoparticles: Synthesis and Application as Antibacterial and Antifungal Agents. **Micromachines**, v. 12, n. 12, p. 1480, 2021.
- SANTOS, C. R. *et al.* Preparação e Caracterização de Nanofibras de Nanocompósitos de Poliamida 6,6 e Argila Montmorilonita. **Polímeros**, v. 21, n. 5, p. 398–408, 1 dez. 2011.
- SAVVA, I.; KRASIA-CHRISTOFOROU, T. Encroachment of Traditional Electrospinning. *In*: KNY, E.; GHOSAL, K.; THOMAS, S. **Electrospinning: From Basic Research to Commercialization**. [s.l: s.n.], 2018. p. 24–54.
- SILVA, C.; PAULA, D.; BORGES, K. Eletrofiação Aplicada Ao Desenvolvimento De Nanofibras Adsorventes Visando O Aprimoramento De Técnicas De (Micro)Extração Em Fase Sólida. **Química Nova**, 2021.

SILVA, E. R.; SOUZA, A. S. **Introdução ao Estudo da Microbiologia**: Teoria e Prática. Brasília: EDITORA IFB, 2013.

SLAVIN, Y. N. *et al.* Metal nanoparticles: understanding the mechanisms behind antibacterial activity. **Journal of Nanobiotechnology**, v. 15, n. 1, p. 65, 2017.

TAO, S. *et al.* The Spread of Antibiotic Resistance Genes In Vivo Model. **Canadian Journal of Infectious Diseases and Medical Microbiology**, v. 2022, p. 1–11, 2022.

TAYLOR, G. I. Disintegration of water drops in an electric field. **Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences**, v. 280, n. 1382, p. 383–397, 28 jul. 1964.

TORTORA, G. J.; FUNKE, B. R.; CASE, C. L. **Microbiologia**. 8. ed. Porto Alegre: Artmed, 2005.

WANG, L.; HU, C.; SHAO, L. The antimicrobial activity of nanoparticles: present situation and prospects for the future. **International Journal of Nanomedicine**, v. 12, p. 1227–1249, fev. 2017.

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

WORLD HEALTH ORGANIZATION - WHO. **Antibiotic resistance**. 2020. Disponível em: <https://www.who.int/news-room/fact-sheets/detail/antibiotic-resistance>. Acesso em: 3 abr. 2023.

YARIN, A. L. **Free Liquid Jets and Films**: Hydrodynamics and Rheology. Wiley, 1993.

ZHANG, X. *et al.* Performance optimization of airliner cabin air filters. **Building and Environment**, v. 187, 1 jan. 2021.

ZUO, W. *et al.* Experimental study on relationship between jet instability and formation of beaded fibers during electrospinning. **Polymer Engineering & Science**, v. 45, n. 5, p. 704–709, maio 2005.