



OTIMIZAÇÃO DA TÉCNICA DE ELETROFIAÇÃO APLICADA À FILTRAÇÃO DE SARS-COV-2 SIMULADO USANDO MEIOS FILTRANTES BIODEGRADÁVEIS

GUSTAVO C. MATA^{1*}, MARIA S. MORAIS², WANDERLEY P. OLIVEIRA², MÔNICA L. AGUIAR¹

¹Universidade Federal de São Carlos, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química
Laboratório de Controle Ambiental

²Universidade de São Paulo, Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto
Laboratório de P&D em Processos Farmacêuticos
*gugs_cardoso@ufsj.edu.br

RESUMO – A principal forma de contenção em surtos e pandemias é o uso de máscaras, como as cirúrgicas, mais acessíveis à população. Porém esses materiais são polímeros descartáveis, ajudando a poluir o meio ambiente. Este estudo usa polímeros como a quitosana (CS) e o álcool polivinílico (PVA) como uma alternativa biodegradável de meio filtrante. Foram testadas diferentes condições de produção de meios filtrantes pela técnica de eletrofiação usando soluções de PVA e CS e testando sua eficiência de filtração. Esses materiais foram avaliados sobre a metodologia de superfície de resposta, visando otimizar a eficiência de coleta e outros parâmetros de filtração. O material não só se mostrou promissor como foi capaz de ser mais eficiente que a máscara cirúrgica que serviu de base para este estudo.

INTRODUÇÃO

Entre os principais motivos para o espalhamento da pandemia de COVID-19 foi a alta transmissibilidade do SARS-CoV-2 (Morawska & Cao, 2020), gerando a expectativa de que pandemias surjam com maior frequência.

A primeira linha de defesa contra a disseminação de vírus de disseminação aérea é o uso de máscaras (Ippolito *et al.*, 2020). Entretanto, máscaras de tecido e máscaras cirúrgica têm suas limitações (Aydin *et al.*, 2020), sendo as N95 e FFP2 as mais eficientes contra o SARS-CoV-2 (Cheng *et al.*, 2021).

Máscaras cirúrgicas têm uma alta variedade de eficiência de filtração (Morais *et al.*, 2021), diminuindo sua confiabilidade. Sendo os vírus menores que PM_{2.5} ou mesmo PM_{0.1}, a proteção de máscaras cirúrgicas precisa de ser efetiva contra bioaerossóis em

escala nanométrica. Alguns vírus são capazes de se aderir a partículas pequenas ou às gotículas, e tendo estas suficiente momento, são capazes de ultrapassar os poros dos tecidos como projéteis carregados pelo fluxo de ar (Aydin *et al.*, 2020).

Este estudo tem a intenção de avaliar a eficiência de filtração de nanopartículas de cloreto de sódio como simulação de vírus de SARS-CoV-2 e outros bioaerossóis em escala nanométrica. Como substitutos para os meios filtrantes convencionais usados em máscaras cirúrgicas, propõe-se o uso de matrizes poliméricas eletrofiadas de álcool polivinílico (PVA) e quitosana (CS). O meio filtrante foi funcionalizado com óleo essencial de *Lippia sidoides* para ação biocida e avaliadas as variações nos parâmetros de eletrofiação do material.

METODOLOGIA

Solução precursora & Eletrospinning

PVA e CS foram dissolvidos em ácido acético 70%, sendo 6,0 e 1,0% em massa, respectivamente. O óleo de *Lippia sidoides* foi adicionado em 5% do teor de sólidos total. Baldim e colaboradores (2022) descrevem a obtenção e a caracterização do óleo utilizado. A eletrofiação da mesma solução variou os parâmetros de tensão do campo elétrico (20 a 25 kV), taxa de infusão (0,5 a 1,0 mL.h⁻¹) e o tempo de eletrofiação (30 a 60 min). As amostras resultantes estão descritas na Tabela 1.

Tabela 1: Parâmetros utilizados na construção do CCD rotacionável (variância constante no mesmo raio dentro do modelo) com $\alpha = 1,68$.

Amostra	Campo Elétrico (kV)	Taxa de Infusão (mL/h)	Tempo (min)
OE 1	20,00	0,50	30,00
OE 2	25,00	0,50	30,00
OE 3	20,00	1,00	30,00
OE 4	25,00	1,00	30,00
OE 5	20,00	0,50	60,00
OE 6	25,00	0,50	60,00
OE 7	20,00	1,00	60,00
OE 8	25,00	1,00	60,00
OE 9	18,29	0,75	45,00
OE 10	26,70	0,75	45,00
OE 11	22,50	0,33	45,00
OE 12	22,50	1,17	45,00
OE 13	22,50	0,75	19,77
OE 14	22,50	0,75	70,23
OE 15	22,50	0,75	45,00
OE 16	22,50	0,75	45,00
OE 17	22,50	0,75	45,00
OE 18	22,50	0,75	45,00
OE 19	22,50	0,75	45,00
OE 20	22,50	0,75	45,00

As fibras foram produzidas sobre a camada externa de máscaras cirúrgicas

comerciais de três camadas. Depois de eletrofiadas, as fibras foram recobertas com outra camada externa, simulando uma máscara cirúrgica. A ideia central é construir um material similar às máscaras originais e compara a eficiência delas entre si.

Eficiência de Filtração

A eficiência de filtração, os fatores de qualidade e as permeabilidades do material foram testados no módulo disponível no Laboratório de Controle Ambiental do Departamento de Engenharia Química da Universidade Federal de São Carlos (DEQ/UFSCar). O módulo descrito na Figura 1 consiste em um compressor de ar, um filtro de ar para purificação, um gerador de nanopartículas, um secador por difusão, um neutralizador de criptônio e amerício um suporte para os filtros a serem testados. Acoplado ao aparato mencionado, tem-se um classificador eletrostático, um SMPS (*Scanning Mobility Particle Sizer spectrometer*), e um contador de partículas (de Barros, 2014).

Os estudos de permeabilidade foram feitos com a passagem de ar limpo, com velocidade superficial (v_s) de 0,1 a 2,0 L.h⁻¹ com vinte medições da queda de pressão. A partir da equação de Darcy (Equação 1) é possível obter a constante de permeabilidade (k_1).

$$\frac{\Delta P}{L} = \frac{\mu}{k_1} v_s \quad (1)$$

A técnica de mobilidade de partículas elétricas foi usada para obter a eficiência de filtração dos filtros (η). Este método calcula a diferença entre o número de partículas projetadas contra o filtro e aquelas que forem capazes de atravessá-lo (Bortolassi *et al.*, 2017). Para a simulação do novo coronavírus (SARS-CoV-2), foi utilizado nanopartículas de cloreto de sódio (Leung & Sun, 2020) a uma velocidade superficial de 1,5 L.h⁻¹. A Equação 2 demonstra o cálculo.

$$\eta = \frac{C_0 - C_f}{C_0} \cdot 100 \quad (2)$$

onde C_0 e C_f são a concentração de nanopartículas antes e depois do meio filtrante, respectivamente.

O fator de de qualidade (Q_F), por sua vez, mede a performance geral do meio filtrante, e posse ser avaliada pela Equação 3.

$$Q_f = \frac{-\ln(1-\eta)}{\Delta P} \quad (2)$$

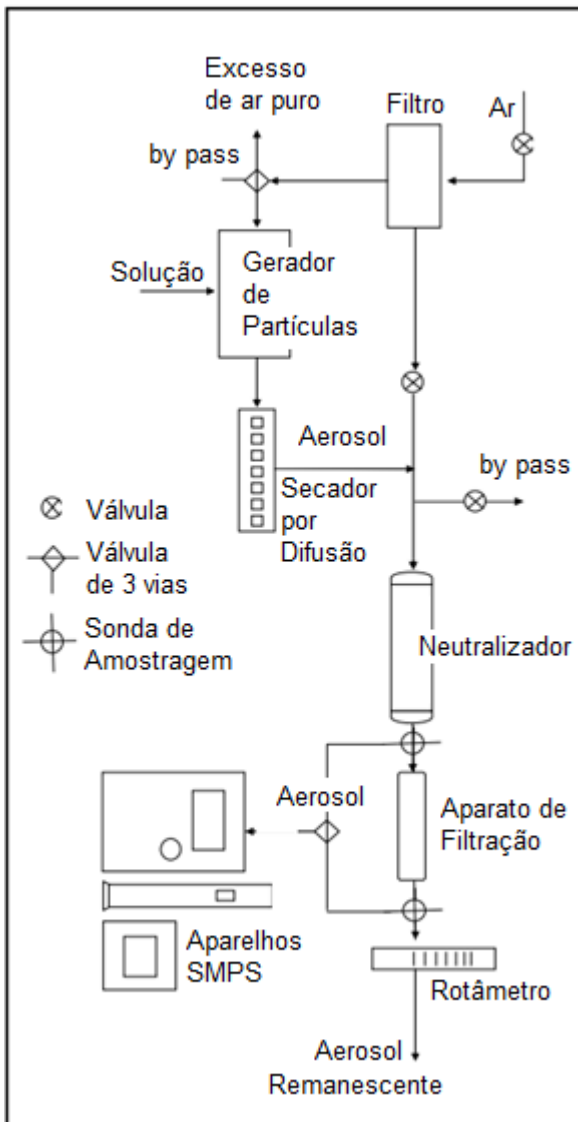


Figura 1: Aparato experimental para avaliação de filtros do Laobratório de Controle Ambiental (DEQ/UFSCar).

Metodologia de Superfície de Resposta

Um Design de Compósito Central (CCD) é um típico planejamento fatorial fracionado usado na metodologia de superfície de resposta, como mostrado na Figura 2. Este tipo de planejamento expande os pontos centrais para pontos externos ao modelo, chamados pontos axiais ou estrela (Bhattacharya, 2021). O CCD é mais preciso e nele não se faz necessária a construção de experimentos fatoriais de três níveis para gerar um modelo quadrático de segunda ordem (Granato & Alves, 2014).

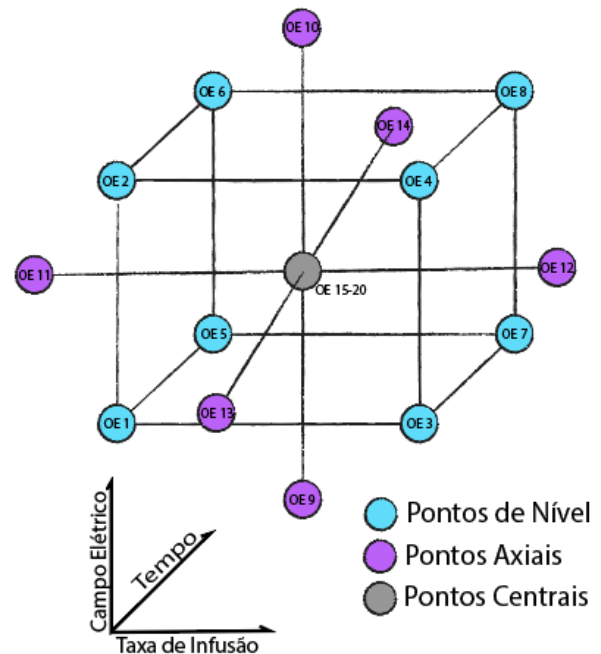


Figura 2: Modelo de CCD 2^3 (três fatores com dois níveis cada) utilizado neste estudo de Superfície de Resposta.

Neste estudo foi utilizado três fatores (os eixos para cada dimensão do CCD cúbico), sendo o campo elétrico (kV), a taxa de infusão (mL.h^{-1}) e o tempo (min), com dois níveis para cada dimensão e seis repetições nos pontos centrais.

As respostas analisadas foram a eficiência global de filtração (η), a constante de permeabilidade dos gases (k_1) na lei de Darcy para a queda de pressão e o fator de qualidade final dos meios filtrantes (Q_F). Um modelo 2^3

em CCD (Modelo de compósito central) foi construído e analisado com Minitab® e o tratamento e regressão de dados foi feito utilizando-se o OriginPro® e Excel®.

RESULTADOS & DISCUSSÃO

Performance de Filtração

Os resultados obtidos neste estudo para a filtração estão dispostos na Tabela 2.

Tabela 2: Amostras produzidas por eletrofiliação com os parâmetros utilizados no CCD. A queda de pressão ΔP foi avaliada a $4,8 \text{ cm.s}^{-1}$.

Sample	$K_1 \cdot 10^{-12}$ (m^2)	η (%)	ΔP (Pa)	Q_F (Pa^{-1})
Mask	811	67,80	32,2	0,035
OE 1	17,8	94,10	122,9	0,023
OE 2	7,71	82,64	171,8	0,010
OE 3	68,8	70,93	33,1	0,046
OE 4	11,5	89,05	117,0	0,022
OE 5	26,4	88,80	107,5	0,020
OE 6	7,14	85,67	394,7	0,005
OE 7	14,3	98,40	253,0	0,016
OE 8	1,59	99,99	1793,3	0,006
OE 9	8,78	94,45	70,2	0,041
OE 10	3,96	99,65	559,3	0,010
OE 11	25,9	94,68	158,0	0,018
OE 12	3,76	99,90	398,4	0,017
OE 13	22,5	97,65	102,1	0,037
OE 14	5,18	99,51	419,2	0,013
OE 15	9,88	98,66	332,7	0,013
OE 16	6,71	99,60	333,0	0,017
OE 17	5,16	99,88	317,6	0,021
OE 18	4,02	99,90	312,5	0,022
OE 19	7,18	97,66	210,2	0,018
OE 20	7,52	99,62	267,1	0,021

Para velocidades próximas a deste estudo (5 cm.s^{-1}), um fator de qualidade próximo de $0,02 \text{ Pa}^{-1}$ é considerado satisfatório (Leung *et al.*, 2010), enquanto a análise teórica espera fatores de qualidade abaixo de $0,01 \text{ Pa}^{-1}$

para fibras de $1 \mu\text{m}$ de tamanho médio (Bucher *et al.*, 2013). Usando nanofibras de poliacrilonitrila (PAN), Bortolassi e colaboradores (2019) obtiveram fatores de qualidade entre 0,04 e 0,06, e Bonfim e colaboradores (2021) obtiveram uma faixa entre 0,02 e 3,5 usando amostra de diferentes concentrações de tereftalato de polietileno (PET) reciclado de garrafas plásticas.

As Figuras 3 e 4 expõem os dados obtidos nos experimentos de filtração deste estudo.

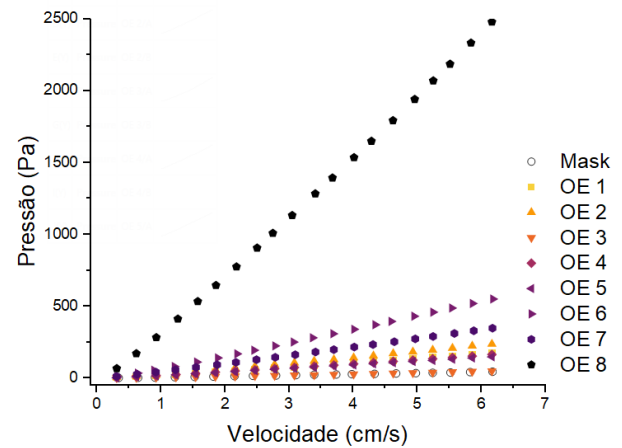


Figura 3: Queda de pressão pela velocidade de filtração para os pontos de nível do CCD e para a máscara cirúrgica (mask).

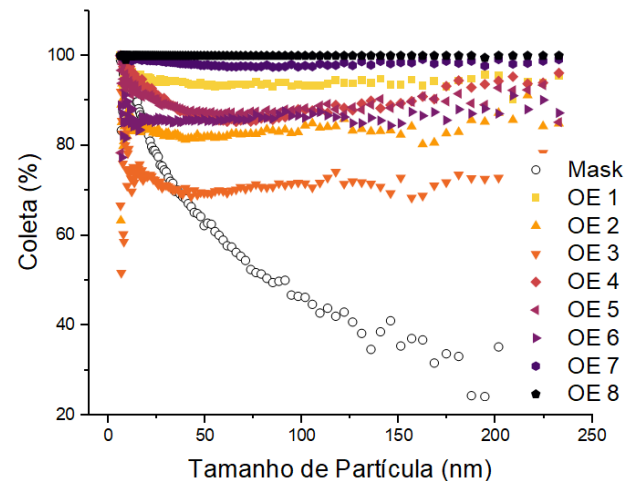


Figura 4: Curvas de eficiência fracionada para os pontos de nível do CCD e para a máscara cirúrgica (mask). O diâmetro de distribuição de partícula variou de 7 a 250 nm, avaliado para velocidade de filtração de $4,8 \text{ cm.s}^{-1}$.

A queda nas curvas de eficiência de filtração (Figura 4), especialmente na máscara cirúrgica, se deve pela MPPS (*most penetrating particle size*). Partículas menores que o diâmetro de MPPS são dominadas pelo mecanismo de difusão browniano, enquanto partículas maiores os mecanismos de interceptação têm mais influência *et al.*, 2015; Kravstov *et al.*, 2000; Lv *et al.*, 2018).

Partículas entre 100 e 250 nm são grandes o suficiente para sobrepor as forças difusivas, porém ainda muito pequenas para a coleta por impactação (Bortolassi *et al.*, 2019; Zhu *et al.*, 2017), portanto a eficiência de coleta tende a ser menos efetiva nesta faixa de tamanho de partículas. Partículas nanométricas (menores que 100 nm) podem facilmente atravessar os poros da matriz polimérica. Os efeitos de coleta predominantes são o de difusão Browniana e a atração eletrostática, quando partículas se aderem à superfície de fibras carregadas, atraídas pelo seu campo elétrico (Konda *et al.*, 2020). As fibras com menor queda de pressão foram também as menos eficientes, enquanto as mais eficientes tiveram o custo de alta queda de pressão.

Metodologia de Superfície de Resposta

As curvas de nível obtidas pelo gráfico de superfície de resposta, estão expostas nas Figuras 5, 6 e 7.

Para as curvas de nível de k_1 é possível observar a influência de cada fator nas respostas. A interação binária entre a Taxa de Infusão, Campo Elétrico e Tempo mostra que o aumento desses fatores tende a diminuir a permeabilidade do material. Os dados são condizentes uma vez que uma alta Taxa de Infusão significa mais material sendo liberado pela agulha durante o processo de eletrofiliação e, conseqüentemente, mais material está sendo dragado pelo campo elétrico em direção ao coletor. A fibra resultante será mais densa, menos porosa e como resultado terá sua permeabilidade reduzida.

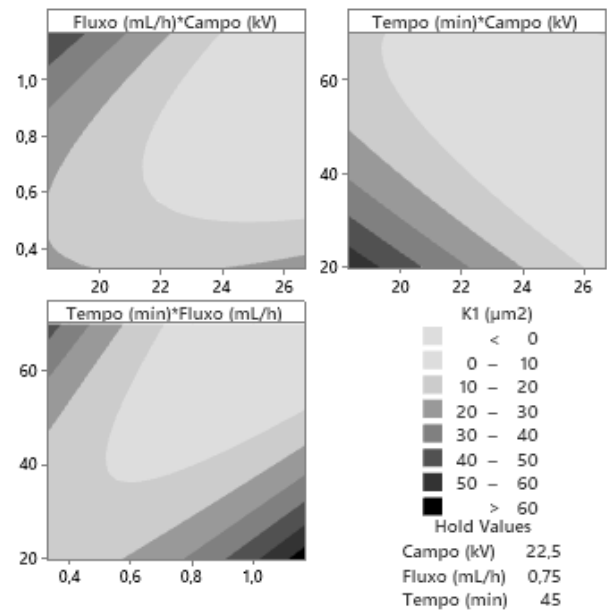


Figura 5: Curvas de nível construída para a superfície de resposta, analisando a Constante de Permeabilidade (k_1) dos filtros estudados.

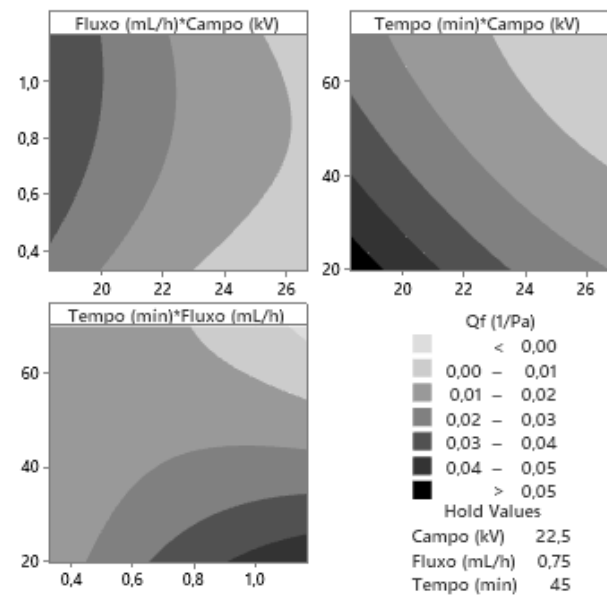


Figura 6: Curvas de nível construída para a superfície de resposta, analisando o Fator de Qualidade (Q_F) dos filtros estudados.

Uma zona ótima foi encontrada para a eficiência de coleta para as curvas de Tempo e Campo Elétrico. Um tempo de eletrofiliação entre 50 e 60 min e um campo elétrico próximo de 23 kV parece promover uma melhor filtração. Altas Taxas de Infusão seguem a mesma tendência, já que diminuem a permeabilidade. A sobreposição das diferentes curvas de nível é capaz de otimizar a filtração

com adequada permeabilidade, afim de se melhorar as propriedades do simulacro de máscara cirúrgica.

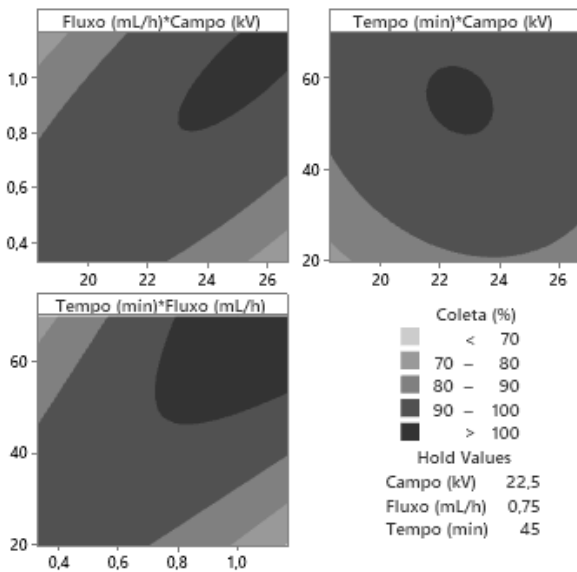


Figura 7: Curvas de nível construída para a superfície de resposta, analisando a Eficiência de Coleta (η) dos filtros estudados.

CONCLUSÃO

O processo de produção de filtros de CS e PVA se mostrou eficiente durante a coleta e em alguns casos, apresentou fatores de qualidade superior ao da máscara cirúrgica comercial. As vantagens se apresentam principalmente pelo caráter natural e renovável, sendo tanto o PVA quanto a CS, materiais biodegradáveis. Ainda há uma série de estudo para tornar viável o uso das fibras eletrofiadas em máscaras, mas este estudo se mostrou promissor principalmente pela produção de meios filtrantes eficiente e de caráter ecológico, uma deficiência do mercado atual.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES Processo N° 88887.505019/2020-00). Agradecemos também o apoio financeiro do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq – Processo N° 424792/2018-4) e a Fundação de Amparo a Pesquisa de São Paulo (FAPESP – Processo N° 2018/26069-0).

REFERÊNCIAS

- AYDIN, O., EMON, B., CHENG, S., HONG, L., CHAMORRO, L.P., SAIF, M.T.A., (2020), Performance of fabrics for home-made masks against the spread of COVID-19 through droplets: A quantitative mechanistic study. *Extreme Mechanics Letters* 40, 100924.
- BALDIM, I., PAZIANI, M.H., GRIZANTE BARIÃO, P.H., KRESS, M.R. VON Z., OLIVEIRA, W.P., (2022), Nanostructured Lipid Carriers Loaded with Lippia sidoides Essential Oil as a Strategy to Combat the Multidrug-Resistant *Candida auris*. *Pharmaceutics* 14, 180.
- BHATTACHARYA, S., (2021), Central Composite Design for Response Surface Methodology and Its Application in Pharmacy, Response Surface Methodology in Engineering Science. IntechOpen.
- BONFIM, D.P.F., CRUZ, F.G.S., BRETAS, R.E.S., GUERRA, V.G., AGUIAR, M.L., (2021), A Sustainable Recycling Alternative: Electrospun PET-Membranes for Air Nanofiltration. *Polymers* 13, 1166.
- BORTOLASSI, A.C.C., GUERRA, V.G., AGUIAR, M.L., (2017), Characterization and evaluate the efficiency of different filter media in removing nanoparticles. *Separation and Purification Technology* 175, 79–86.
- BORTOLASSI, A.C.C., NAGARAJAN, S., DE ARAÚJO LIMA, B., GUERRA, V.G., AGUIAR, M.L., HUON, V., SOUSSAN, L., CORNU, D., MIELE, P., BECHELANY, M., (2019), Efficient nanoparticles removal and bactericidal action of electrospun nanofibers membranes for air filtration. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl* 102, 718–729.
- BUCHER, T.M., TAFRESHI, H.V., TEPPER, G.C., (2013), Modeling performance of thin fibrous coatings with orthogonally layered nanofibers for improved aerosol filtration. *Powder Technology* 249, 43–53.

- CHENG, Y., MA, N., WITT, C., RAPP, S., WILD, P.S., ANDREAE, M.O., PÖSCHL, U., SU, H., (2021), Face masks effectively limit the probability of SARS-CoV-2 transmission. *Science* 372, 1439–1443.
- DE BARROS, P.M., RODRIGUES CIRQUEIRA, S.S., AGUIAR, M.L., (2014), Evaluation of the Deposition of Nanoparticles in Fibrous Filter. *Materials Science Forum* 802, 174–179.
- GRANATO, D., ARES, G., (2014), *Mathematical and Statistical Methods in Food Science and Technology*. John Wiley & Sons.
- IPPOLITO, M., VITALE, F., ACCURSO, G., IOZZO, P., GREGORETTI, C., GIARRATANO, A., CORTEGIANI, A., (2020), Medical masks and Respirators for the Protection of Healthcare Workers from SARS-CoV-2 and other viruses. *Pulmonology* 26, 204–212.
- KONDA, A., PRAKASH, A., MOSS, G.A., SCHMOLDT, M., GRANT, G.D., GUHA, S., (2020), Aerosol Filtration Efficiency of Common Fabrics Used in Respiratory Cloth Masks. *ACS Nano* 14, 6339–6347.
- KRAVTSOV, A., BRNIG, H., ZHANDAROV, S., BEYREUTHER, R., (2000), The electret effect in polypropylene fibers treated in a corona discharge.
- LEUNG, W.W.-F., HUNG, C.-H., YUEN, P.-T., (2010), Effect of face velocity, nanofiber packing density and thickness on filtration performance of filters with nanofibers coated on a substrate. *Separation and Purification Technology* 71, 30–37.
- LEUNG, W.W.F., SUN, Q., (2020), Electrostatic charged nanofiber filter for filtering airborne novel coronavirus (COVID-19) and nano-aerosols. *Separation and Purification Technology* 250, 116886.
- LV, D., ZHU, M., JIANG, Z., JIANG, S., ZHANG, Q., XIONG, R., HUANG, C., (2018), Green Electrospun Nanofibers and Their Application in Air Filtration. *Macromolecular Materials and Engineering* 303, 1800336.
- MORAIS, F.G., SAKANO, V.K., LIMA, L.N. DE, FRANCO, M.A., REIS, D.C., ZANCHETTA, L.M., JORGE, F., LANDULFO, E., CATALANI, L.H., BARBOSA, H.M.J., JOHN, V.M., ARTAXO, P., (2021), Filtration efficiency of a large set of COVID-19 face masks commonly used in Brazil. *Aerosol Science and Technology* 0, 1–21.
- MORAWSKA, L., CAO, J., (2020), Airborne transmission of SARS-CoV-2: The world should face the reality. *Environment International* 139, 105730.
- ZHU, M., HAN, J., WANG, F., SHAO, W., XIONG, R., ZHANG, Q., PAN, H., YANG, Y., SAMAL, S.K., ZHANG, F., HUANG, C., (2017), Electrospun Nanofibers Membranes for Effective Air Filtration. *Macromolecular Materials and Engineering* 302, 1600353.