



Pedido nacional de Invenção, Modelo de Utilidade, Certificado de Adição de Invenção e entrada na fase nacional do PCT

Número do Processo: BR 10 2023 002168 9

Dados do Depositante (71)

Depositante 1 de 1

Nome ou Razão Social: FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Tipo de Pessoa: Pessoa Jurídica

CPF/CNPJ: 45358058000140

Nacionalidade: Brasileira

Qualificação Jurídica: Instituição de Ensino e Pesquisa

Endereço: Rodovia Washington Luiz, Km 235, 13565-905, Monjolinho

Cidade: São Carlos

Estado: SP

CEP: 13565-905

País: Brasil

Telefone: 16 3351-9040

Fax:

Email: inovacao@ufscar.br

Natureza Patente: 10 - Patente de Invenção (PI)

Título da Invenção ou Modelo de Utilidade (54): NANOFIBRAS CURTAS, SUAS APLICAÇÕES, PROCESSO DE PRODUÇÃO DE NANOFIBRAS CURTAS, SOLUÇÃO DE NANOFIBRAS CURTAS A PARTIR DE NANOFIBRAS ELETROFIADAS

Resumo: A presente invenção pertence ao campo da química. A presente invenção refere-se à PRODUÇÃO DE NANOFIBRAS CURTAS OU FRAGMENTOS DE NANOFIBRAS a partir de nanofibras de acetato de celulose contendo nanopartículas de óxido de zinco. A invenção refere-se também à PRODUÇÃO DE UMA SOLUÇÃO DE NANOFIBRAS CURTAS A PARTIR DE NANOFIBRAS ELETROFIADAS contendo nanopartículas empregando uma mistura de água e etanol que propicia a fragmentação das nanofibras em nanofibras curtas e que pode ser aplicada por pulverização para recobrimento de diferentes superfícies, como sementes, curativos, tecidos tais como em jalecos, máscaras, respiradores, filtros de ar, roupas de atletas, entre outras. Além disso, estende-se sua aplicação em diferentes campos, como a utilização das nanofibras curtas como um reservatório de fármacos e/ou compostos bioativos para sua liberação controlada ou incorporação das nanofibras curtas em formas farmacêuticas, como pomadas e géis, para aplicação tópica.

Figura a publicar: 5

Dados do Inventor (72)

Inventor 1 de 5

Nome: PAULO AUGUSTO MARQUES CHAGAS

CPF: 37869709808

Nacionalidade: Brasileira

Qualificação Física: Estudante de Pós Graduação

Endereço: Rua Henrique Garbelini 21, Jardim Virgínia

Cidade: Batatais

Estado: SP

CEP: 14305-162

País: BRASIL

Telefone: (16) 335 19040

Fax:

Email: pi.inovacao@ufscar.br

Inventor 2 de 5

Nome: MÔNICA LOPES AGUIAR

CPF: 55057837672

Nacionalidade: Brasileira

Qualificação Física: Professor do ensino superior

Endereço: Rua Ray Wesley Herick, 1501 casa 34

Cidade: São Carlos

Estado: SP

CEP: 13565-090

País: BRASIL

Telefone: (16) 335 19040

Fax:

Email: pi.inovacao@ufscar.br

Inventor 3 de 5

Nome: WANDERLEY PEREIRA DE OLIVEIRA

CPF: 08219786833

Nacionalidade: Brasileira

Qualificação Física: Professor do ensino superior

Endereço: Av. Caramuru 2100 - Apto 603

Cidade: Ribeirão Preto

Estado: SP

CEP: 14025-710

País: BRASIL

Telefone: (16) 335 19040

Fax:

Email: pi.inovacao@ufscar.br

Inventor 4 de 5

Nome: VÁDILA GIOVANA GUERRA BÉTTEGA

CPF: 29850947802

Nacionalidade: Brasileira

Qualificação Física: Professor do ensino superior

Endereço: Avenida Miguel Damha, 800 - Casa 297

Cidade: São Carlos

Estado: SP

CEP: 13565-251

País: BRASIL

Telefone: (16) 335 19040

Fax:

Email: pi.inovacao@ufscar.br

Inventor 5 de 5

Nome: FELIPE DE AQUINO LIMA

CPF: 12334238600

Nacionalidade: Brasileira

Qualificação Física: Estudante de Pós Graduação

Endereço: Av. Cel. Amâncio Bernardes, 770, Centro

Cidade: Santo Antônio do Monte

Estado: MG

CEP: 35560-000

País: BRASIL

Telefone: (16) 335 19040

Fax:

Email: pi.inovacao@ufscar.br

Documentos anexados

Tipo Anexo	Nome
Relatório Descritivo	P2022-016_RELATORIO DESCRITIVO_AIn_060223_vfinal.pdf
Reivindicação	P2022- 016_REIVINDICACOES_AIn_060223_vfinal.pdf
Desenho	P2022-016_DESENHOS_AIn_060223_vfinal.pdf
Resumo	P2022-016_RESUMO_AIn_060223_vfinal.pdf
Comprovante de pagamento de GRU 200	P2022- 016_ComprovantePagamento_GRU_170123.pdf

Acesso ao Patrimônio Genético

- Declaração Negativa de Acesso - Declaro que o objeto do presente pedido de patente de invenção não foi obtido em decorrência de acesso à amostra de componente do Patrimônio Genético Brasileiro, o acesso foi realizado antes de 30 de junho de 2000, ou não se aplica.

Declaração de veracidade

- Declaro, sob as penas da lei, que todas as informações acima prestadas são completas e verdadeiras.

"NANOFIBRAS CURTAS, SUAS APLICAÇÕES, PROCESSO DE PRODUÇÃO DE NANOFIBRAS CURTAS, SOLUÇÃO DE NANOFIBRAS CURTAS A PARTIR DE NANOFIBRAS ELETROFIADAS"

CAMPO DA INVENÇÃO

[001] A presente invenção pertence ao campo da química, mais especificamente à área de nanofibras poliméricas.

DESCRIÇÃO DO ESTADO DA TÉCNICA

[002] A qualidade das sementes utilizadas pelos agricultores pode contribuir com o aumento de até 30% do rendimento das colheitas. A qualidade das sementes pode ser afetada por stress bióticos e abióticos, prejudicando seu rendimento. Contudo, tratamentos químicos, bioquímicos ou biológicos dessas sementes podem levar a uma maior proteção dessas sementes e elevar sua produtividade. Apesar dos inúmeros tipos de tratamentos aplicados nas indústrias de sementes ou em alguns casos "on farm", ou seja, diretamente no local onde haverá a plantação, há uma tendência crescente em relação à agricultura sustentável e também por novas tecnologias que atuem como sistemas de entrega de compostos ativos, com dosagem controlada e efetiva. Dentre as inúmeras áreas de pesquisa, a nanotecnologia tem ganhado destaque por suas propriedades únicas devido à sua escala nanométrica. Dentre essas nanotecnologias, as nanofibras têm sido utilizadas para diferentes aplicações como na engenharia de tecidos, roupas de proteção, revestimentos de sementes, curativos, sensores, máscaras faciais, filtros de ar e outros. Essas nanofibras se tornam atrativas para aplicação na agricultura por serem capazes de encapsular substâncias de interesse como agentes para biocontrole, fertilizantes,

compostos antifúngicos e microingredientes para plantas. As nanofibras poliméricas são capazes de liberar, de forma controlada, esses compostos encapsulados, evitando assim, uma liberação rápida e total, o que pode ser prejudicial para, por exemplo, sementes. Dentre as técnicas de produção de nanofibras, a eletrofiação é considerada um processo versátil e simples. A principal forma de revestimento das sementes encontradas na literatura é através da aplicação direta das nanofibras sobre as sementes, durante o processo de eletrofiação. O uso de nanofibras é dificultado porque durante o processo de produção de nanofibras, utiliza-se alta tensão, chegando até 30 kV. Necessita-se assim, novos produtos capazes de ampliar a utilização de nanofibras eletrofiadas e permitir seu uso diretamente no local desejado.

[003] As nanofibras também podem conter compostos bioativos com propriedades antibacterianas, antioxidantes entre outras propriedades de interesse médico-veterinário. Seu uso como curativos também é bastante descrito na literatura científica e os polímeros empregados na produção das nanofibras são inúmeros, assim como os compostos encapsulados nelas.

[004] O assunto deste invento é a produção de nanofibras de acetato de celulose por eletrofiação cujo comprimento das nanofibras é reduzido após o processo de corte mecânico empregando um liquidificador e dispersas em uma solução alcóolica. Após esse processo, as nanofibras de acetato de celulose apresentaram comprimento reduzido, sendo chamadas aqui de fragmentos de nanofibras ou nanofibras curtas. O comprimento das nanofibras curtas obtido neste invento pode

variar entre 15 µm a 500 µm aproximadamente. O tamanho obtido das nanofibras curtas são dependentes do tempo de agitação e da velocidade de agitação da hélice no liquidificador. Nota-se que, a partir dos experimentos apresentados a seguir, esse processo apenas afetou o comprimento das nanofibras, reduzindo-as sem comprometimento de suas características morfológicas. As nanofibras poliméricas da presente invenção são produzidas empregando o polímero acetato de celulose. O acetato de celulose foi escolhido por ser um derivado da celulose facilmente processável, apresenta resistência química, estabilidade térmica, biocompatível e biodegradável.

[005] As nanofibras produzidas com esse polímero podem ser empregadas em diferentes reações químicas para a produção de outros polímeros. Por exemplo, a hidrólise do acetato de celulose é capaz de produzir celulose após sua imersão em uma solução básica de hidróxido de sódio (Juntadech et al., 2021). Essa reação de hidrólise básica pode ser aplicada às nanofibras curtas de acetato de celulose e assim, produzir nanofibras curtas de celulose ou de outros derivados da celulose, como carboximetilcelulose ou aldeído celulose, obtidos a partir de reações químicas da celulose (Golizadeh et al., 2019; Oprea & Voicu, 2020). As reações químicas nas nanofibras de acetato de celulose permitem não só a produção de outros polímeros, mas garantem ao invento uma ampliação em relação aos materiais e suas propriedades. Por exemplo, a carboximetilcelulose produzida a partir da oxidação da celulose é solúvel em água e não em solventes orgânicos. Ou seja, nanofibras curtas de carboximetil celulose podem ser dispersas em um meio contendo solvente orgânico. A escolha

do polímero acetato de celulose se deu também pela possibilidade de reações químicas capazes de alterar a estrutura química do acetato de celulose e permitir a produção de outros polímeros. Além do material polimérico, nanopartículas de óxido de zinco foram empregadas como modelo de composto a ser incorporado às nanofibras por apresentar propriedades de interesse, como por exemplo, propriedades antibacterianas (Nageh et al., 2022).

[006] Para a produção de nanofibras curtas empregando corte mecânico, deve-se levar em consideração algumas propriedades físico-químicas dos materiais poliméricos empregados para a produção de nanofibras por eletrofiação. Alguns desses fatores é a capacidade das nanofibras poliméricas se fragmentarem em contato com a lâmina do equipamento que realiza o corte mecânico, como por exemplo, as lâminas de um liquidificador. Por exemplo, o polímero PCL foi empregado juntamente com o polímero acetato de celulose para a produção de nanofibras. O PCL foi empregado em uma blenda polimérica com o acetato de celulose para facilitar a fratura das nanofibras durante o processo de produção de nanofibras curtas. Além disso, as nanofibras eletrofiadas para a produção de nanofibras curtas devem estar dispersas em solventes que favoreçam sua dispersão para evitar assim que haja aglomerados de nanofibras e/ou sua flutuação na solução dispersante. Tudo isso dificulta o processo de corte mecânico das nanofibras e conseqüentemente, na produção de nanofibras curtas. O etanol, neste invento, é empregado estrategicamente com a água para favorecer a dispersão das nanofibras eletrofiadas de acetato de celulose durante o processo de corte mecânico, evitando a agregação das

nanofibras ou a sua flutuação e contribuindo para a produção de nanofibras curtas. Para evitar que haja a aglomeração ou flutuação das nanofibras em uma solução, outros inventos reportam o uso de nitrogênio líquido para o congelamento (-80°C) e enrijecimento das nanofibras e assim, realizar-se o corte mecânico. O presente invento, difere dos inventos já reportados anteriormente por utilizar uma mistura de solventes (água e etanol) que possibilita a produção de nanofibras curtas de acetato de celulose em temperatura ambiente (24°C a 35°C), sem o uso de uma blenda polimérica ou uso de nitrogênio líquido para o congelamento das nanofibras.

[007] A presente invenção contribui com a ampliação do uso de nanofibras, além do convencional, ou seja, como uma membrana formada de tecido não tecido, sugerindo seu uso como nanofibras curtas e empregadas em diferentes produtos farmacêuticos, tecidos filtrantes e revestimentos.

[008] O documento WO2019209762 apresenta o método de produção de microsferas a partir de segmentos de nanofibras. Os segmentos de nanofibras foram produzidos por corte à frio, empregando nitrogênio líquido e um criostato, seguido de homogeneização utilizando um sonicador. As nanofibras curtas produzidas por essa metodologia foram incorporadas a uma solução polimérica de PCL e posteriormente transformadas em esferas pelo uso da técnica de eletrospray. Apesar da patente produzir, em uma das etapas do invento, nanofibras curtas, o presente invento difere por produzir nanofibras curtas ou segmentos de nanofibras através do corte mecânico em temperatura ambiente, sem utilizar baixas temperaturas (-80°C) ou nitrogênio líquido no processo de obtenção de

nanofibras curtas.

[009] O documento JP2015000977 trata-se do uso de nanofibras de carboximetil celulose para a produção de pastas, géis, dispersão líquida ou emulsão, obtida pelo desembaraçamento, em alta pressão, da carboximetil celulose. A patente JP2015000977-A utiliza celulose natural, extraída de plantas e através do uso de alta pressão, produzir nanofibras curtas. Este invento diferencia da patente encontrada por produzir nanofibras de acetato de celulose pelo método de eletrofiação. E posteriormente serem convertidas em nanofibras curtas através do uso de um equipamento que promova o corte mecânico e a fragmentação das nanofibras.

[010] O documento KR 20210101132 refere-se à produção de membranas compósitas a partir de nanofibras curtas. Apesar da patente citar que a produção das nanofibras curtas possa ocorrer empregando ultrassom, homogeneizador ou cortes, a patente não antecede o presente invento, pois sua aplicação limita-se ao campo de tecnologias empregado para uso como eletrodo e não antecede seu uso para encapsulamento de nanopartículas ou compostos bioativos com propriedades antibacterianas e nem sua aplicação empregando spray para pulverização de diferentes superfícies de interesse agropecuário, da indústria farmacêutica em diferentes formas farmacêuticas e têxtil (nas mais diversas aplicações em jalecos, máscaras faciais, filtros de ar, e outros).

[011] O documento BR 102013019741-6 refere-se ao uso de nanofibras contendo pesticida para recobrimento de sementes. O método empregado para produção de nanofibras e recobrimento das sementes é a técnica eletro hidrodinâmica (eletrofiação

e eletrospray). A deposição das nanofibras ocorre diretamente sobre as sementes. Com isso, as sementes recobertas apresentadas no documento BR 102013019741-6 A2 sofrem a ação de uma alta tensão, com diferença de potencial de até 60kV. O presente invento difere da patente por apresentar um método de produção de nanofibras curtas e sua aplicação através de spray, onde a deposição das nanofibras ocorre após o processo de eletrofiação das nanofibras, ou seja, as sementes não sofrem a ação de uma alta tensão, ampliando sua aplicação para outras superfícies, como em pele com ferimento.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

[012] O processo de produção de nanofibras curtas a partir de nanofibras eletrofiadas compreende as etapas de:

- i) Preparar solução de acetato de celulose na concentração de 5 a 40% (m/v) de polímero em acetona e DMF, na proporção de 3:2(v/v), respectivamente;
- ii) Adicionar nanopartículas de óxido de zinco à solução de acetato de celulose, em que a quantidade de nanopartículas de óxido de zinco é equivalente a 5% da massa de acetato de celulose;
- iii) Misturar os componentes da etapa i) e ii) por até 48 horas;
- iv) Acoplar a solução obtida a uma bomba de injeção controlada;
- v) Eletrofiar a solução, em que a temperatura do procedimento está entre 20 e 35°C, a vazão está na faixa de 0,1 a 60,0 mL.h⁻¹, a tensão está na faixa de 10 a 40kV, a rotação do coletor é na faixa de 20 a

600 rpm;

vi) Coletar as nanofibras obtidas, adicionar as nanofibras à solução alcoólica de água e etanol na proporção 3:1 e fragmentar as nanofibras obtidas presentes na solução empregando um liquidificador, para realizar o corte mecânico das nanofibras.

[013] Na etapa "v)", a eletrofiação compreende uma seringa em que, a distância entre o coletor e a agulha é de 5 a 20 cm.

[014] Na etapa "v)", alternativamente utiliza-se um coletor estático, sendo tais parâmetros dependentes e variáveis de acordo com a concentração da solução de acetato de celulose empregada na etapa i).

[015] As nanofibras curtas compreende comprimento de 1 µm a 500 µm.

[016] A solução de nanofibras curtas eletrofiadas compreendem:

- 0,1 a 60% de nanofibras de acetato de celulose
- 0,0 a 100% de volume em água;
- 0,0 a 100% de volume de etanol.

[017] A solução de nanofibras curtas apresenta concentração de 75% de volume em água e 25% de volume em etanol.

[018] O uso de nanofibras curtas é aplicado em formulações farmacêuticas, sistemas de pulverização ou formulação de sprays para revestimentos de superfícies para aplicação na área de defensivos agrícolas, filtração e farmacêutica.

OBJETIVOS DA INVENÇÃO

[019] Em um primeiro aspecto, a presente invenção tem por objetivo apresentar uma PRODUÇÃO DE NANOFIBRAS CURTAS OU FRAGMENTOS DE NANOFIBRAS a partir de nanofibras de acetato de celulose contendo nanopartículas de óxido de zinco.

[020] Em um segundo aspecto, a presente invenção tem por objetivo apresentar a composição das NANOFIBRAS CURTAS obtidas pelo processo acima mencionado.

[021] Em um terceiro aspecto, a presente invenção também se refere à PRODUÇÃO DE UMA SOLUÇÃO DE NANOFIBRAS CURTAS A PARTIR DE NANOFIBRAS ELETROFIADAS contendo nanopartículas que pode ser aplicada por pulverização para recobrimento de diferentes superfícies, como sementes, pele com ferimentos e tecidos.

[022] Em um quarto aspecto, a presente invenção tem por objetivo apresentar a composição das SOLUÇÕES DE NANOFIBRAS CURTAS obtidas pelo processo acima mencionado.

[023] Em um quinto aspecto, a presente invenção refere-se, ainda, ao USO DAS NANOFIBRAS em formas farmacêuticas, como pomadas e também à sua aplicação, em forma de spray, para revestimento de diferentes superfícies.

BREVE DESCRIÇÃO DAS FIGURAS

[024] Figura 1 - Spray contendo solução de nanofibras curtas.

[025] Figura 2 - Suporte de cobre após a deposição de nanofibras curtas.

[026] Figura 3 - Imagem de microscopia óptica das nanofibras curtas.

[027] Figura 4 - Imagem de microscopia óptica das

nanofibras de acetato de celulose, após o processo de eletrofiação, sem o processo de corte no liquidificador.

[028] Figura 5 - Imagem de microscopia laser confocal das nanofibras curtas.

[029] Figura 6 - Superfície de sementes de soja a) sem revestimento; b) com o revestimento de nanofibras curtas após pulverização com spray da solução de nanofibras curtas.

[030] Figura 7 - Superfície de sementes de grão de bico a) sem revestimento; b) com o revestimento de nanofibras curtas após pulverização com spray da solução de nanofibras curtas.

[031] Figura 8 - Caracterização por (energy dispersive x-ray spectroscopy) das nanofibras curtas contendo nanopartículas de óxido de zinco.

[032] Figura 9 - Esquema do aparato de eletrofiação empregado para a produção de nanofibras para uma das concretizações da presente invenção.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

[033] O conteúdo a seguir descreve uma ou mais modalidades do presente invento e não devem ser consideradas como limitações da invenção.

[034] Adicionalmente, para facilitar a compreensão do referido invento, é apresentado abaixo a definição de certos termos e expressões utilizados ao longo do presente documento:

[035] O termo "membrana" refere-se ao conjunto de nanofibras produzidas por eletrofiação e coletadas em um coletor, seja ele estático ou rotativo e que é formada por nanofibras depositadas aleatoriamente interconectadas em uma estrutura tridimensional, formando um tecido não tecido.

[036] As expressões "compostos bioativos" ou "agente ativo" ou termo "nanopartículas" referem-se aos diferentes materiais que podem ser solubilizados ou dispersos na solução polimérica de acetato de celulose e encapsulados na matriz polimérica e que tenha propriedades de interesse como propriedades antibacterianas, biocompatibilidade, antivirais, anti-inflamatórias, antifúngicas, antioxidantes, entre outras.

[037] O termo "tópica" se refere à administração de um ou mais agentes encapsulados nas nanofibras curtas cuja aplicação ocorreria sobre a pele através de diferentes formas farmacêuticas.

[038] O termo "solvente" se refere a um soluto líquido que gere uma solução.

[039] O termo "nanofibras" refere-se a nanofibras produzidas a partir de uma solução polimérica e que apresentem diâmetro na faixa de 10 - 1000 nanômetros e com comprimento superior a 500 μm . O sistema de eletrofiação ou Fiação por sopro (*Solution Blow Spinning*) são capazes de produzir nanofibras.

[040] As expressões "nanofibras curtas" ou "nanofibras fragmentadas" ou "fragmentos de nanofibras" são nanofibras que passaram por um processo mecânico de corte empregando, por exemplo, um liquidificador, capaz de produzir uma redução do comprimento das nanofibras. O comprimento das nanofibras curtas aqui definido é inferior a 500 μm .

[041] A expressão "solução de nanofibras curtas" refere às nanofibras curtas dispersas em um meio líquido e que, neste invento, pode ser uma mistura de água e etanol.

[042] O termo "spray" refere-se ao recipiente contendo

um dispositivo mecânico capaz de projetar um jato líquido, sob pressão, gerando pequenas gotículas com as nanofibras curtas. O recipiente dotado de tal dispositivo pode ser um pulverizador ou um borrifador.

[043] As nanofibras poliméricas que compõem a solução de nanofibras curtas foram produzidas por eletrofiação. O aparato experimental empregado na eletrofiação consiste em uma seringa com agulha que contém a solução polimérica, uma bomba de infusão que controla a vazão da seringa, uma fonte de alta tensão, um coletor metálico recoberto com papel alumínio onde são depositadas as nanofibras eletrofiadas, como apresentado no esquema da Figura 9. Para a produção de nanofibras, é necessário o preparo da solução polimérica que será adicionada à seringa e com auxílio de uma bomba de infusão, a solução será forçada a passar através da agulha à uma vazão pré-determinada e constante. Nesta etapa de infusão da solução através da agulha, ocorre a formação de uma gota polimérica na ponta da agulha, que sujeita a aplicação de um campo elétrico, passando a acumular cargas na interface gota-ar. Com a deposição das cargas, a força elétrica entre a agulha e coletor faz com que a gota polimérica se alongue até formar um jato polimérico que chegará ao coletor. Nesse trajeto, o solvente evapora e o polímero solidifica formando nanofibras. Para garantir a formação das nanofibras a reprodutibilidade e homogeneidade nos diâmetros das fibras, alguns parâmetros devem ser ajustados como: a vazão da bomba, concentração polimérica, tensão elétrica, distância entre agulha e coletor e solventes adequados. Preza-se ainda pelo controle e monitoramento dos parâmetros ambientais da temperatura e umidade relativa do

ar, pois eles podem alterar a velocidade de evaporação dos solventes, durante processo de formação das nanofibras.

[044] O processo de obtenção das nanofibras polimérica descritas acima contém as seguintes etapas:

a) Preparo inicial da solução de acetato de celulose contendo 12% (m/v) de polímero em acetona e DMF na proporção de 3:2 (v/v), respectivamente, podendo a concentração de acetato de celulose variar entre 5% a 40% (m/v) e os solventes variar em proporções, não se restringindo à acetona e DMF, podendo ser uma mistura de acetona e água em diferentes proporções. A quantidade de 5% (em relação à massa de acetato de celulose) de nanopartículas de óxido de zinco foi pesada e adicionada à solução polimérica de acetato de celulose. Sendo as nanopartículas de óxido de zinco um exemplo de inúmeros compostos, nanopartículas, substâncias que podem ser encapsuladas pelas nanofibras, como biopesticidas, micronutrientes, antibióticos, anti-inflamatórios, compostos bioativos e naturais como a curcumina, óleos essenciais fertilizantes, entre outras substâncias de interesse nas áreas de regeneração tecidual, tratamento de feridas, filtração de ar e água, agropecuária, entre outras. Após 24h de solubilização e homogeneização das nanopartículas de óxido de zinco, a solução foi empregada na etapa b). O tempo de solubilização e homogeneização é dependente da concentração de nanopartículas de óxido de zinco e concentração de acetato de celulose, sendo assim, uma variável nos parâmetros de processo;

- b) Transferir a solução a) para uma seringa de vidro ou de plástico com agulha e acoplar a uma bomba de injeção controlada;
- c) Eletrofiar a solução descrita em a) empregando os parâmetros, preferencialmente: vazão de 0,1 a 3,0 mL.h⁻¹, preferencialmente 0,7 mL.h⁻¹, tensão 10 a 40 kV, preferencialmente de 13 kV, distância entre o coletor e a agulha de 5 a 20 cm, preferencialmente 10 cm, rotação do coletor de 20 a 600 rpm, preferencialmente 400 rpm ou uso de coletor estático. Sendo o processo de produção de nanofibras por eletrofiação não dependente do uso de agulhas e bomba de injeção controlada e também não exclusivo na obtenção de nanofibras, podendo por exemplo, ser empregado a técnica de Fiação por Sopros (*Solution Blow Spinning*) para a produção de nanofibras de acetato de celulose.
- d) O tempo de eletrofiação ou de deposição da membrana de nanofibras no coletor não é fixado, sendo dependente da eletrofiação do volume total de solução polimérica empregado na seringa, por exemplo, utilizando 10 mL de solução de acetato em uma concentração de 12% de celulose à uma vazão de 0,7 mL.h⁻¹, o tempo de eletrofiação será aproximadamente de 14 horas e a massa de nanofibras depositadas será de aproximadamente de 1,2 g. A quantidade em massa (mg ou g) de nanofibras produzidas será empregada para produzir a solução de nanofibras curtas em uma concentração determinada pelo volume de solução alcóolica empregada. Por exemplo, considerando 1,2 g de nanofibras eletrofiadas dispersas em 100 mL de água/etanol, produzirá assim

uma solução de nanofibras curtas de 1,2% (12 mg.mL^{-1}).

e) Todos os procedimentos foram realizados em temperatura ambiente, na faixa de 20°C a 35°C ;

f) Após o processo de eletrofição descrito nas etapas c) e d), uma quantidade, variável em massa, podendo ser de 0,1 mg a 1000 kg, preferencialmente 1 g de nanofibras eletrofiadas foi removida do papel alumínio (empregado para a coleta da membrana de nanofibras e que recobre o coletor), pesadas em uma balança e acondicionadas em um recipiente contendo um volume, podendo ser de 0,1 mL a 1000 L, sendo preferencialmente 100 mL de solução alcoólica de água e etanol, em uma proporção, não mandatória, de 3:1 (v/v) respectivamente, podendo variar a proporção de solventes. A solução alcoólica contendo as membranas de nanofibras foram desagregadas e quebradas empregando um aparelho elétrico composto de um recipiente com uma hélice com pás cortantes no fundo, utilizado para triturar, misturar e fragmentar, sendo preferencialmente um liquidificador com velocidades ajustáveis de agitação. O tempo de agitação pode variar de 1 a 60 min, sendo preferencialmente, 10 minutos e preferencialmente, em velocidade máxima.

g) Após o processo de fragmentação das nanofibras descrito na etapa f), a solução alcoólica contendo as nanofibras curtas em uma concentração variável de 0,1% a 60% ($0,01$ a 600 mg.mL^{-1}), sendo preferencialmente 10% (100 mg.mL^{-1}) de nanofibras curtas pode ser acondicionada.

h) A concentração final da solução de nanofibras curtas

(mg/mL ou g/L) produzida e descrita na etapa f) compreende uma concentração variável de 0,1% a 60% (0,01 a 600 mg.mL⁻¹), empregando água e etanol em uma proporção variável, compreendendo de 0 a 100% em volume de água e/ou 0 a 100% em volume de etanol, sendo preferencialmente 75% em volume de água e 25% em volume de etanol.

i) A solução descrita na etapa h) pode conter nanofibras curtas variável em comprimento, a depender das variações dos processos apresentados nas etapas f) como velocidade e tempo de agitação, podendo o comprimento variar de 1 a 500 µm.

j) A solução descrita na etapa h) deve ser submetida à agitação em temperatura ambiente, variando de 20°C a 35°C.

[045] A morfologia e a microestrutura das amostras foram avaliadas por um microscópio eletrônico de varredura de campo equipado para realizar microanálise por EDS (FEI Magellan 400 L) e um microscópio confocal (Microscópio Olympus LEXT OLS 4000). As imagens obtidas por estes equipamentos comprovam a formação de nanofibras curtas contendo nanopartículas de óxido de zinco, a imagem é apresentada na Figura 5. A partir dessa imagem, comprova-se que estruturas unidimensionais com diâmetro entre 300 nm a 600 nm e comprimento variando entre 50 µm a 400 µm foram produzidas com nanopartículas de óxido de zinco.

EXEMPLOS DE APLICAÇÃO:

- EXEMPLO 1

[046] Após a produção da solução alcoólica de nanofibras

curtas, esta pode ser acondicionada em um frasco contendo um sistema de spray para aplicação das nanofibras curtas em diferentes superfícies. A Figura 1 apresenta o frasco utilizado para o borrifar as nanofibras curtas. A Figura 2 apresenta um suporte de cobre quadriculado após a aplicação das nanofibras curtas.

[047] A utilidade deste invento é proporcionar um revestimento com propriedades garantidas pelas nanopartículas de óxido de zinco à superfície aplicada, como ação antibacteriana. Como exemplo de aplicação, a Figura 6 e 7 apresentam as nanofibras aplicadas à superfície das sementes de soja e grão de bico, respectivamente. Nota-se que as nanofibras aplicadas por spray apresentaram adesão à superfície da semente. Essas nanofibras curtas aplicadas por spray podem conter compostos de interesse para a agricultura e servir de revestimento de sementes para melhorar a germinação e a produtividade das lavouras. Além disso, as nanofibras curtas podem ser aplicadas também, diretamente nas folhas de leguminosas, cana de açúcar, entre outras, de modo a atuar como um dispositivo para liberação de nutrientes foliares ou liberação de compostos bioativos com propriedades para atuar no controle de pragas como fungos e vírus.

[048] As nanofibras curtas e seu sistema de aplicação por spray ou pulverização podem ser utilizados para revestimentos de tecidos, máscaras faciais, respiradores, filtros de ar, jalecos, e/ou roupas visando as propriedades antibacterianas do óxido de zinco ou outras propriedades de interesse de acordo com os compostos ativos que serão incorporados à matriz polimérica das nanofibras.

- EXEMPLO 2

[049] Após a produção da solução alcóolica de nanofibras curtas, esta pode ser incorporada em formulações de formas farmacêuticas como pomadas e géis. Cita-se aqui neste invento, como exemplo, a formulação de um gel contendo nanofibras curtas com nanopartículas de óxido de zinco em sua formulação. Para a produção de gel, pesou-se 1,5 g de Carbopol® em papel manteiga. Em um béquer, adicionou-se 50 mL de água destilada e adicionou o 1,5 g de Carbopol® na água. Após 10 minutos de hidratação do Carbopol®, agitou-se a mistura com bastão de vidro até obter certa consistência, viscosidade e transparência. Adicionou-se 50 mL da solução alcóolica de nanofibras curtas em 50 mL do gel, homogeneizou-se e foi armazenado em embalagem específica para géis. Sugere-se a adição à formulação de óleos essenciais, como por exemplo, de lavanda ou de alecrim, vitaminas como a vitamina E ou outros compostos com propriedades de interesse, sendo que a formulação não se restringi somente a esses materiais, podendo ser incorporados outros compostos ativos, visando novas propriedades.

[050] REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

[051] Golizadeh, M., Karimi, A., Gandomi-Ravandi, S., Vossoughi, M., Khafaji, M., Joghataei, M. T., & Faghihi, F. (2019). Evaluation of cellular attachment and proliferation on different surface charged functional cellulose electrospun nanofibers. *Carbohydrate Polymers*, 207, 796-805. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.12.028>

[052] Juntadech, T., Nantasenamat, C., & Chitpong, N. (2021). Oxidized regenerated cellulose nanofiber membranes for capturing heavy metals in aqueous solutions. *Cellulose*,

28(18), 11465-11482. <https://doi.org/10.1007/s10570-021-04271-1>

[053] Nageh, H., Emam, M. H., Ali, F., Abdel Fattah, N. F., Taha, M., Amin, R., Kamoun, E. A., Loutfy, S. A., & Kasry, A. (2022). Zinc Oxide Nanoparticle-Loaded Electrospun Polyvinylidene Fluoride Nanofibers as a Potential Face Protector against Respiratory Viral Infections. *ACS Omega*, 7(17), 14887-14896. <https://doi.org/10.1021/acsomega.2c00458>

[054] Oprea, M., & Voicu, S. I. (2020). Recent advances in composites based on cellulose derivatives for biomedical applications. In *Carbohydrate Polymers* (Vol. 247). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116683>.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo de produção de nanofibras curtas a partir de nanofibras eletrofiadas **caracterizado por** compreender as etapas de:

- i) Preparar solução de acetato de celulose na concentração de 5 a 40% (m/v) de polímero em acetona e DMF, na proporção de 3:2(v/v), respectivamente;
- ii) Adicionar nanopartículas de óxido de zinco à solução de acetato de celulose, em que a quantidade de nanopartículas de óxido de zinco é equivalente a 5% da massa de acetato de celulose;
- iii) Misturar os componentes da etapa i) e ii) por até 48 horas;
- iv) Acoplar a solução obtida a uma bomba de injeção controlada;
- v) Eletrofiar a solução, em que a temperatura do procedimento está entre 20 e 35°C, a vazão está na faixa de 0,1 a 60,0 mL.h⁻¹, a tensão está na faixa de 10 a 40kV, a rotação do coletor é na faixa de 20 a 600 rpm;
- vi) Coletar as nanofibras obtidas, adicionar as nanofibras à solução alcoólica de água e etanol na proporção 3:1 e fragmentar as nanofibras obtidas presentes na solução empregando um liquidificador, para realizar o corte mecânico das nanofibras.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** fato de que, na etapa "v)", a eletrofiação compreender uma seringa em que, a distância entre o coletor e a agulha é de 5 a 20 cm.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado pelo** fato de que, na etapa "v)", alternativamente utiliza-se um coletor estático, sendo tais parâmetros dependentes e variáveis de acordo com a concentração da solução de acetato de celulose empregada na etapa i).

4. Nanofibras curtas conforme processo das reivindicações 1 a 3, **caracterizado por** possuírem comprimento compreendido entre 1 μm e 500 μm .

5. Solução de nanofibras curtas eletrofiadas conforme processo das reivindicações 1 a 3, **caracterizado por** compreender:

- 0,1 a 60% de nanofibras de acetato de celulose
- 0,0 a 100% de volume em água;
- 0,0 a 100% de volume de etanol.

6. Solução de nanofibras curtas eletrofiadas, de acordo com reivindicação 5, **caracterizado por** apresentar concentração de 75% de volume em água e 25% de volume em etanol.

7. Uso de nanofibras conforme reivindicações de 1 a 6, **caracterizado por** ser aplicado em formulações farmacêuticas, sistemas de pulverização ou formulação de sprays para revestimentos de superfícies para aplicação na área de defensivos agrícolas, filtração e farmacêutica.



Figura 1

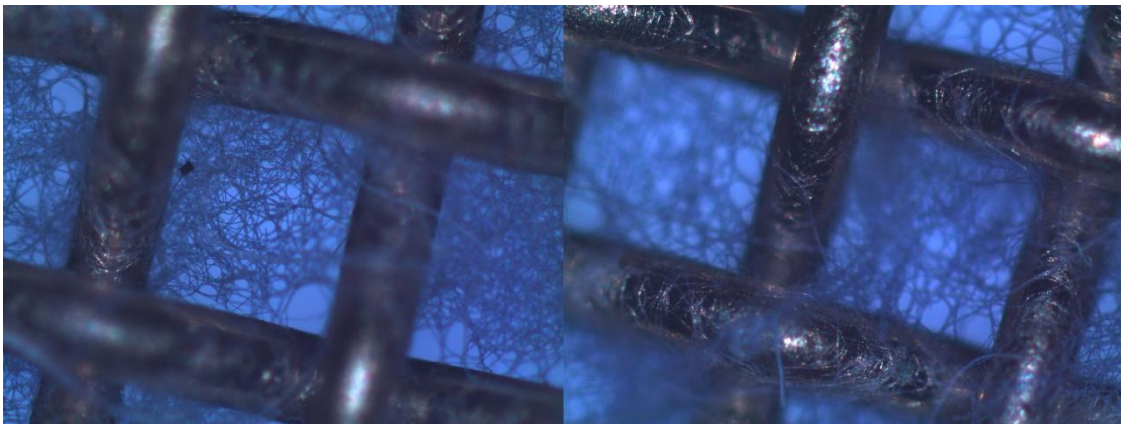


Figura 2

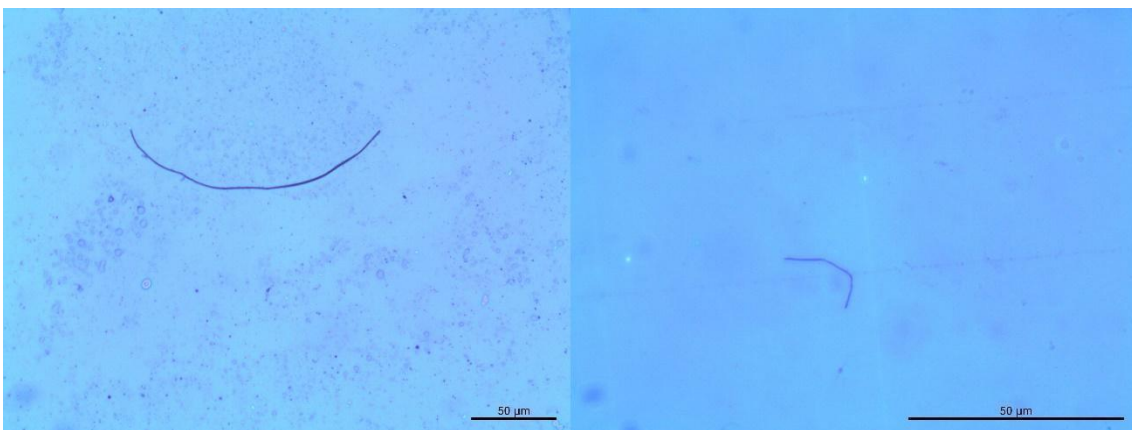


Figura 3

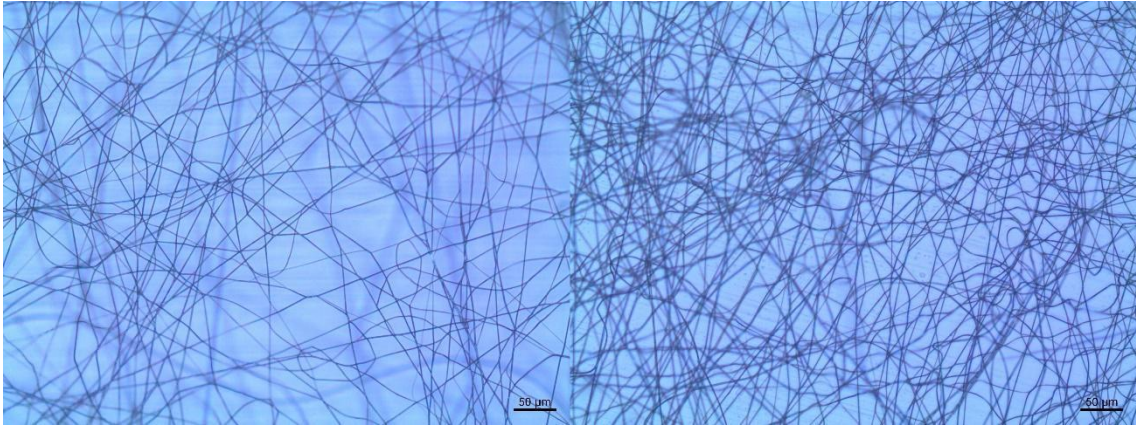


Figura 4

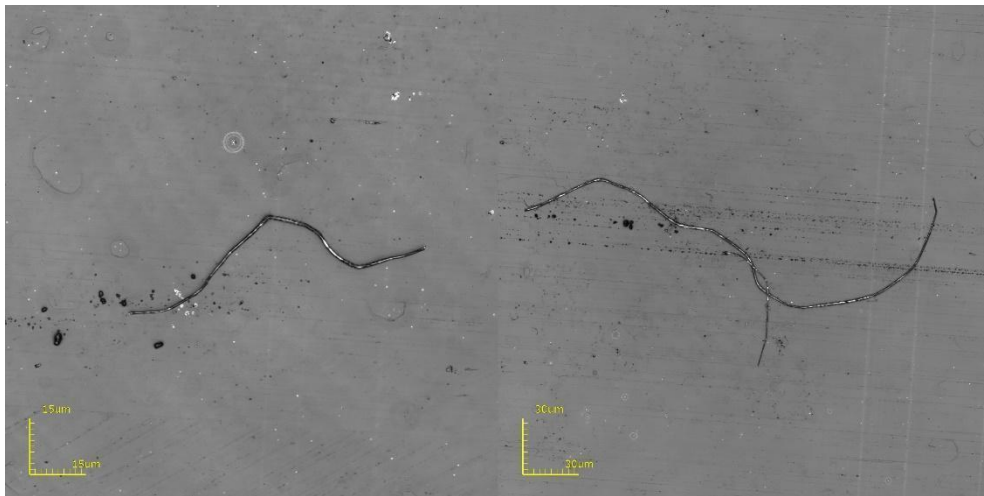


Figura 5

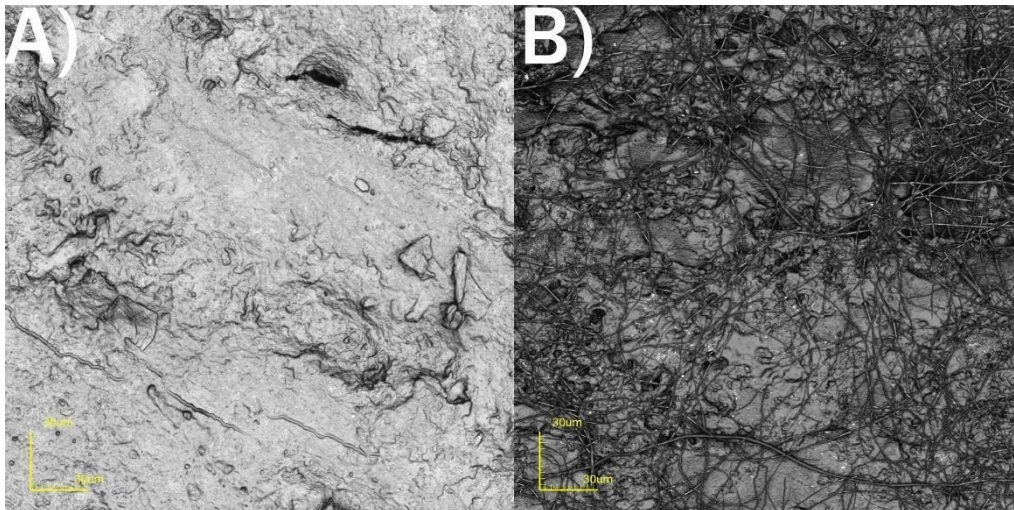


Figura 6

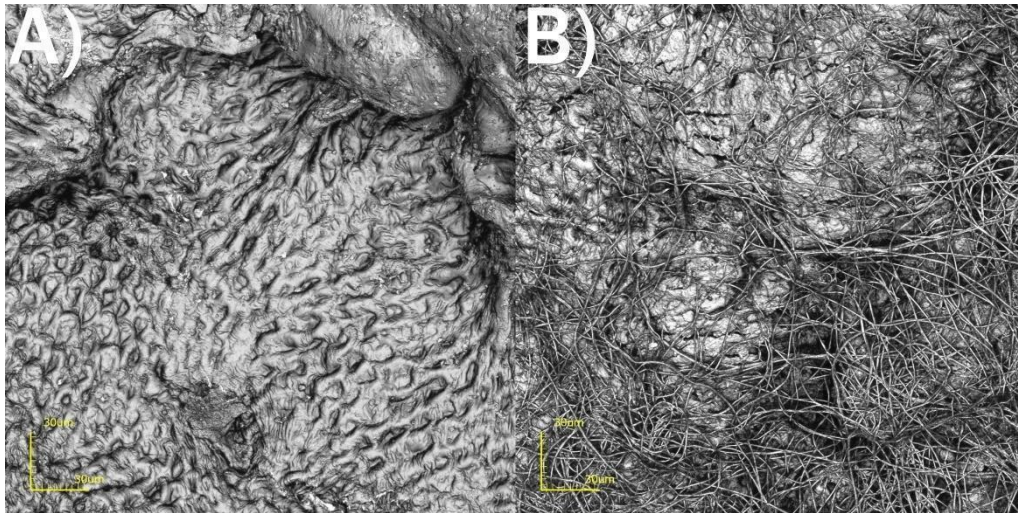


Figura 7

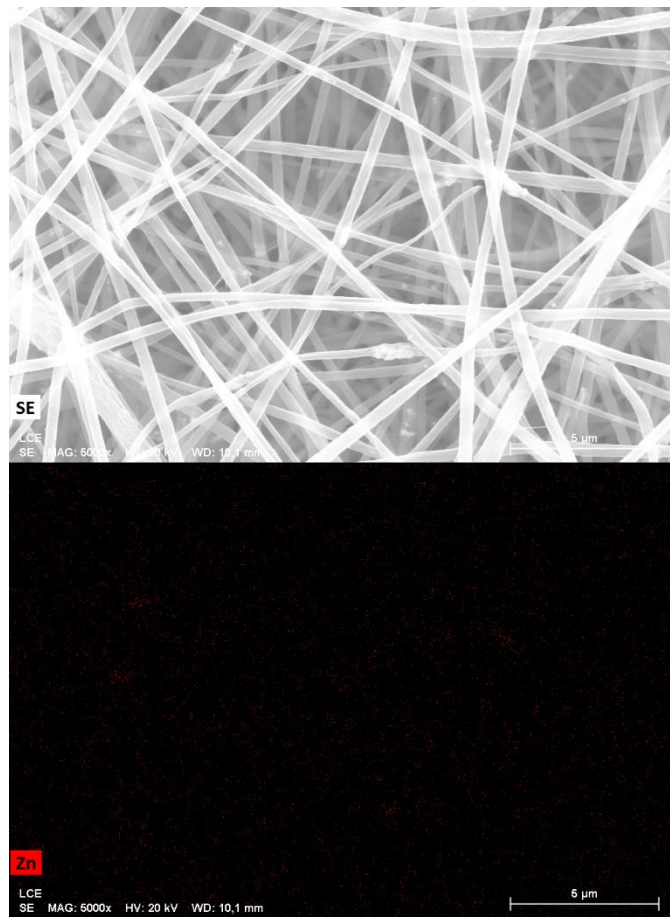


Figura 8

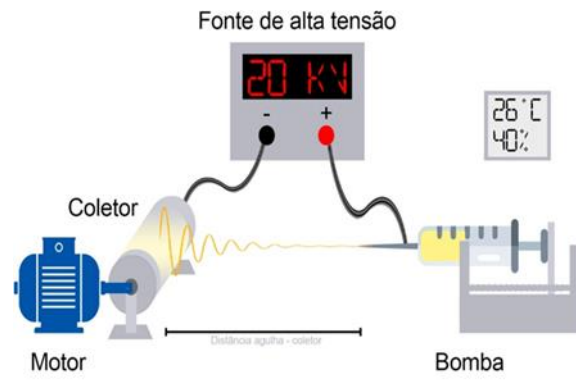


Figura 9

RESUMO**“NANOFIBRAS CURTAS, SUAS APLICAÇÕES, PROCESSO DE PRODUÇÃO DE NANOFIBRAS CURTAS, SOLUÇÃO DE NANOFIBRAS CURTAS A PARTIR DE NANOFIBRAS ELETROFIADAS”**

A presente invenção pertence ao campo da química. A presente invenção refere-se à PRODUÇÃO DE NANOFIBRAS CURTAS OU FRAGMENTOS DE NANOFIBRAS a partir de nanofibras de acetato de celulose contendo nanopartículas de óxido de zinco. A invenção refere-se também à PRODUÇÃO DE UMA SOLUÇÃO DE NANOFIBRAS CURTAS A PARTIR DE NANOFIBRAS ELETROFIADAS contendo nanopartículas empregando uma mistura de água e etanol que propicia a fragmentação das nanofibras em nanofibras curtas e que pode ser aplicada por pulverização para recobrimento de diferentes superfícies, como sementes, curativos, tecidos tais como em jalecos, máscaras, respiradores, filtros de ar, roupas de atletas, entre outras. Além disso, estende-se sua aplicação em diferentes campos, como a utilização das nanofibras curtas como um reservatório de fármacos e/ou compostos bioativos para sua liberação controlada ou incorporação das nanofibras curtas em formas farmacêuticas, como pomadas e géis, para aplicação tópica.

Nº do documento

2023GR800005

Data

17/01/2023

Descrição

GUIA DE RECOLHIMENTO DA UNIÃO (GRU)

Fase

PAGAMENTO

Tipo de documento

NÃO SE APLICA

Valor do documento

R\$ 70,00

Observação do documento

PAGAMENTO DO BOLETO Nº 29409161960099441 - INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL - CONFORME SOLICITADO NO OFICIO NR. 06/2023/AIN DE 05/01/2023 - PROC: 23112.000280/2023-99.

DADOS DO FAVORECIDO**CPF/CNPJ/Outros**

183038

Nome

INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

DADOS DO ÓRGÃO PAGADOR**Órgão Superior****26000**

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO

Órgão / Entidade Vinculada**26280**FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE
FEDERAL DE SÃO CARLOS**Unidade Gestora****154049**FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE
FEDERAL DE SÃO CARLOS**Gestão****15266**FUNDAÇÃO UNIVERSIDADE
FEDERAL DE SÃO CARLOS**DETALHAMENTO DO DOCUMENTO****Processo**

23112.000280/2023

Relação de Empenhos Pagos pelo Documento

EMPENHO	SUBITEM	PAGO	INSCRITO EM RESTOS A PAGAR	RESTOS A PAGAR CANCELADOS	RESTOS A PAGAR PAGOS
2022NE000080	MARCAS, PATENTES E DIREITOS AUTORAIS	0,00	0,00	0,00	70,00



ANTERIOR

PRÓXIMA



Exibir 15 resultados

DOCUMENTOS RELACIONADOS

BANCOS DESTINATÁRIOS

FATURAS PAGAS

PRECATÓRIOS PAGOS