



UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA
INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS E NATURAIS DO PONTAL



CURSO DE GRADUAÇÃO EM QUÍMICA

Rua Vinte, 1600 Bairro Tupã CEP 38304-402, Ituiutaba-MG

JOÃO VICTOR DO NASCIMENTO SILVA

**ESTUDO DA VAZÃO DE UM SISTEMA MICROFLUÍDICO COM DETECÇÃO
AMPEROMÉTRICA: INFLUÊNCIA DOS FIOS TÊXTEIS**

ITUIUTABA

2022

JOÃO VICTOR DO NASCIMENTO SILVA

**ESTUDO DA VAZÃO DE UM SISTEMA MICROFLUÍDICO COM DETECÇÃO
AMPEROMÉTRICA: INFLUÊNCIA DOS FIOS TÊXTEIS**

Monografia de conclusão de Curso
apresentada à Comissão avaliadora como
parte das exigências do Curso de
Graduação em Química: Bacharelado do
Instituto de Ciências Exatas e Naturais do
Pontal da Universidade Federal de
Uberlândia.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a. Regina Massako
Takeuchi

ITUIUTABA

2022

JOÃO VICTOR DO NASCIMENTO SILVA

**ESTUDO DA VAZÃO DE UM SISTEMA MICROFLUÍDICO COM DETECÇÃO
AMPEROMÉTRICA: INFLUÊNCIA DOS FIOS TÊXTEIS**

Monografia de conclusão de Curso apresentada à Comissão Avaliadora como parte das exigências do Curso de Graduação em Química: Bacharelado Integral do Instituto de Ciências Exatas e Naturais do Pontal da Universidade Federal de Uberlândia.

DATA DA APROVAÇÃO

COMISSÃO AVALIADORA:

Prof. Dr. Anizio Marcio de Faria

Dr. Luiz André Juvêncio Silva

Prof^ª. Dr^ª. Regina Massako Takeuchi

DEDICATÓRIA

Dedico esse trabalho a minha família, aos meus avós (Mariana e João Timbeira) e ao seu Mané.

Também não poderia deixar de dedicar em especial a três grandes mulheres: Sebastiana, Maria Quitéria e minha mãe Silvia.

AGRADECIMENTOS

Inicialmente, eu agradeço a Deus por ter chegado até aqui, e por ter colocado pessoas em meu caminho que me ajudassem a trilhar a minha graduação, sem dúvidas Ele foi um dos meus portos seguros.

Aos meus familiares que sempre torceram para o meu sucesso e se esforçaram ao máximo para que eu estudasse mesmo longe de casa. Em especial meus pais, Silvia e Marcel, meus irmãos, Gabriel e Emanuelle, e minha tia Rosana que acompanharam de perto toda minha trajetória e sempre torceram pelas minhas conquistas. Não tenho palavras para expressar minha gratidão por vocês!!!

Às minhas primas, Beatriz e Victoria, que são minhas irmãs de coração, que mesmo estando longe sempre me apoiaram e estiverem comigo em todos os momentos, até nos difíceis trazendo mensagem de carinho e apoio. Amo muito vocês e saibam que vocês tiveram um papel fundamental em minha graduação.

Às minhas amigas de Rio Preto, Gabrielle, Ana Eliza, Amanda, Jennifer e Mariana por todos os momentos vividos, palavras de carinho e apoio durante toda a minha graduação.

Aos meus tios e tias Marcelo, Mauricio, Kelly e Rose pelo suporte em alguns momentos, sou eternamente grato a vocês. E ao meu padrinho e madrinha Silvio e Maria José que em momentos que precisei nunca me negaram ajuda, o meu muito obrigado para vocês.

Aos meus orientadores, Regina e André, que tiveram todo o cuidado de transmitir todo o conhecimento adquiridos por eles, além de me acolherem com muito carinho no grupo de pesquisa e deixar a minha admiração a esses dois pesquisadores e professores excelentes.

Ao grupo de pesquisa GPMEL: Diele, Vinicius, Vitória, Dayane e Carem. Um agradecimento especial para minha irmã científica Leticia pela paciência em me ensinar e me ajudar que em todos os momentos que precisei durante as minhas idas ao laboratório, ao Giovane também que me emprestou seu celular para que tirasse as fotos da pesquisa e realizasse os experimentos *haha*. E a Aninha que no decorrer da minha graduação sempre me ajudou.

Aos meus amigos de graduação: Ana Maria, Maycon, Mirela, Ellen, Larissa e Leonardo. E em especial minha amiga Evelyn que praticamente foi a minha dupla em todas as matérias possíveis, por toda paciência e cuidado de me explicar os conteúdos das provas que tive dificuldade e agradecer Deus por ter nos feitos amigos e dizer que não te troco por ninguém!!

À minha amiga Gabriela que cursou comigo todo o ensino médio, e que porventura decidimos vir juntos fazer faculdade na UFU-Pontal, te agradeço por todos os momentos,

parcerias, cumplicidades. E a Sofia que esteve comigo desde o início da graduação, presente em todos os momentos. Amo muito vocês.

Às minhas amigas que conheci ao final da graduação: Sara, Jady e em especial a Carol que apesar do pouco tempo de amizade, sempre está do meu lado em todos os momentos.

Aos meus queridíssimos amigos e moradores da mesma casa Matheus e Tulio por todos os momentos, festas, series assistidas juntos na sala e por toda parceria e carinho que vocês tiveram comigo quando mudei para essa casa, sem dúvidas vocês são uma das melhores coisas que 2022 me trouxe.

Agradeço também aos membros da banca examinadora Prof. Dr. Anizio e ao Dr. Luiz André. Obrigado por terem aceitado esse convite e contribuir com o conhecimento de vocês para o enriquecimento desse trabalho

A todos os professores e colegas de laboratório do CT-Infra III (Allyson, Mayara, Marcos, Poliana, Laís). E ao CNPq pela bolsa de iniciação científica concedida.

Por fim, ao ICENP/UFU pela estrutura concedida e a todos que indiretamente ou diretamente contribuíram para minha conclusão da graduação na UFU. O meu muitíssimo obrigado a todos!!!

EPÍGRAFE

“Sete vezes eu caí, Sete vezes eu levantei, Sete vezes fui erguido pelas mãos de dois grandes reis e venci.”

Sr. Tranca e Sr. sete

RESUMO

Dispositivos analíticos microfluídicos baseados em fios têxteis têm recebido bastante atenção nos últimos anos, pois combinam baixo custo e simplicidade de fabricação com baixo consumo de reagentes e de amostras e culminam em uma de pequena quantidade de resíduos. Nestes dispositivos, os fluidos são transportados passivamente pelos fios têxteis por ação capilar devido a presença de microcanais formados pelos espaços vazios entre as fibras dos fios têxteis. Assim, dispositivos analíticos microfluídicos baseados em fios têxteis não requerem bombas propulsoras de fluidos, tornando a montagem mais simples e barata. Apesar de promissores, ainda existem alguns desafios relacionados ao planejamento e fabricação de dispositivos analíticos microfluídicos baseados em fios têxteis. Dentre estes desafios destacam-se a obtenção de vazões altas e constantes por longos períodos e o entendimento dos mecanismos de transporte dos fluidos em diferentes fios têxteis. Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi estudar o transporte de soluções aquosas em diferentes fios têxteis por meio de medidas de vazão de soluções aquosas de um corante alimentício. Os fios estudados foram: fios de barbante de algodão cru utilizado para artesanato, fios de poliéster e fio de gaze, os quais foram submetidos a diferentes pré-tratamentos envolvendo a lavagem com água ultrapura e com solução de carbonato de sódio. Os fios têxteis que apresentaram as melhores propriedades de transporte de fluidos foram inseridos em um sistema microfluídico com detecção amperométrica previamente desenvolvido em nosso grupo de pesquisa. A resposta amperométrica para o íon ferrocianeto foi avaliada para os diferentes fios têxteis. Os resultados obtidos mostraram que, independentemente do pré-tratamento utilizado, os fios de poliéster forneceram as maiores vazões, porém, com baixa repetitividade. Para os fios de gaze, observou-se que todos os pré-tratamentos usados diminuíram a vazão em relação à obtida com o fio não tratado. Para os fios de barbante de algodão cru, foi observado que o tratamento com água ultrapura foi o mais adequado para fornecer uma vazão suficientemente alta e repetitiva. O fio de barbante não tratado não foi capaz de transportar as soluções aquosas enquanto o tratado com solução de carbonato de sódio apresentou menores vazões. Os estudos amperométricos mostraram que o fio de barbante de algodão cru tratado com água foi que apresentou as maiores correntes para o íon ferrocianeto, bem como a maior precisão, indicando que este seja o fio têxtil mais promissor para o desenvolvimento de novos dispositivos microfluídicos com detecção eletroquímica.

Palavras chaves: dispositivos microfluídicos, eletroquímica, fios têxteis.

ABSTRACT

Textile thread-based analytical microfluidic devices have received considerable attention recently due to their low cost, ease of fabrication, low consumption of chemicals and samples, and low generation of waste. In these devices, fluids are passively transported due to the capillary action provided by the microchannels formed by the voids between the fibers of the threads. Therefore, thread-based analytical microfluidic devices do not require pumps to drive the fluids through the microchannels making their assembly easier and inexpensive. Despite being promising devices, some challenges are still present regarding the designing and fabrication of thread-based analytical microfluidic devices. Major challenges include achieving high and stable flow rates for long times and to understand the mechanisms of fluid transportation in different textile threads. In this context, the objective of this study was to evaluate the transport of aqueous solutions in different textile threads by measuring the flow rates of aqueous food coloring solutions. The following textile threads were evaluated: raw cotton string generally used for craft, polyester, and hydrophilic gauze threads. These threads were subjected to different pretreatments involving the washing with ultrapure water and sodium carbonate solution. The threads with the best fluid transport properties were inserted in an amperometric thread-based microfluidic device previously developed in our research group. The amperometric response for ferrocyanide ion was evaluated with these threads. The obtained results have shown that the polyester thread provided the highest flow rates regardless of the pretreatment, but the precision obtained with this thread was low. All the pretreatments studied decreased the flow rate for hydrophilic gauze compared to untreated gauze threads. For the raw cotton string, the pretreatment with ultrapure water was the most adequate to ensure high and repetitive flow rates. The untreated cotton string thread was unable to transport fluids and the pretreatment with sodium carbonate solution lowered the flow rate for this thread. The amperometric studies have shown that the cotton string threads treated with ultrapure water displayed the highest amperometric response for ferrocyanide ion and the higher precision, indicating that these threads are the most promising to develop novel electrochemical microfluidic analytical devices.

Keywords: microfluidic devices, electrochemistry, thread textile.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Classificação dos fios em relação a sua forma de obtenção naturais ou sintéticos. ...	15
Figura 2. Exemplificação da repetição da estrutura de celulose na fibra de barbante.	16
Figura 3. Estrutura química da fibra poli (tereftalato de etileno) - (PET).	17
Figura 4. Fios têxteis com diferentes corantes imobilizados, exemplificando o transporte da solução do sistema microfluídico.	18
Figura 5. Crescimento do número de publicações relacionadas ao desenvolvimento de sistemas microfluídicos a base de fios têxteis durante os anos de 2010 a 2020. Dados levantados a partir de uma pesquisa bibliográfica pelo Web Of Science. Utilizando as palavras chaves: thread microfluidic.	18
Figura 6. Materiais utilizados para a fabricação do dispositivo microfluídico para o estudo da vazão. (A) Suporte plástico, (B) Tubo de polietileno, (C) Seringa descartável; (D) Êmbolo, (E) Fios têxteis.	22
Figura 7. Imagem do sistema microfluídico confeccionado.	23
Figura 8. Representação esquemática do tratamento de fios têxteis em água.	24
Figura 9. Representação esquemática do tratamento dos fios têxteis em solução de carbonato de sódio.	25
Figura 10. Representação esquemática do tratamento dos fios têxteis em água + carbonato de sódio.	26
Figura 11. Imagem do arranjo experimental utilizado para medir a vazão de solução fornecida pelos diferentes fios têxteis submetidos aos diferentes tratamentos.	27
Figura 12. Imagem do sistema microfluídico confeccionado. Eletrodo de trabalho – (ET); Contra eletrodo – (CE); Eletrodo de referência – (ER).	28
Figura 13. Variação do volume de solução transportadora coletada no reservatório de saída em função do tempo para diferentes fios têxteis não tratados. (n =5).	29
Figura 14. Variação do volume de solução transportadora coletada no reservatório de saída em função do tempo para diferentes fios têxteis tratados com água.	31
Figura 15. Variação do volume de solução transportadora coletada no reservatório de saída em função do tempo para diferentes fios têxteis tratados com uma solução de carbonato de sódio.	32

Figura 16. Variação do volume de solução transportadora coletada no reservatório de saída em função do tempo para diferentes fios têxteis tratados sequencialmente com água e com uma solução de carbonato de sódio.	33
Figura 17. Comparação entre as vazões obtidas com os diferentes fios têxteis e tratamentos.	34
Figura 18. Mudanças físicas nas fibras dos fios têxteis estudados registradas com câmeras microscopia. (ST) - Sem tratamento, (TA) - Tratado com água, (TC) - Tratado com carbonato de sódio, (TA+C) - Tratado com água e carbonato de sódio.	36
Figura 19. Transporte da solução dentro do tubo de polietileno. Fio têxteis: barbante – (B), Poliéster – (P), Gaze – (G). Tratamentos: Tratado em água (TA), Sem tratamento (ST).	37
Figura 20. Sinais transientes obtidos para injeções consecutivas de $[(\text{Fe}(\text{CN})_6)]^{4-}$ 0,5 mmol L ⁻¹ . Solução transportadora: KCl 0,1 mol L ⁻¹ ; Volume de injeção: 3 µL; E _{detecção} : = + 0,6 vs. Pt; Fio têxtil: barbante. (-) Sinais transientes referente às injeções de $[(\text{Fe}(\text{CN})_6)]^{4-}$. Inserida ampliação nos tempos de 1000 a 1600 s do amperograma para demonstrar os perfis transientes das injeções da solução de ferrocianeto.....	38
Figura 21. Sinais transientes obtidos para injeções consecutivas de $[(\text{Fe}(\text{CN})_6)]^{4-}$ 0,5 mmol L ⁻¹ . Solução transportadora: KCl 0,1 mol L ⁻¹ ; Volume de amostra: 3 µL; E _{detecção} : = + 0,6 vs. Pt; Fio têxtil: Poliéster. (-) Sinais transientes referente às injeções de $[(\text{Fe}(\text{CN})_6)]^{4-}$. Inserido: ampliação nos tempos de 300 a 900s do amperograma para demonstrar os perfis transientes das injeções de $[(\text{Fe}(\text{CN})_6)]^{4-}$	39
Figura 22. Sinais transientes obtidos para injeções consecutivas de $[(\text{Fe}(\text{CN})_6)]^{4-}$ 0,5 mmol L ⁻¹ . Solução transportadora: KCl 0,1 mol L ⁻¹ ; Volume de amostra: 3 µL; E _{detecção} : = + 0,6 vs. Pt; Fio têxtil: gaze. (-) Sinais transientes referentes às injeções de $[(\text{Fe}(\text{CN})_6)]^{4-}$. Inserido: ampliação nos tempos de 0 a 1500s do amperograma para demonstrar os perfis transientes das injeções da solução de ferrocianeto.....	40
Figura 23. Comparação das intensidades de picos em sistema microfluídico com o emprego de diferentes fios têxteis.	41

LISTA DE ABREVIATURAS

μ TAS - Microsistema de análise total

MPA – Amperometria de múltiplos pulsos

B – Barbante

P – Poliéster

G – Gaze

ST – Sem tratamento

TA – Tratamento em água

TC – Tratamento em carbonato de sódio

TA+ C – Tratamento em água e carbonato de sódio

Sumário

1 INTRODUÇÃO	13
1.1 DISPOSITIVOS ANALÍTICOS MICROFLUÍDICOS.....	13
1.2 FIOS TÊXTEIS.....	14
1.2.1 Fios de barbante.....	15
1.2.2 Fios de gaze	16
1.2.3 Fios de poliéster.....	16
1.3 DISPOSITIVOS MICROFLUÍDICOS À BASE DE FIOS TÊXTEIS	17
1.4 TÉCNICAS ELETROANALÍTICAS.....	19
2 OBJETIVOS	20
3 MATERIAIS E MÉTODOS	21
3.1 REAGENTES E SOLUÇÕES	21
3.2 INSTRUMENTAÇÃO	21
3.3 FABRICAÇÃO DO SISTEMA MICROFLUÍDICO PARA ESTUDO DA VAZÃO.....	22
3.4 TRATAMENTO DOS FIOS TÊXTEIS ESTUDADOS.....	24
3.4.1 Fios sem tratamento – (ST)	24
3.4.2 Tratamento dos fios têxteis em água – (TA)	24
3.4.3 Tratamento dos fios têxteis em carbonato de sódio – (TC).....	25
3.4.4 Tratamento dos fios têxteis em água + carbonato de sódio – (TA+C).....	25
3.5 ESTUDO DA VAZÃO.....	26
3.6 SISTEMA MICROFLUÍDICO ACOPLADO À DETECÇÃO ELETROQUÍMICA.	27
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	29
4.1 ESTUDO DA VAZÃO DOS FIOS TÊXTEIS.	29
4.2 APLICAÇÃO ELETROQUÍMICA.....	38
5 CONCLUSÃO	43
6 REFERÊNCIAS.....	44

1 INTRODUÇÃO

1.1 Dispositivos analíticos microfluídicos

Proposto por TERRY, *et al.* (1979) ao final da década 70, o primeiro dispositivo analítico microfluídico foi um sistema para cromatografia gasosa acoplado a um detector de condutividade térmica, o qual foi fabricado por litografia em um disco delgado (*wafer*) de silício. Porém, a notoriedade dessa área aconteceu apenas em 1990, após o desenvolvimento da pesquisa de MANZ *et al.* (1990), o qual introduziu na comunidade científica o princípio de microsistema de análise total (μ TAS do inglês Micro Total Analysis System), ou seja, inserir várias etapas analíticas em um único dispositivo, incluindo a introdução da amostra, etapas de pré-tratamento e separação, além da detecção (PRADELA, 2020; AUGUSTINI, *et al.*, 2021).

Os sistemas microfluídicos trouxeram grande avanço nas técnicas analíticas, devido a um conjunto de vantagens como, diminuição da escala de dispositivos, custo baixo de produção dos sistemas, detecção com alta sensibilidade, além de diminuir o consumo de reagentes e de amostras, colocando em prática uma vertente de suma importância atualmente, a da química verde, além de possibilitar acoplar mais de uma etapa analítica em um mesmo dispositivo tornando as análises mais rápidas (AUGUSTINI, *et al.*, 2019). Esses dispositivos são compostos, em sua maioria, por vários componentes, sendo reservatórios, bombas, câmaras e canais microfluídicos (AUGUSTINI; BERGAMINI; MARCOLINO-JUNIOR, 2018). Desse modo, pode-se definir a microfluídica como a área do conhecimento que estuda e permite a manipulação de pequenos volumes de fluidos em canais que possuem dimensões submilimétricas. (OLIVEIRA, 2021; AUGUSTINI, *et al.*, 2021)

Nesta perspectiva, os primeiros materiais que foram utilizados para confecção dos sistemas microfluídicos foram silício e vidro. A escolha desses materiais deve-se à algumas características como a alta condutividade térmica do silício e a capacidade dissipativa de calor, além de apresentar resistência química a solventes orgânicos e transparência óptica do vidro (AUGUSTINI, *et al.*, 2021). Embora esses materiais apresentem características relativamente favoráveis, esses foram gradativamente substituídos, principalmente devido ao elevado custo e dificuldades para a usinagem e fabricação de microcanais no vidro e no silício. Além disso, dispositivos analíticos microfluídicos fabricados em vidro ou silício obrigatoriamente requerem uma unidade propulsora para promover o transporte dos fluidos para o detector. As principais unidades propulsoras utilizadas em dispositivos microfluídicos são bombas de seringa e bombas peristálticas, as quais apresentam elevado custo.

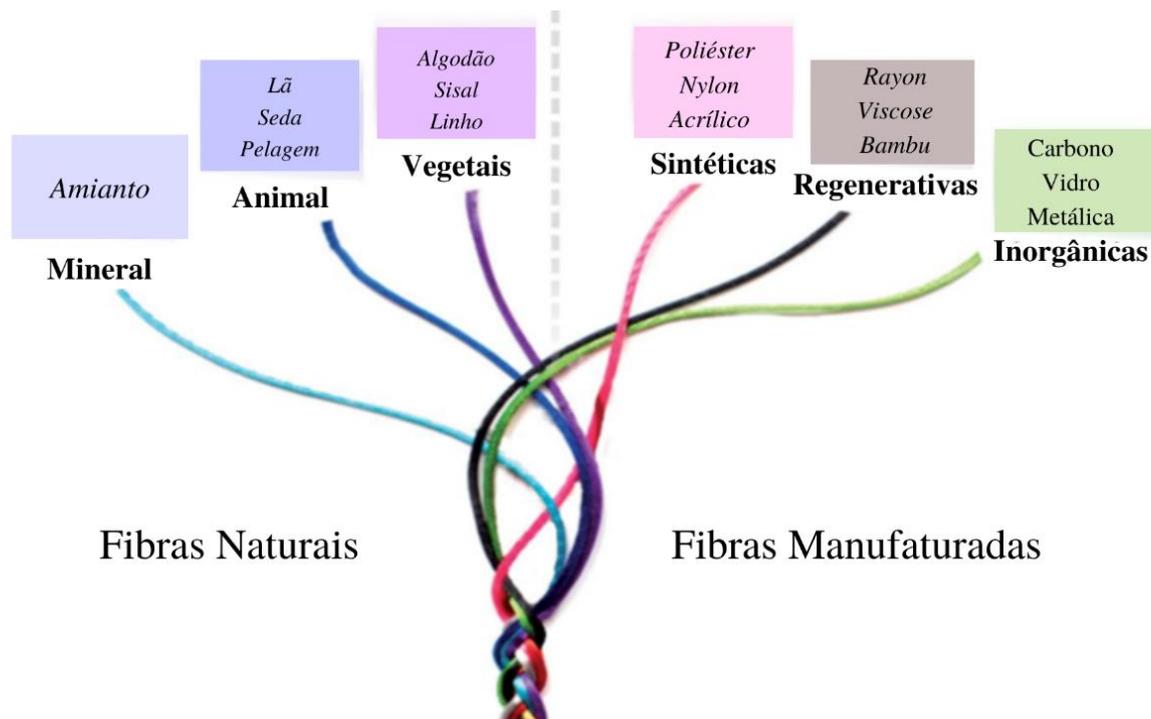
Fios têxteis têm se mostrado como materiais alternativos atrativos para a fabricação de dispositivos microfluídicos. A principal vantagem dos fios têxteis é que eles são capazes de transportar passivamente os fluidos devido à ação capilar. Assim, os fluidos são impulsionados espontaneamente através dos microcanais formados pelos espaços vazios entre as fibras que compõem o fio têxtil. Portanto, dispositivos analíticos microfluídicos baseados em fios têxteis não necessitam de unidades propulsoras, o que torna o dispositivo muito mais barato. (AUGUSTINI, *et al.*, 2021).

1.2 Fios Têxteis

Os fios têxteis têm se mostrado eficientes para a construção de dispositivos microfluídicos, pois os microcanais já estão naturalmente presentes em suas estruturas, não sendo, portanto, necessárias técnicas de microfabricação. Ademais, dispositivos a base de fios têxteis têm se mostrado como uma opção favorável que supera algumas limitações relatadas pelo uso de dispositivos baseados em papel (μ PAD) como baixa resistência mecânica do papel quando molhado, e dispensa a necessidade de barreiras hidrofóbicas, indispensáveis para os dispositivos microfluídicos baseados em papel (CAETANO, *et al.*, 2018; DESMET, *et al.*, 2016).

Esses fios podem ser classificados em dois grandes grupos, sendo naturais e sintéticos como representado na Figura 1. Os fios naturais mais usados são os de algodão e de lã e, geralmente, apresentam morfologia superficial bastante irregular, por outro lado, os fios sintéticos, sendo o poliéster e nylon os mais comuns, apresentam morfologia superficial mais regular e lisa (AUGUSTINI, *et al.*, 2021).

Figura 1. Classificação dos fios em relação a sua forma de obtenção naturais ou sintéticos.

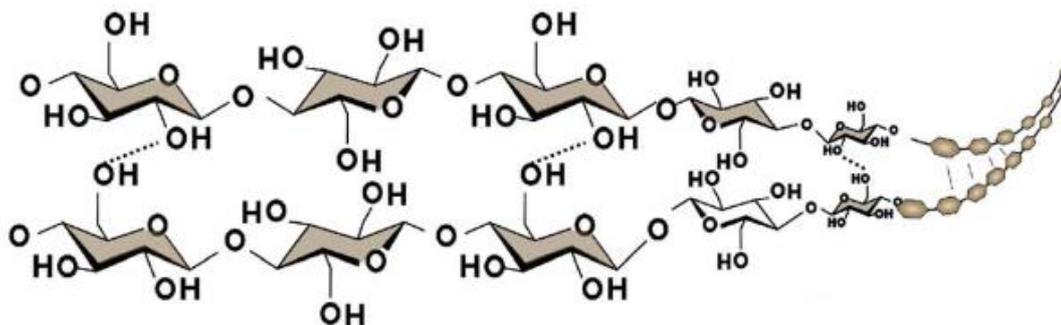


Fonte: Adaptado (AUGUSTINI, *et al.*, 2021).

1.2.1 Fios de barbante

A fibra têxtil de algodão é a mais importante, sendo de origem natural e abundante disponível atualmente, além de ser uma fibra com aplicação em diferentes campos da vida cotidiana, desde roupas até aplicações de caráter técnico em diferentes áreas de estudo (STOJANOVIC, *et al.*, 2020). Uma vantagem da utilização desta fibra é a significativa quantidade de grupos funcionais de suas fibras, o que permite que sejam modificadas quimicamente com diferentes compostos químicos como polisiloxanos, o que tem sido explorado para a detecção rápida e análise de vários analitos para aplicações em imuno-ensaios (CHOI, *et al.*, 2018). Por se tratar de uma fibra natural, é formada por celulose, lignina que são polissacarídeos da matriz (MORIANA, *et al.*, 2014). Por essa fibra ser constituída majoritariamente por celulose, isto garante um caráter mais hidrofílico, já que em sua estrutura química há uma maior disponibilidade de grupos funcionais OH, conforme apresentado na Figura 2, que torna a fibra com caráter mais absorvivo (AUGUSTINI, *et al.*, 2021).

Figura 2. Exemplificação da repetição da estrutura de celulose na fibra de barbante.



Fonte: (AUGUSTINI, *et al.*, 2021).

Entretanto, a superfície dos fios de barbante manufaturados, geralmente é coberta com uma cera hidrofóbica que serve como camada protetora e lubrificante da superfície. (TAN, *et al.*, 2021; LI, *et al.*, 2018). Assim, muitas vezes, os fios têxteis devem ser submetidos a algum tipo de tratamento para que esta camada hidrofóbica seja removida, melhorando as propriedades de transporte dos fluidos.

1.2.2 Fios de gaze

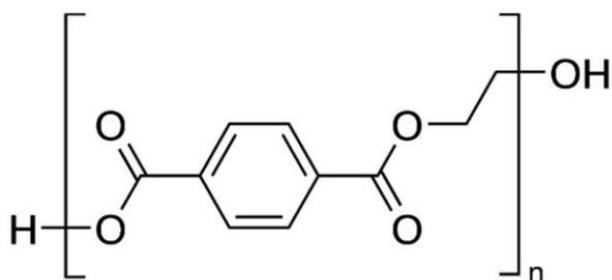
A gaze hidrofílica é um tecido têxtil de algodão amplamente utilizada no campo da medicina, uma vez que se trata de um método convencional de estancar sangramentos a partir da pressão destes fios sobre a ferida devido a capacidade absorviva desse fio (LI, *et al.*, 2019). Por se tratar de uma fibra natural absorviva, composta por algodão que apresenta em sua estrutura química a celulose, o mesmo efeito de fluxo de fluidos nos fios é observado nessa fibra, já que os grupos químicos superficiais da celulose contribuem para caráter mais hidrofílico desse fio conforme exposto na Figura 2. Este material tem sido explorado na área de microfluídica, devido aos fios apresentarem microcanais que facilitam o transporte da solução (AUGUSTINI, *et al.*, 2018).

1.2.3 Fios de poliéster

A fibra de poliéster, conhecida popularmente como fibra de poli(tereftalato de etileno) (PET), é a mais produzida em todo mundo (JAFFE, *et al.*, 2020). Essas fibras são produzidas através da reação entre dimetil tereftalato e etilenoglicol (AUGUSTINI, *et al.*, 2021). Dentre as características físicas dessa fibra, destacam-se a baixa taxa de absorção de umidade, uma

vez que se trata de uma fibra sintética e, de acordo com a Figura 3, tem-se que essa fibra realiza interações dipolo-dipolo, o que explica a baixa taxa de absorção desta fibra, resistência às intempéries, boa mistura com algodão, resistência a microrganismos (AUGUSTINI, *et al.*, 2021).

Figura 3. Estrutura química da fibra poli (tereftalato de etileno) - (PET).



Fonte: (AUGUSTINI, *et al.*, 2021).

1.3 Dispositivos microfluídicos à base de fios têxteis

Devido às propriedades vantajosas dos dispositivos analíticos microfluídicos baseados em fios têxteis, as aplicações destes dispositivos vêm aumentando conforme relatado na literatura (TAN, *et al.*, 2021). Estes dispositivos foram introduzidos em 2010 por Li, Tian e Shen (2010), os quais empregaram fios têxteis de algodão e a detecção colorimétrica para a determinação dos biomarcadores nitrito e ácido úrico em urina. Os dispositivos mostraram resultados satisfatórios, demonstrando a aplicabilidade de dispositivos microfluídicos baseados em fios têxteis para fins diagnósticos. A partir de então, as aplicações dos dispositivos microfluídicos baseados em fios têxteis têm se expandido para outras áreas incluindo análises ambientais e de alimentos (CARNEIRO, *et al.*, 2017; CAETANO, *et al.*, 2018).

Diante do exposto, tem-se a exemplificação de um conceito novo e simples, uma vez que um fio é capaz de transportar líquido por meio do efeito de capilaridade, além do fio permitir que reagentes colorimétricos sejam imobilizados, permitindo a detecção colorimétrica de forma simples, rápida e confiável, como representado na Figura 4 (LI, *et al.*, 2010).

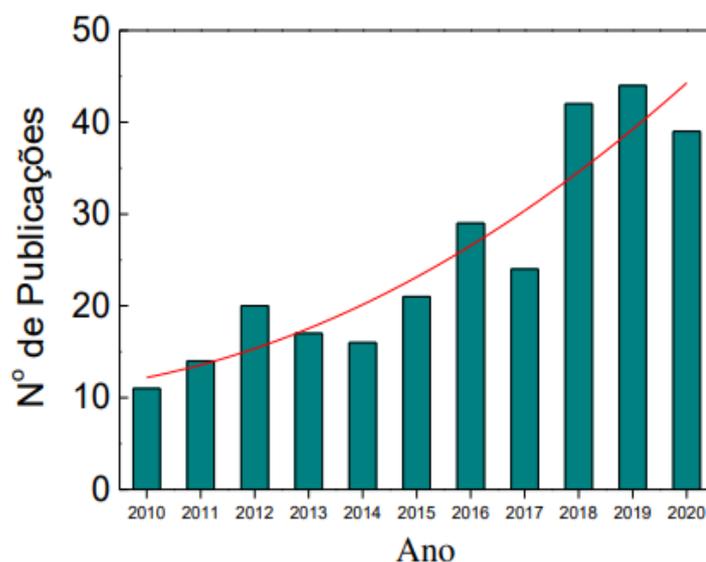
Figura 4. Fios têxteis com diferentes corantes immobilizados, exemplificando o transporte da solução do sistema microfluídico.



Fonte: (LI, *et al.*, 2010)

Conforme a pesquisa feita por Oliveira (2021) houve um aumento significativo do número de publicações relacionadas ao tema de dispositivos microfluídicos à base fios têxteis apurando um período de uma década, conforme apresentado pela Figura 5.

Figura 5. Crescimento do número de publicações relacionadas ao desenvolvimento de sistemas microfluídicos a base de fios têxteis durante os anos de 2010 a 2020. Dados levantados a partir de uma pesquisa bibliográfica pelo *Web Of Science*. Utilizando as palavras chaves: *thread microfluidic*.



Fonte: (OLIVEIRA, 2021).

1.4 Técnicas Eletroanalíticas

As técnicas eletroanalíticas são baseadas na medida de propriedades elétricas como corrente, potencial e carga, sendo estas relacionadas à quantidade de analito presente na solução analisada. Este conjunto de técnicas vem sendo amplamente empregado em diversas aplicações pois fornecem sensibilidade suficientemente alta empregando uma instrumentação de baixo custo e, além disso, também são exemplos de práticas designadas como “verdes”, pois geralmente utilizam pequenos volumes de soluções (PRADELA, 2020).

As técnicas amperométricas são caracterizadas pela aplicação de um potencial constante (amperometria convencional) ou múltiplos pulsos (amperometria pulsada). A corrente elétrica é proporcional à concentração do analito. Uma das aplicações da amperometria que vem sendo bastante explorada é a sua utilização no estudo em sistemas microfluídicos, como relatado pelo grupo de MARCOLINO-JUNIOR (AUGUSTINI, *et al.*, 2016), os quais fabricaram um dispositivo eletroanalítico utilizando fios de algodão como canal microfluídico para transporte do líquido para determinar simultaneamente acetamionofeno (ACT) e diclofenaco (DCF) por meio de amperometria de múltiplos pulsos (MPA do inglês Multiple Pulse Amperometry) (AUGUSTINI, *et al.*, 2016).

2 OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho foi estudar as propriedades de transporte de fluidos de diferentes fios têxteis submetidos a diferentes tratamentos químicos, por meio de medidas de vazão empregando-se um dispositivo microfluídico previamente desenvolvido no Grupo de Pesquisa em Métodos Eletroanalíticos (GPMEL - ICENP/UFU – Campus Pontal)

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O presente trabalho foi realizado dividindo-se em dois estudos. Inicialmente, construiu-se um sistema microfluídico a fim de se avaliar a vazão em tempo real de diferentes fios têxteis submetidos a diferentes tratamentos químicos. Para isso, foi utilizada uma balança analítica que media, em tempo real, a massa de fluido que havia passado pelo fio têxtil estudado. Empregando-se a densidade do fluido, determinou-se o volume de fluido transportado, sendo, portanto, possível a construção de gráficos de volume transportado em função do tempo, sendo a vazão fornecida pelo coeficiente angular destes gráficos. Posteriormente, os fios com melhores propriedades de transporte foram acoplados à detecção amperométrica em um novo dispositivo microfluídico. O ânion ferrocianeto foi utilizado como sonda eletroquímica para se avaliar a repetibilidade e o número máximo de injeções possível com cada fio têxtil avaliado.

3.1 Reagentes e soluções

Todas as soluções foram preparadas empregando reagentes de pureza analítica (no mínimo 99% de pureza), e empregados sem qualquer etapa de purificação. Para o preparo das soluções, foi utilizada água destilada e ultra purificada obtida por meio de um ultrapurificador da marca GEHAKA, o qual produz água ultrapurificada com resistividade 18,3 M Ω cm. Para o estudo da vazão utilizou-se uma solução de água com corante líquido alimentício verde.

Como solução transportadora no dispositivo microfluídico com detecção amperométrica, foi utilizado cloreto de potássio na concentração de 0,1 mol L⁻¹, a qual foi preparada a partir do sal de KCl (99%, Vetec, Rio de Janeiro, Brasil). As soluções de ferrocianeto foram preparadas em KCl, partindo do sal precursor K₄[Fe(CN)₆] (99%, ECIBRA).

Empregou-se solução de carbonato de sódio 1,0 mol L⁻¹ a qual foi preparada a partir do sal de Na₂CO₃ (99,5%, ISOFAR, Rio de Janeiro, Brasil) para um dos tratamentos dos fios têxteis utilizados.

3.2 Instrumentação

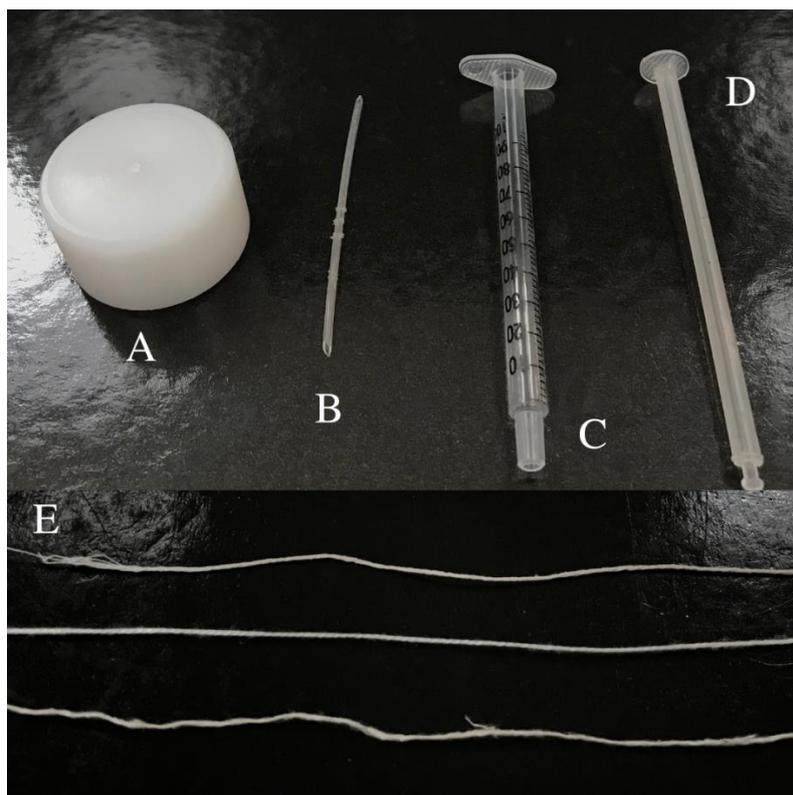
Todas as medidas eletroquímicas foram realizadas empregando-se um potenciostato/galvanostato Autolab, modelo microAutolab tipo III interfaceado a um microcomputador e gerenciado pelo software NOVA versão 2.1.4. A técnica adotada para o estudo envolvendo o sistema microfluídico foi a amperometria.

Para estudo da vazão utilizou-se uma balança analítica de 5 casas decimais modelo AWU220D e fabricante Marte.

3.3 Fabricação do sistema microfluídico para estudo da vazão

Para a construção do sistema microfluídico, materiais alternativos foram utilizados conforme apresentado na Figura 6.

Figura 6. Materiais utilizados para a fabricação do dispositivo microfluídico para o estudo da vazão. (A) Suporte plástico, (B) Tubo de polietileno, (C) Seringa descartável; (D) Êmbolo, (E) Fios têxteis.

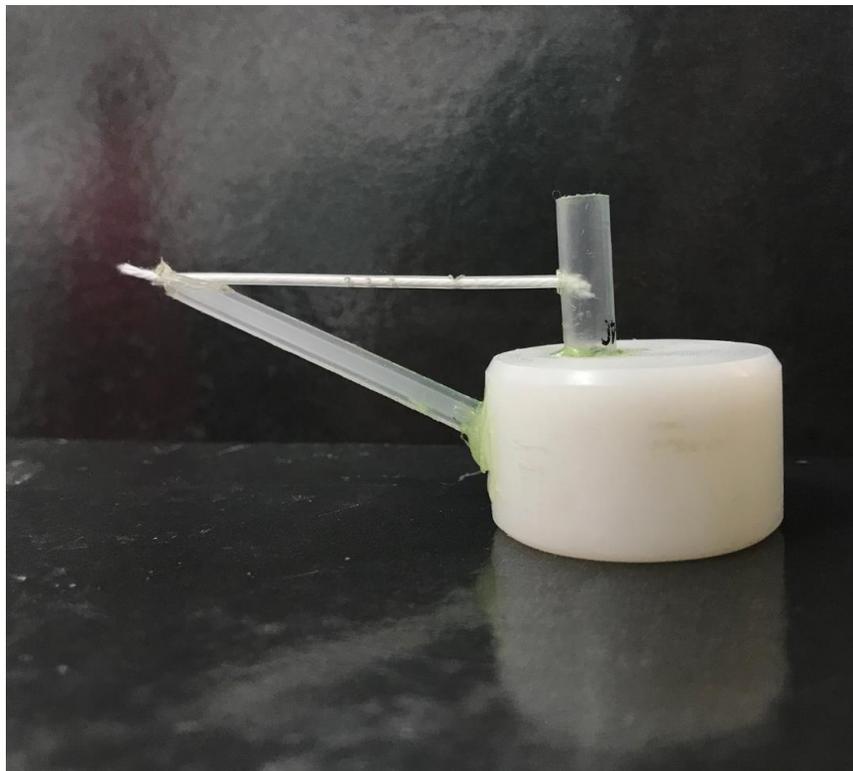


Fonte: Autor

A seringa descartável de 1 mL (C) foi cortada e fixada em um suporte plástico (A) com o auxílio da cola epóxi (Araldite Profissional) para ser empregada como reservatório de entrada. O êmbolo (D) foi adaptado para que fizesse um ângulo com a lateral do suporte plástico a fim de se formar um suporte de sustentação para o tubo de polietileno. O canal microfluídico foi construído a partir de fios têxteis (E) e tubo de polietileno (B) com tamanho de 5 cm e diâmetro interno de $(0,985 \pm 0,008)$ mm que foi conectado ao reservatório de entrada e com a outra extremidade suspensa sobre o prato da balança analítica, onde foi posicionado o

material absorvente (algodão hidrófilo quadrado cortado, $m= 0,600\text{g}$). A imagem do dispositivo confeccionado é apresentada na Figura 7.

Figura 7. Imagem do sistema microfluídico confeccionado.



Fonte: Autor.

Os efeitos de se utilizar fio têxtil em um tubo de polietileno sobre o desempenho do sistema foi avaliado por Oliveira (2021). Desse modo, diferentes fios têxteis como barbante, poliéster e gaze, obtidos em comércio local, foram selecionados para a construção dos canais microfluídicos utilizados. Para isso, todos os fios foram submetidos a 4 tipos de tratamento a fim de eliminar possíveis impurezas que dificultassem no processo de transporte da solução através dos fios estudados. Os tratamentos mencionados referem-se a lavagem dos fios somente com água (TA), lavagem dos fios apenas com uma solução $1,0 \text{ mol L}^{-1}$ de carbonato de sódio (TC) e lavagem dos fios com água seguida por lavagem com a solução de carbonato de sódio (TA +C). E para efeito de controle foi sempre feito o estudo sem o tratamento (ST).

3.4 Tratamento dos fios têxteis estudados

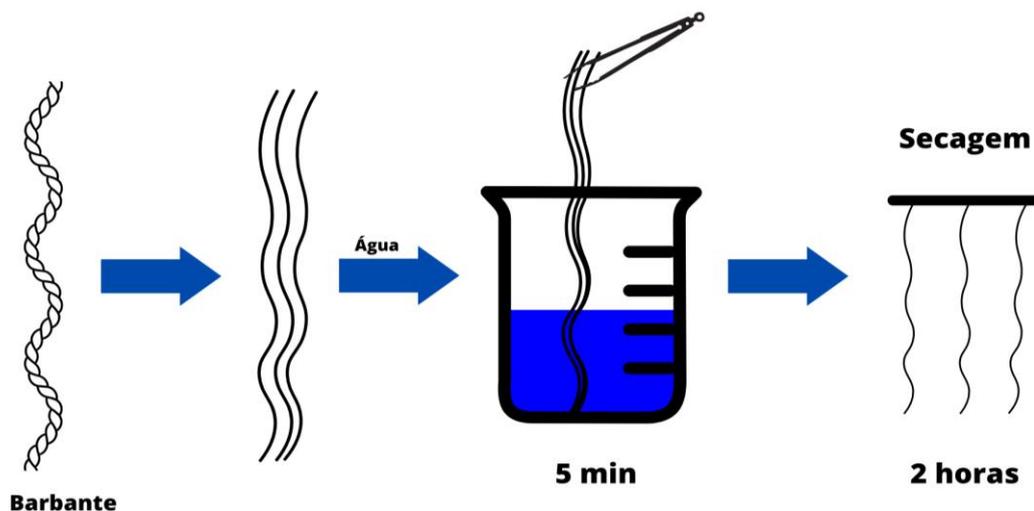
3.4.1 Fios sem tratamento – (ST)

Todos os fios têxteis estudados foram submetidos a testes sem qualquer tipo de tratamento. Nessa etapa, os fios de cada material foram cortados em pedaços de aproximadamente 15 cm de comprimento, e assim, submetidos às análises durante o tempo pré-estabelecido.

3.4.2 Tratamento dos fios têxteis em água – (TA)

Todos os fios cortados foram submetidos ao tratamento com água, conforme mostra a Figura 8; com auxílio de uma pinça metálica, os fios foram imersos em água durante 5 minutos e colocados para secar a temperatura ambiente. No entanto, para o cordão de barbante, antes de tal procedimento, foi necessário desmanchar o feixe de fios que o compõe, uma vez que o cordão era mais espesso que o diâmetro interno do tubo de polietileno; para o preenchimento deste tubo era utilizado apenas 1 destes fios que compõe esse feixe.

Figura 8. Representação esquemática do tratamento de fios têxteis em água.

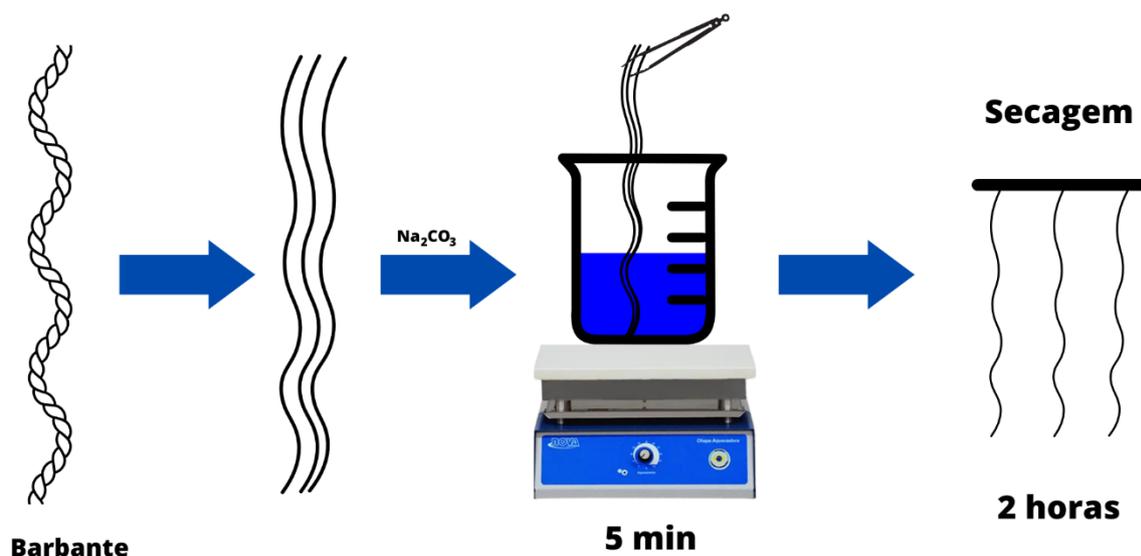


Fonte: Autor

3.4.3 Tratamento dos fios têxteis em carbonato de sódio – (TC)

Todos os fios foram submetidos ao tratamento com uma solução de carbonato de sódio, conforme mostra a Figura 9. Após esse procedimento, com auxílio de uma pinça metálica, os fios foram imersos em uma solução de carbonato de sódio $1,0 \text{ mol L}^{-1}$ em ebulição, uma vez que o aquecimento tem a função de solubilizar possíveis ceras e interferentes. Os fios ficaram imersos por 5 minutos nesta solução, lavados com água destilada e colocados para secar em uma espécie de varal. Para obter os fios do cordão de barbante, o feixe foi desmanchado.

Figura 9. Representação esquemática do tratamento dos fios têxteis em solução de carbonato de sódio.

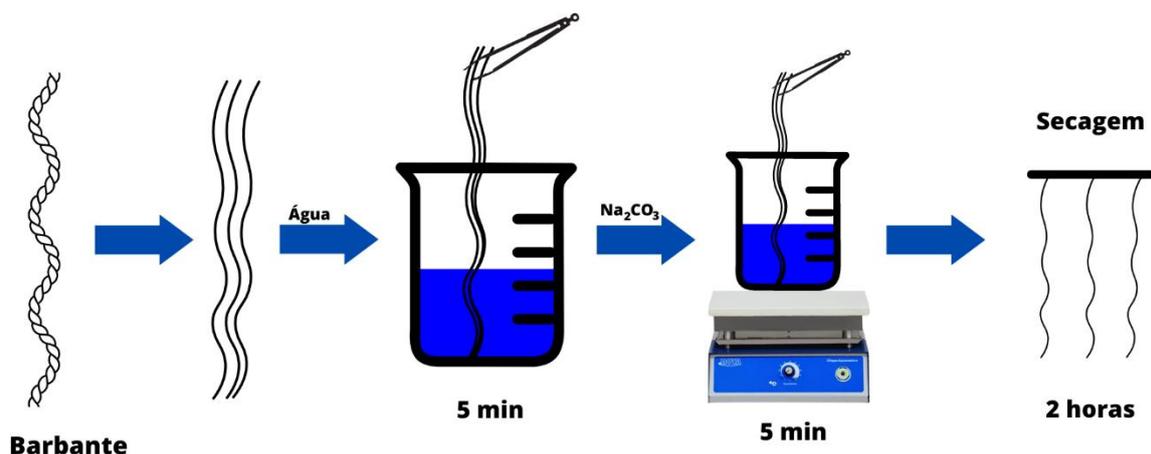


Fonte: Autor

3.4.4 Tratamento dos fios têxteis em água + carbonato de sódio – (TA+C)

Todos os fios foram submetidos ao tratamento em água + Na_2CO_3 , conforme mostra a Figura 10. Inicialmente, os fios foram imersos em água durante 5 minutos e, em seguida, em uma solução de carbonato de sódio $1,0 \text{ mol L}^{-1}$ à ebulição também durante 5 minutos, enxaguados com água destilada e deixados em temperatura ambiente por 2 horas para secagem. De forma análoga ao tratamento anterior, somente para o cordão de barbante foi necessário o processo de “desenrolar” os fios do feixe.

Figura 10. Representação esquemática do tratamento dos fios têxteis em água + carbonato de sódio.



Fonte: Autor

3.5 Estudo da vazão

Após todos os fios receberem seus respectivos tratamentos conforme exposto na seção 3.4, a vazão de uma solução $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ de KCl obtida em cada fio submetido a cada um dos tratamentos foi determinada. Para isso, monitorou-se em tempo real a quantidade de solução transferida para o compartimento de saída através da massa absorvida pelo algodão. As medidas foram realizadas durante 30 minutos, sendo registradas as medidas das massas absorvidas pelo algodão a cada 2 minutos, além de serem realizadas 5 replicatas para cada fio e seus respectivos tratamentos. A Figura 11 demonstra a montagem desse sistema para o estudo da vazão obtida com cada fio.

Figura 11. Imagem do arranjo experimental utilizado para medir a vazão de solução fornecida pelos diferentes fios têxteis submetidos aos diferentes tratamentos.

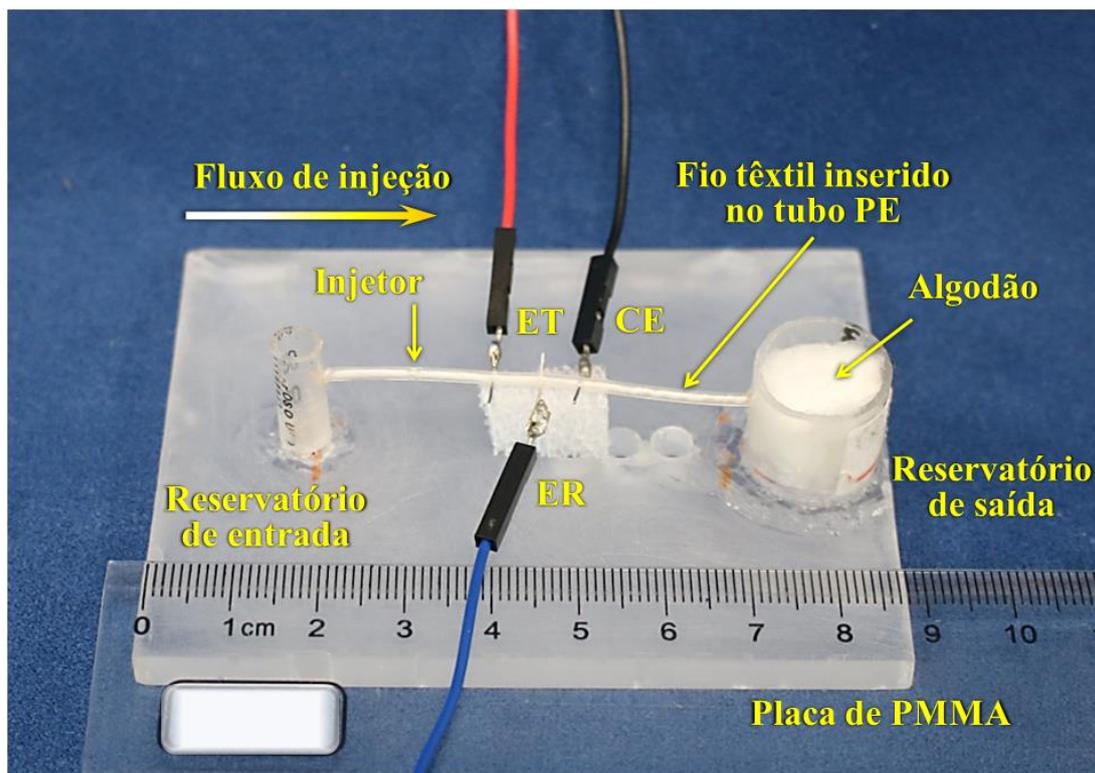


Fonte: Autor

3.6 Sistema microfluídico acoplado à detecção eletroquímica

O sistema microfluídico utilizado para aplicação eletroquímica é o mesmo utilizado por (OLIVEIRA, 2021), sendo um sistema de baixo custo, confeccionado a partir de materiais alternativos: como seringas, algodão, placas PMMA, fios têxteis, tubo de polietileno e eletrodo de platina. A imagem do sistema confeccionado é apresentada na Figura 12.

Figura 12. Imagem do sistema microfluídico confeccionado. Eletrodo de trabalho – (ET); Contra eletrodo – (CE); Eletrodo de referência – (ER); Polietileno – (PE).



Fonte: Adaptado (OLIVEIRA, *et al.*, 2022)

Para esse estudo foram selecionados os fios que tiveram uma resposta favorável, ou seja, os fios que apresentaram as maiores vazões e mantiveram um perfil mais repetitivo quando analisados inicialmente pelo estudo de vazão. Foi avaliado o número máximo de injeções da amostra para cada fio avaliado. Para cada estudo com detecção amperométrica, inicialmente esperou-se um determinado tempo para que houvesse a passagem do eletrólito de suporte (solução transportadora) e, conseqüentemente, a estabilização do sistema, avaliada pela estabilização da linha de base do amperograma. Ao final de cada análise, trocou-se apenas o algodão do reservatório de saída, para que fosse avaliado o número máximo de injeções da amostra. Todos os parâmetros experimentais foram utilizados conforme estudado por Oliveira (2021).

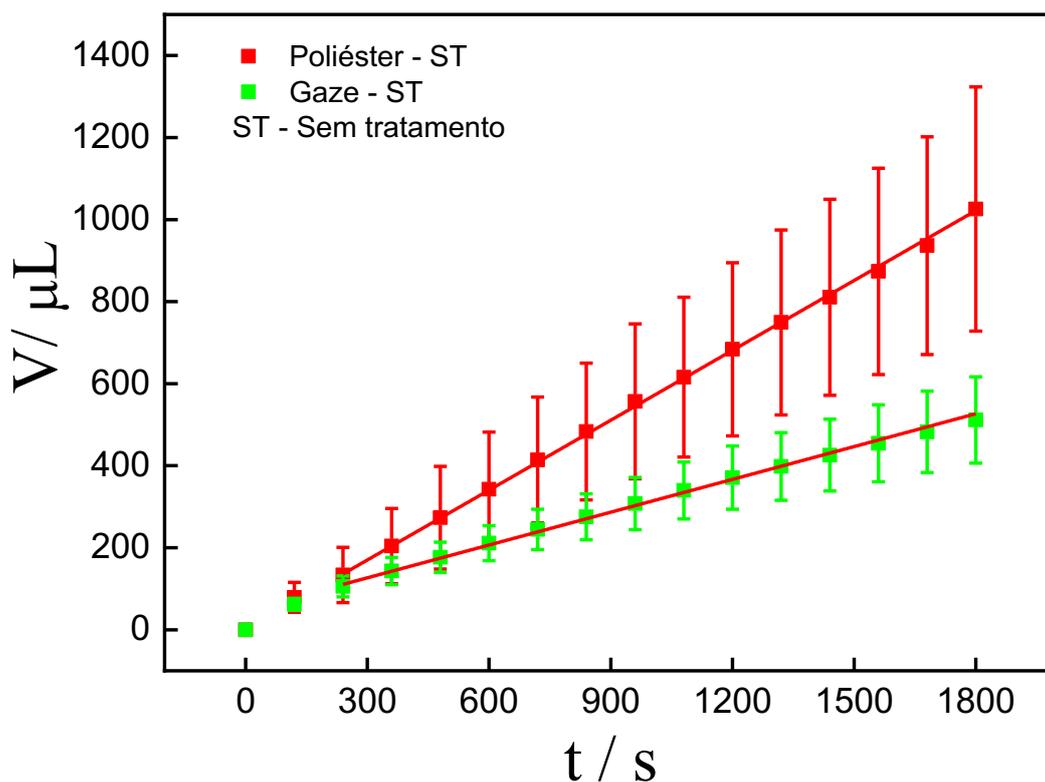
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Estudo da vazão dos fios têxteis

Com o intuito de avaliar a vazão obtida para cada sistema microfluídico montado com os diferentes fios têxteis, fez-se necessário o acompanhamento da quantidade de solução transportada pelos fios têxteis para o compartimento de saída em tempo real durante um tempo pré-estabelecido de 30 minutos. O volume da solução transportadora transferida para o algodão durante esse tempo foi determinado empregando-se a densidade da solução $1,01242 \text{ g/cm}^3$ (água + corante) e a Equação 1, que converte a massa medida em volume. O valor de densidade empregado foi determinado através das medidas de massas referentes às transferências de $200 \mu\text{L}$ da solução aquosa do corante alimentício líquido (valor médio de 5 replicatas). Os resultados obtidos neste estudo são apresentados nas Figuras 13 a 16.

$$V = \frac{\text{massa}}{\text{densidade}} \quad \text{Equação (1)}$$

Figura 13. Variação do volume de solução transportadora coletada no reservatório de saída em função do tempo para diferentes fios têxteis não tratados. (n=5)

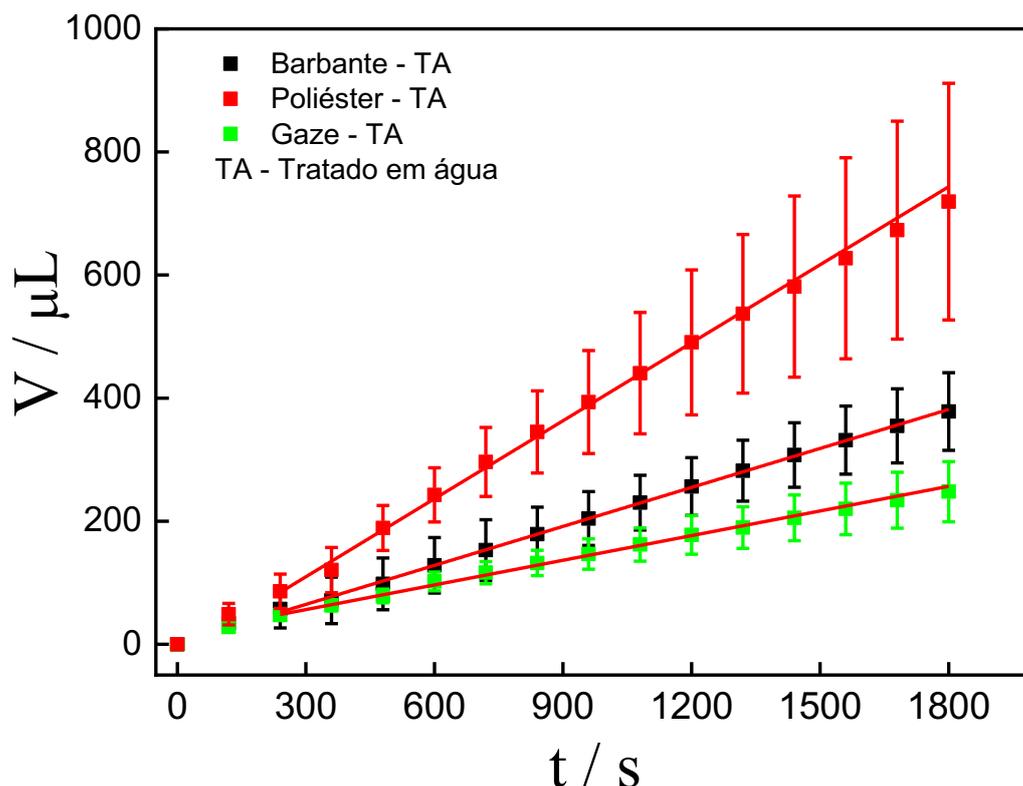


Fonte: Autor

A Figura 13 mostra que, para ambos os fios avaliados, o volume variou linearmente com o tempo, indicando que a vazão permanece constante durante o tempo de realização do experimento (30 minutos), sendo a vazão igual ao coeficiente angular do gráfico de volume vs. tempo. Caso houvesse variação na vazão durante a execução destes experimentos, seriam observados desvios da linearidade. As equações das retas obtidas para o fio de poliéster e de gaze foram: $V(\mu\text{L}) = -0,174 + 0,568 t(\text{s})$, $R^2 = 0,9996$ e $V(\mu\text{L}) = 46,695 + 0,266 t(\text{s})$, $R^2 = 0,99805$, respectivamente. Portanto, o fio de poliéster forneceu uma vazão cerca de 113% maior do que a fornecida pela gaze. A maior vazão obtida com o fio de poliéster pode ser justificada pela morfologia estrutural deste material, visto que se trata de material sintético, suas fibras são mais alinhadas do que as fibras naturais, o que favorece o transporte dos fluidos. Por outro lado, a precisão obtida com o fio de poliéster foi consideravelmente inferior à obtida com o fio de gaze, conforme demonstram as barras de erro da Figura 13. O fio de gaze forneceu menor vazão e maior precisão em relação ao fio de poliéster.

Os fios de barbante de algodão não tratados não transportaram a solução do corante, indicando que este material não consegue absorver eficientemente fluidos aquosos. Esse comportamento pode ser explicado considerando as características estruturais da fibra, já que o fio de barbante é constituído majoritariamente por fibras de algodão que apresentam uma camada cuticular abundante, formando uma espécie de cera. Em outras palavras, existe uma cera, ou seja, deixa o barbante mais hidrofóbico o que gera baixa afinidade entre o fio e a solução carregadora, dificultando o transporte da solução. Logo, o processo de transporte de fluido não é apenas mecânico, através dos microcanais, mas também devido a interação superficial da fibra com o fluido. Assim, não foi possível determinar a vazão para o fio de barbante não tratado.

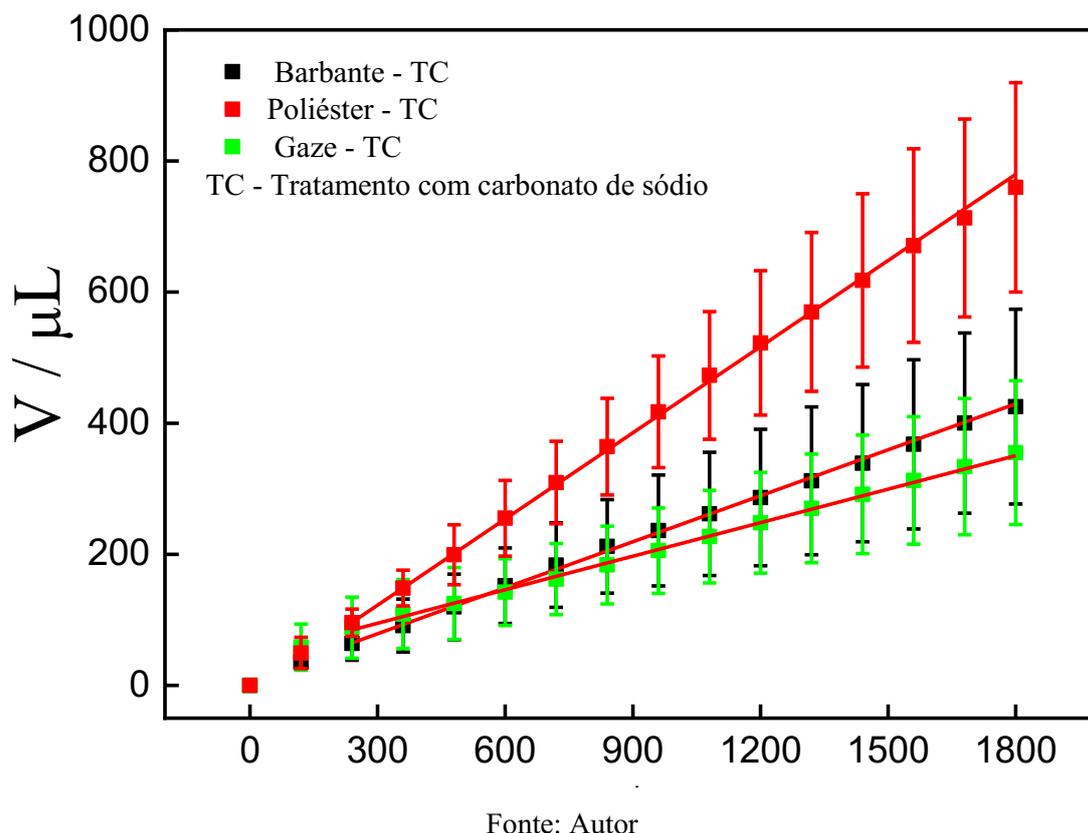
Figura 14. Variação do volume de solução transportadora coletada no reservatório de saída em função do tempo para diferentes fios têxteis tratados com água.



Fonte: Autor

A Figura 14 demonstra o comportamento da vazão dos fios têxteis quando estes são previamente tratados com água. Baseado em trabalhos disponíveis na literatura científica (TAN, *et al.*, 2021; NILGHAZ, *et al.*, 2012), ou seja, seria uma forma de ativar a superfície das fibras para possibilitar a interação dos sítios com a solução aquosa e esse processo de lavar os fios têxteis em água geralmente assegura a eliminação de possíveis impurezas que dificultariam o transporte da solução por capilaridade. Nesse contexto, a informação de que há existência de uma cera nos fios de barbante ou impurezas no mesmo devido ao processo de fabricação é corroborada, uma vez que após submetido ao processo de tratamento, essa fibra foi capaz de transportar a solução transportadora ao compartimento de saída, demonstrado que esse tratamento para a fibra é capaz de eliminar estas impurezas. Quando comparados os três fios (Barbante, Poliéster e Gaze) submetidos ao mesmo tratamento através das seguintes equações das retas $V(\mu\text{L}) = 1,44 + 0,211 t(\text{s})$, $R^2 = 0,99894$, $V(\mu\text{L}) = -17,13 + 0,422 t(\text{s})$, $R^2 = 0,99669$, $V(\mu\text{L}) = 16,24 + 0,133 t(\text{s})$, $R^2 = 0,99676$, nota-se que a maior vazão é obtida com o fio de poliéster, porém o desvio padrão das medidas com este fio ainda continua sendo maior em relação às outras fibras.

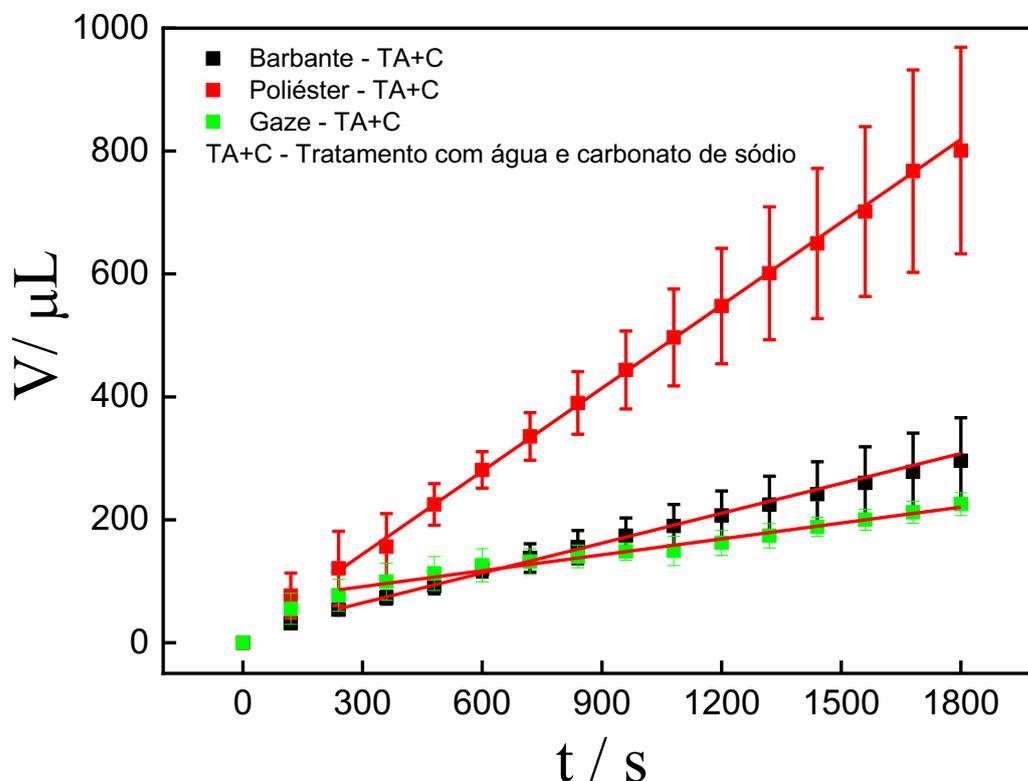
Figura 15. Variação do volume de solução transportadora coletada no reservatório de saída em função do tempo para diferentes fios têxteis tratados com uma solução de carbonato de sódio.



A Figura 15 mostra o comportamento dos fios têxteis após tratamento com uma solução de carbonato de sódio, pois de acordo com Nilgaz, *et al.* (2012) é um método que visa melhorar a absorção do canal microfluídico das fibras de algodão, que, em tese, remove a cera natural da superfície e expõe a textura subjacente da fibra de celulose. Desse modo, analisando os fios têxteis estudados, têm-se que o poliéster continua apresentando maiores valores de vazão, porém com menos precisão, já os fios de barbante e gaze apresentaram os mesmos valores de vazão em determinados períodos, visto que o carbonato de sódio pode ter eliminado possíveis impurezas melhorando, assim, a condução da solução transportadora ao compartimento de saída. Ademais, esses fios apresentaram as menores vazões e menores variações das vazões em relação ao poliéster, logo, as medidas obtidas são mais precisas, conforme observado na Figura 15. As equações de retas para este estudo são: para o barbante $V(\mu\text{L}) = 8,681 + 0,234 t(\text{s})$, $R^2 = 0,99887$; para o poliéster $V(\mu\text{L}) = -8,946 + 0,438 t(\text{s})$, $R^2 = 0,99955$; e para a gaze $V(\mu\text{L}) = 43,67 + 0,170 t(\text{s})$, $R^2 = 0,99829$. De modo geral, o tratamento com carbonato de sódio não

trouxe melhora significativa nem na vazão nem na precisão das medidas obtidas com as diferentes fibras.

Figura 16. Variação do volume de solução transportadora coletada no reservatório de saída em função do tempo para diferentes fios têxteis tratados sequencialmente com água e com uma solução de carbonato de sódio.



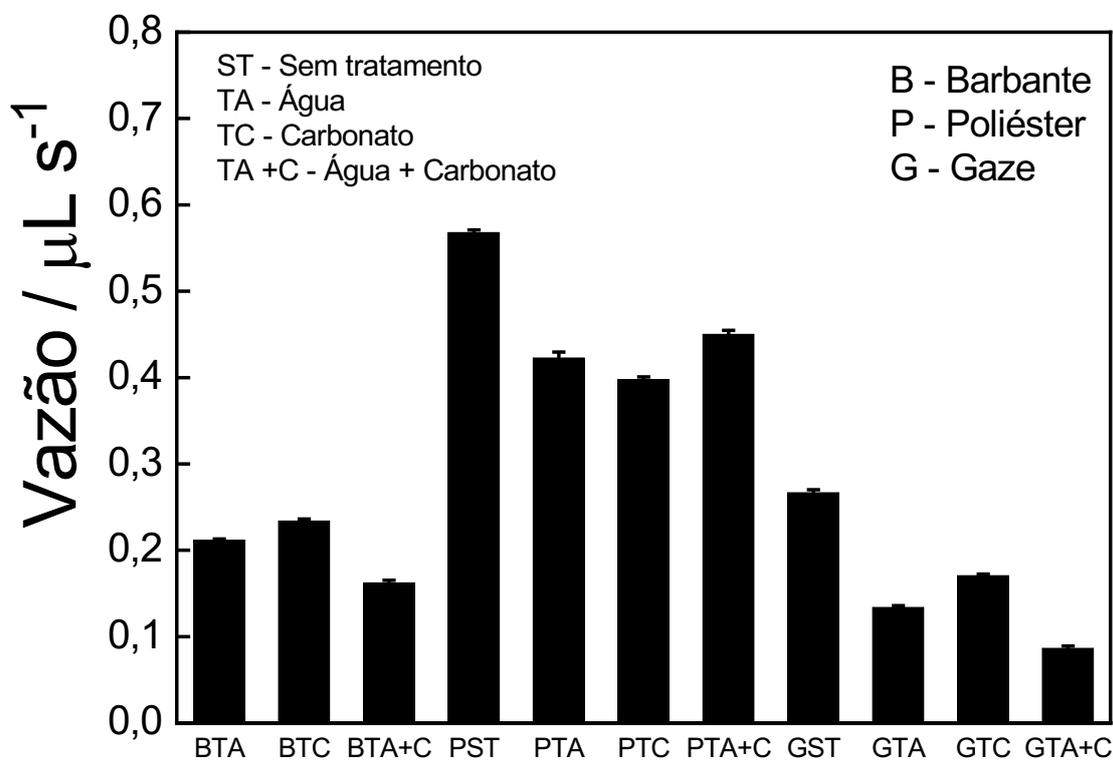
Fonte: Autor

Os resultados apresentados na Figura 16 são referentes aos fios lavados em água e tratadas em uma solução de carbonato de sódio, a fim de que a condução da solução transportadora fosse melhorada. As equações das retas obtidas aos fios de barbante, poliéster e gaze nas condições propostas foram: $V(\mu\text{L}) = 16,09 + 0,162 t(\text{s})$, $R^2 = 0,99507$; $V(\mu\text{L}) = 9,17 + 0,450 t(\text{s})$, $R^2 = 0,99861$; e $V(\mu\text{L}) = 65,35 + 0,086 t(\text{s})$, $R^2 = 0,99829$, respectivamente. De fato, observa-se que em todos os tratamentos a vazão de poliéster foi a maior dentre os fios analisados. O fio de gaze apresentou a menor vazão, o que pode ser justificado neste caso pela menor precisão entre as medidas, uma vez que quando realizados os experimentos o fio de gaze apresentou uma pausa do transporte da solução transportadora, ou seja, em determinados períodos havia uma pausa da condução de solução, o que inviabiliza continuar com a análise, esse erro persistiu durante 2 medidas dentro das 5 análises. Já em relação ao fio de barbante sob a influência desse tratamento, notou-se uma diminuição em sua vazão quando comparado

com os outros tratamentos, uma vez que sua fibra demonstrou um intumescimento quando submetido ao tratamento, assim influenciando a vazão.

A Figura 17 apresenta as vazões obtidas com os diferentes fios têxteis submetidos aos diferentes pré-tratamentos.

Figura 17. Comparação entre as vazões obtidas com os diferentes fios têxteis e tratamentos.



Fonte: Autor

De acordo com a Figura 17, observa-se que o poliéster apresentou a maior vazão e os maiores desvios, característica que predominou durante todo o estudo.

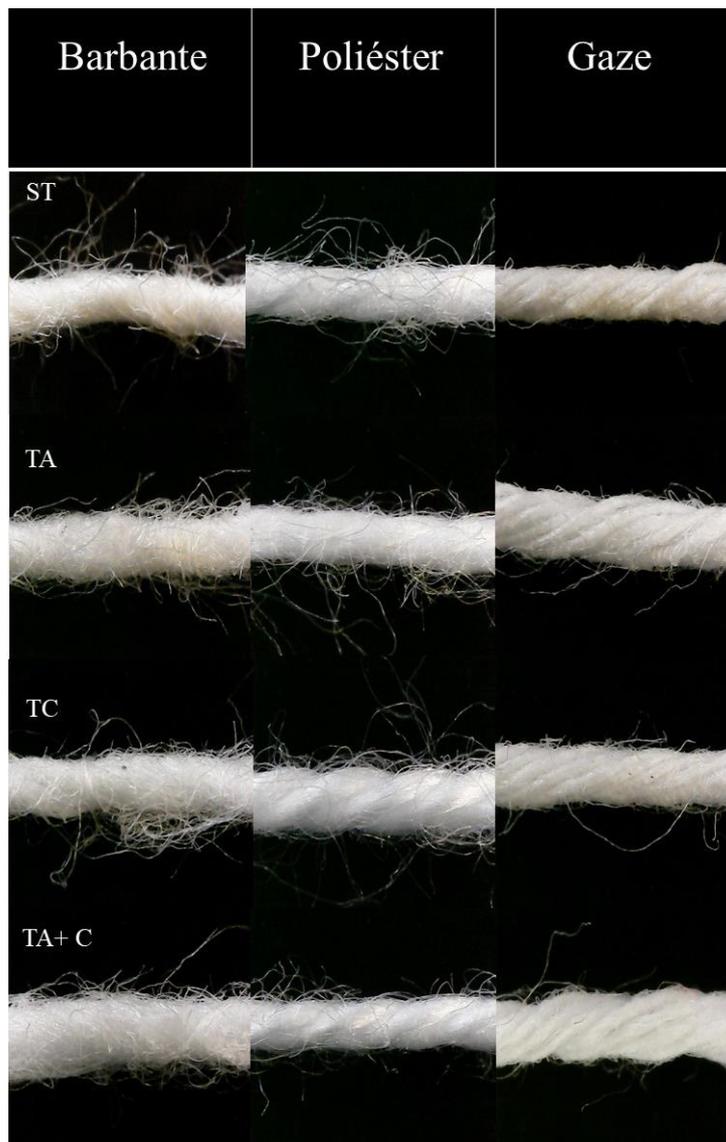
O fio de barbante sem tratamento, por sua vez não transportou a solução carregadora ao compartimento de saída, o que evidencia que essa fibra apresenta em sua composição natural ceras que apresentam propriedades hidrofóbicas, porém quando submetido ao tratamento de água e ou carbonato teve sua vazão aumentada, já que o tratamento serviu para eliminar possíveis ceras ou impurezas, além de suas barras de erros se manterem pequenas.

Em relação ao fio de gaze, observa-se que o fio sem tratamento demonstrou uma maior vazão entre os tratamentos submetidos no mesmo fio, por se tratar em uma fibra natural e majoritariamente de uso medicinal prevê que essa fibra não precisa de tratamento, uma vez que ela é previamente tratada e esterilizada, pois é utilizada para limpeza de fraturas abertas. Neste

contexto, os tratamentos podem ter contribuído para que a capacidade absorptiva desta fibra seja diminuída.

Visando obter mais informações sobre as alterações provocadas nas fibras com os diferentes tratamentos, foram feitas imagens dos diferentes fios submetidos aos diferentes tratamentos utilizando-se um microscópio digital (1600x, 2,0 MP), as quais são exibidas na Figura 18.

Figura 18. Mudanças físicas nas fibras dos fios têxteis estudados registradas com câmeras microscopia. (ST) – Sem Tratamento, (TA) - Tratado com água, (TC) - Tratado com carbonato de sódio, (TA+C) - Tratado com água e carbonato de sódio.



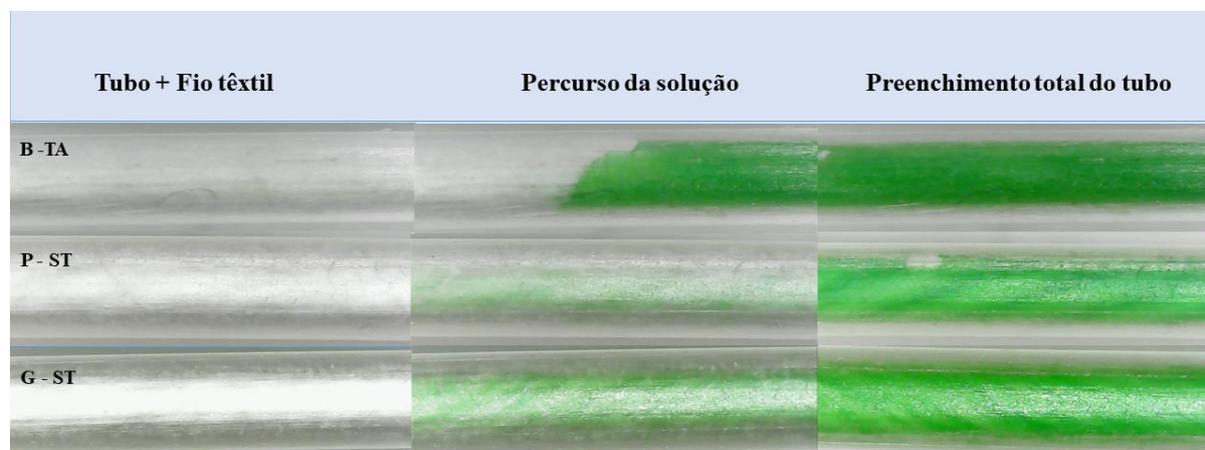
Fonte: Autor

A Figura 18 demonstra as mudanças nas características físicas das fibras após serem submetidas aos tratamentos que visam melhorar o transporte de solução por eles. A fibra de barbante em todos os tratamentos apresentou modificações físicas sendo a mais evidente o inchaço a fibra, além de ser o único fio capaz de preencher todo o interior do fio de polietileno em todas as condições citadas o que faz com que toda solução passe pelo interior da fibra, diferentemente dos outros fios têxteis estudados que não foram capazes de preencher o interior do tubo, tendo assim mais espaço disponível para que a solução passasse, sendo possível o transporte pelas fibras dos fios ou pelas lacunas de espaço disponíveis.

As fibras de poliéster demonstram praticamente as mesmas características físicas pós tratadas, exceto quando tratada apenas com carbonato que exibe um comportamento de inchaço, tal observação refletiu-se ao estudo da vazão, pois conforme apresentado na Figura 17 para esse fio, apresentou a menor vazão nesse tratamento.

Já a fibra de gaze evidenciou o seu processo de construção realizada de forma manual, assim esse perfil de torção da fibra é devido ao enrolamento de 10 fios de gases o que pode ter contribuído para um efeito de memória do transporte da solução carregadora, já que durante os experimentos pode-se observar que nesta fibra a solução primeiro é transportada pelos fios de gaze e depois pelas lacunas disponíveis no tubo. A Figura 19 apresenta as imagens digitais obtidas durante o transporte da solução pelos diferentes fios têxteis tratados com água e sem tratamento.

Figura 19. Transporte da solução dentro do tubo de polietileno. Fio têxteis: barbante – (B), Poliéster – (P), Gaze – (G). Tratamentos: Tratado em água (TA), Sem tratamento (ST).



Fonte: Autor

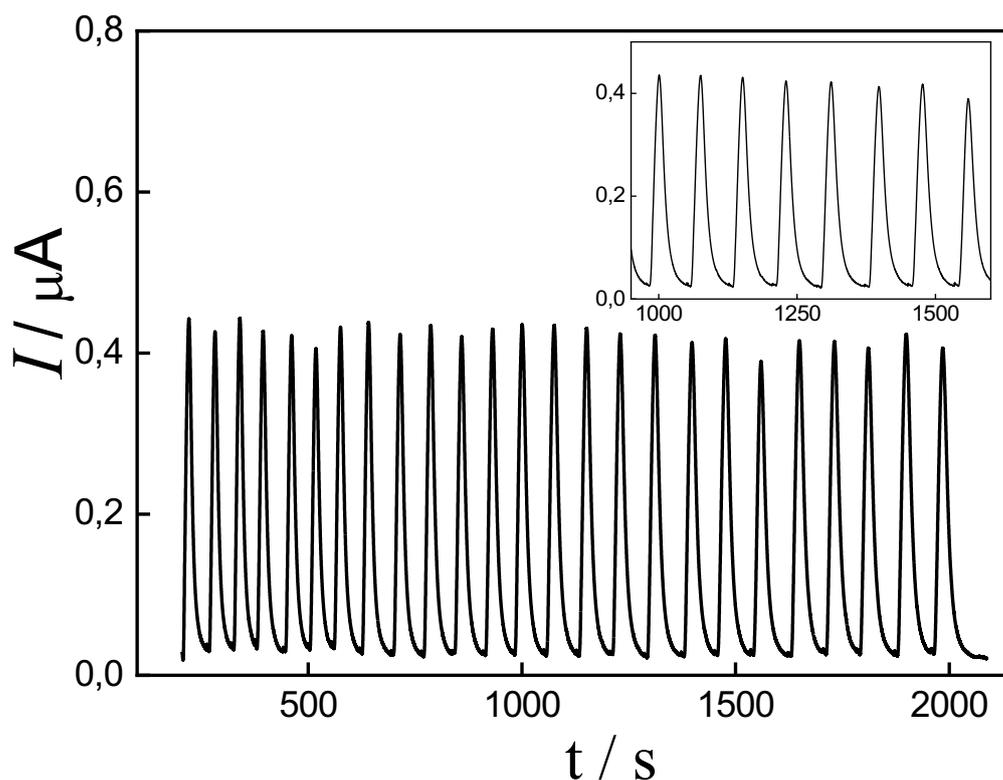
Diante do exposto acima, é evidente que o preenchimento do interior do tubo com os fios têxteis varia de acordo com cada fibra estudada, devido aos tratamentos que as fibras foram submetidas conforme mostra a Figura 19. Desta forma, com base na Figura 17 foi definido seguir o estudo com os seguintes fios têxteis: Barbante - TA; Poliéster - ST; Gaze – ST, que foram os que apresentaram os melhores resultados em termos de vazão e precisão. Logo, temos que no barbante, por se tratar de um fio volumoso, o mesmo preenche todo o interior do tubo, o que faz com que a solução transite pelo interior do fio, diferentemente das fibras de gaze e poliéster, pois ambas são mais finas do que a fibra de barbante, assim, a solução carregadora

primeiro é conduzida através dos fios e depois as lacunas vazias do tubo são preenchidas pela solução.

4.2 Aplicação eletroquímica

Como uma segunda parte do estudo, o sistema microfluídico foi acoplado à detecção eletroquímica, sendo utilizados três fios de platina como eletrodos, conforme apresentado na Figura 10. A aplicação eletroquímica neste caso tem o intuito de avaliar o número máximo de injeções consecutivas da amostra no dispositivo microfluídico, no qual foram avaliados apenas três fios, sendo: fio de barbante lavado em água, fio de poliéster e gaze sem tratamento. As análises foram realizadas medindo-se a resposta amperométrica de injeções consecutivas de uma solução de $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ $0,5 \text{ mmol L}^{-1}$ e trocando-se apenas o algodão do reservatório de saída. A Figura 20 apresenta os sinais transientes obtidos para injeções consecutivas da solução contendo o íon ferrocianeto com o fio têxtil de barbante tratado apenas em água.

Figura 20. Sinais transientes obtidos para injeções consecutivas de $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ $0,5 \text{ mmol L}^{-1}$. Solução transportadora: KCl $0,1 \text{ mol L}^{-1}$; Volume de injeção: $3 \mu\text{L}$; $E_{\text{detecção}} = +0,6 \text{ vs. Pt}$; Fio têxtil: barbante. (-) Sinais transientes referente às injeções de $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$. Inserida ampliação nos tempos de 1000 a 1600 s do amperograma para demonstrar os perfis transientes das injeções da solução de ferrocianeto.

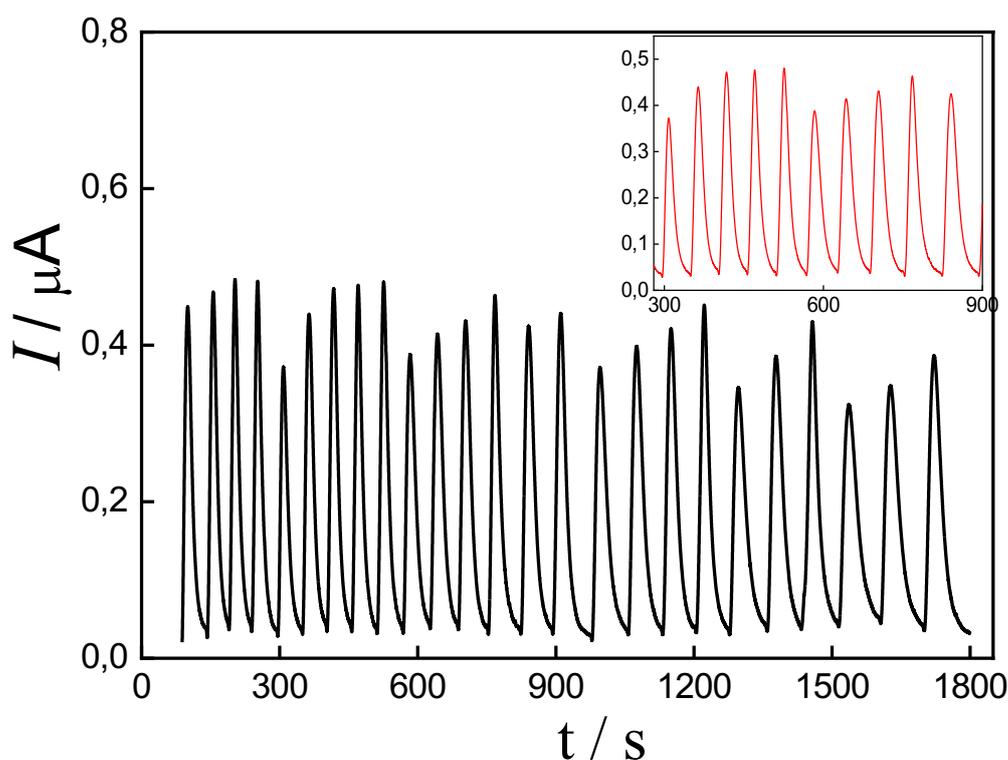


Fonte: Autor

A Figura 20 mostra o número máximo de injeções após a troca do compartimento de saída, para este, conseguiu-se 25 injeções sucessivas sem que houvesse alargamento de picos ou deformações significativas. Para esta fibra, percebe-se que é necessário esperar cerca de 15 minutos antes de se iniciar a análise para que haja uma constância de sua vazão conforme já descrito por Oliveira (2021), uma vez que iniciou esses estudos antes do tempo pré-estabelecido e constatou-se que os sinais transientes apresentam grandes variações.

Em relação ao fio de poliéster sem tratamento, pré-estabeleceu-se um tempo de espera de 5 minutos para iniciar-se as análises, uma vez que, conforme visto na Figura 15, essa fibra apresentou a maior vazão. Logo, a vazão desses sistemas ficaria constante mais rapidamente quando comparado com os outros fios. As injeções sucessivas para esse fio são apresentadas na Figura 21.

Figura 21. Sinais transientes obtidos para injeções consecutivas de $[(\text{Fe}(\text{CN})_6)^4]$ $0,5 \text{ mmol L}^{-1}$. Solução transportadora: $\text{KCl } 0,1 \text{ mol L}^{-1}$; Volume de amostra: $3 \mu\text{L}$; $E_{\text{detecção}} = +0,6 \text{ vs. Pt}$; Fio têxtil: Poliéster. (-) Sinais transientes referente às injeções de $[(\text{Fe}(\text{CN})_6)^4]$. Inserido: ampliação nos tempos de 300 a 900s do amperograma para demonstrar os perfis transientes das injeções de $[(\text{Fe}(\text{CN})_6)^4]$.

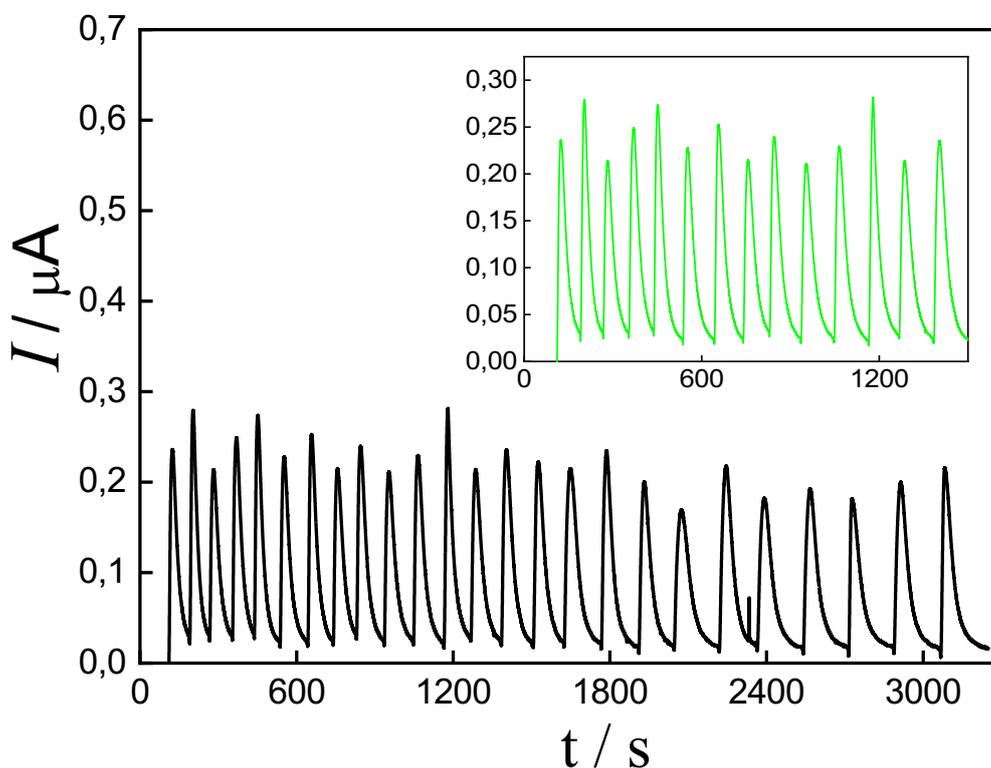


Fonte: Autor

A Figura 21 mostra que o fio de poliéster apresenta intensidades de pico bastante aleatórias e, portanto, apresenta baixa precisão, o que é concordante com as observações efetuadas durante os estudos de vazão. Para esse fio também foi possível realizar 25 injeções sucessivas sem que fosse observado alargamento ou deformações consideráveis.

O fio gaze sem tratamento necessitou-se também de um tempo pré-estabelecido de 5 minutos antes do início da análise, para que houvesse a estabilização da linha de base. Os sinais transientes obtidos para as injeções sucessivas da solução de $[(\text{Fe}(\text{CN})_6)^{4-}]$ são mostrados na Figura 22.

Figura 22. Sinais transientes obtidos para injeções consecutivas de $[(\text{Fe}(\text{CN})_6)^{4-}]$ 0,5 mmol L⁻¹. Solução transportadora: KCl 0,1 mol L⁻¹; Volume de amostra: 3 μL ; $E_{\text{deteção}} = +0,6 \text{ vs. Pt}$; Fio têxtil: gaze. (-) Sinais transientes referentes às injeções de $[(\text{Fe}(\text{CN})_6)^{4-}]$. Inserido: ampliação nos tempos de 0 a 1500s do amperograma para demonstrar os perfis transientes das injeções da solução de ferrocianeto.



Fonte: Autor

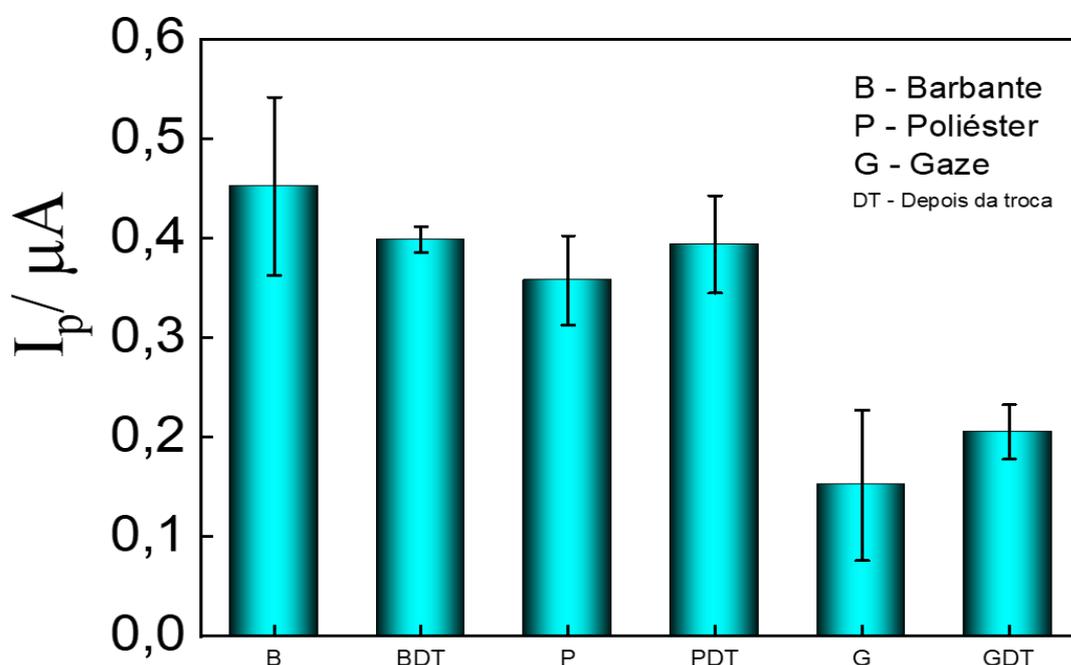
A Figura 22 exhibe um comportamento aleatório dos sinais transientes das injeções sucessivas de $[(\text{Fe}(\text{CN})_6)^{4-}]$ no fio de gaze. Esse comportamento, deve-se ao fato de a gaze apresentar a menor vazão quando comparado com os outros fios estudados, o que fez que a detecção da amostra demorasse mais em relação ao fio de poliéster (ST) e Barbante (TA), e também aos espaços vazios dentro do canal microfluídico, uma vez que os eletrodos estão

transpassando ao tubo de polietileno, o que gerou um comportamento menos repetitivo as medidas realizadas. Para este fio realizou-se também 25 injeções.

Ademais, o fio que apresentou uma maior constância entre seus sinais transientes foi a fibra de algodão, já que se trata de uma fibra mais volumosa capaz de preencher praticamente todo o tubo que é ligado ao compartimento de entrada ao de saída, fazendo com que o eletrólito de suporte e a espécie eletroativa sejam transportados pelo fio em si.

Diante do exposto, tem-se que após a troca do reservatório de saída é possível renovar o sistema, uma vez que os resultados apresentados todos foram de análises após essa troca de algodão. Uma comparação entre as intensidades de pico antes e depois da troca do reservatório de saída foi feita, sendo os resultados apresentados na Figura 23.

Figura 23. Comparação das intensidades de picos em sistema microfluídico com o emprego de diferentes fios têxteis.



Fonte: Autor

De acordo com a Figura 23, o barbante apresentou a maior intensidade de pico antes e depois da troca, porém nota-se que houve uma diminuição considerável em sua barra de erro após a troca do reservatório de saída, isto deve-se ao fator da capacidade de absorção do algodão, já que antes da troca o algodão teria atingido sua capacidade máxima de absorção e assim, seu efeito de capilaridade teria diminuído. Logo, com a troca essa capacidade absorptiva

é renovada e assim a análise retorna às condições iniciais. Esse comportamento é observado a todos os fios, o que é uma característica atrativa do sistema proposto.

5 CONCLUSÃO

Este trabalho inicialmente apresentou a construção de um sistema microfluídico a base de materiais alternativos, bem como a utilização de seringa como compartimento de saída e o êmbolo da mesma para sustentação do canal microfluídico, composto por um tubo de polietileno e fio têxteis. Este sistema mostrou-se adequado para efetuar medidas de vazão de uma solução aquosa de corante em diferentes fios têxteis.

Os estudos revelaram que os pré-tratamentos aumentaram a hidrofobicidade e a capacidade de transporte das fibras do barbante, já que em sua composição natural há uma camada de cera hidrofóbica que necessita ser retirada para que os microcanais desse fio transportem as soluções. Em relação aos demais fios estudados os pré-tratamentos não apresentaram bons resultados, uma vez que não aumentaram as vazões e nem melhoraram a precisão das medidas.

Como uma segunda parte do estudo, três fios foram selecionados para serem utilizados em um sistema microfluídico com detecção amperométrica do íon ferrocianeto. Foi constatado que todos os fios conseguiram um máximo de 25 injeções de ferrocianeto sem que houvesse deformações ou mudanças consideráveis nos picos analisados. Porém, a precisão fornecida pelos fios de poliéster não foi satisfatória.

Dessa forma, este estudo mostrou que o fio de barbante de algodão para uso em artesanato tratado apenas com água é o mais promissor para ser aplicado em um sistema microfluídico com detecção amperométrica, pois por se tratar de um fio volumoso, esse preenche todo o interior do tubo, o que faz com que a solução transite pelo interior do fio, diferentemente das fibras de gaze e poliéster, pois ambas são mais finas do que a fibra de barbante, assim, a solução carregadora primeiro é conduzida através dos fios e depois as lacunas vazias do tubo são preenchidas pela solução garantindo maiores respostas amperométricas para o ânion ferrocianeto, e respostas mais precisas.

Estudos futuros podem ser realizados como avaliar o preenchimento do tubo de polietileno com as fibras mais espessas como gaze e poliéster e realizar estudos de TGA das fibras para verificar quimicamente a alteração das fibras pós submetidas aos tratamentos estudados.

6 REFERÊNCIAS

- AUGUSTINI, D.; BERGAMINI, M. F.; MARCOLINO-JUNIOR, L. H. Low cost microfluidic device based on cotton threads for electroanalytical application. **Lab on a Chip**, 16, 345-352, 2016.
- AUGUSTINI, D.; BERGAMINI, M. F.; MARCOLINO-JUNIOR, L. H. Simple and Inexpensive Microfluidic thread based device for teaching microflow injection analysis and electrochemistry. **Jornal of Chemical Education**, 95, 8, 1411-1414, 2018.
- AUGUSTINI, D.; CAETANO, F. R.; QUERO, R. F.; SILVA, J. A. F.; BERGAMINI, M. F.; MARCOLINO-JUNIOR, L. H.; JESUS, D. P. Microfluidic devices based on textile threads for analytical applications: state of the art and prospects. **Analytical Methods**, 13, 4830-4857, 2021.
- CAETANO, F. R.; CARNEIRO, E. A.; AGUSTINI, D.; FIGUEIREDO-FILHO, L. C. S.; BANKS, C. E.; BERGAMINI, M. F.; MARCOLINO-JUNIOR, L. H. Combination of electrochemical biosensor and textile threads: A microfluidic device for phenol determination in tap water. **Biosensors and Bioelectronics**, 99, 382-388, 2018.
- CARNEIRO, E. A.; AUGUSTINI, D.; FIGUEIREDO-FILHO, L. C. S.; BANKS, C. E.; MARCOLINO-JUNIOR, L. H.; BERGAMINI, M. F. 3D-printed microfluidic device based on cotton threads for amperometric estimation of antioxidants in wine samples. **Electroanalysis**, 30, 101-108, 2017.
- CHOI, J. R.; NILGHAZ, A.; CHEN, L.; CHOU, K. C.; LU, X. Modification of thread-based microfluidic device with polysiloxanes for the development of a sensitive and selective immunoassay. **Sensors and Actuators B: Chemical**, 1043-1051, 2018.
- DESMET, C.; MARQUETTE, C. A.; BLUM, L. J.; DOUËCHE, B. Paper electrodes for bioelectrochemistry: Biosensors and biofuel cells. **Biosensors and Bioelectronics**, 76, 145-163, 2016.
- HARRISON, D. J.; MANZ, A.; FAN, Z.; LUEDI, H.; WIDMER, H. M. Capillary electrophoresis and sample injection systems integrated on a planar glass chip. **Analytical Chemistry**, 64, 1926 – 1932, 1992
- JAFFE, M.; EASTS, A. J.; FENG, X. Polyester fibers. **Thermal Analysis of Textiles and Fibers**, 133-149, 2020.
- LI, X.; TIAN, J.; SHEN, W. Thread as a versatile material for low-cost microfluidic diagnostics. **Applied Materials & Interfaces**, 2, 1-6, 2010.
- LI, Y. D.; LI, W. Y.; CHAI, H. H.; FANG, C.; KANG, Y. J.; LI, C. M.; YU, L. Chitosan functionalization to prolong stable hydrophilicity of cotton thread for thread-based analytical device application. **Cellulose**, 25, 4831-4840, 2018.

LI, Z.; MILIONIS A.; ZHENG, Y.; YEE, M.; CODISPOTI, L.; TAN, F.; POULIKAKOS, D.; YAP, C. H. Superhydrophobic hemostatic nanofiber composites for fast clotting and minimal adhesion. **Nature Communications**, 10, 5562-5572, 2019.

MALON, R. S. P.; HENG, L. H.; CÓRCOLES, E. P. Recent developments in microfluidic paper-, cloth-, and thread-based electrochemical devices for analytical chemistry. **Reviews in Analytical Chemistry**, 36, pp. 2016008, 2017.

MANZ, A.; MYAHARA, Y.; MIURA, J.; WATANABE, Y.; MIYAGE, H.; SATO, K. Design of open-tubular column liquid chromatograph using silicon chip technology. **Sensor and Actuators B: Chemical**, 1, 249-2455, 1990.

MORIANA, R.; VILAPLANA, F.; KARLSSON, S.; RIBES, A. Correlation of chemical, structural and thermal properties of natural fibres for their sustainable exploitation. **Carbohydrate Polymers**, 112, 422-431, 2014.

OLIVEIRA, A. C. M. **Desenvolvimento de um sistema microfluídico alternativo à base de fios têxteis para aplicações eletroanalíticas**. 2021.75 f. Dissertação (mestrado em Química), Instituto de Química, Universidade Federal Uberlândia, Uberlândia, 2021.

OLIVEIRA, A. C. M.; ARAÚJO, D. A. G.; PRADELA, L. A. F.; TAKEUCHI, R. M.; TRINDADE, M. A. G.; SANTOS, A. L. Threads in tubing: an innovative approach towards improved electrochemical thread-based microfluidic devices. **Lab on a Chip**, 22, 3045-3054, 2022.

PRADELA, L. A. F. **Desenvolvimento de dispositivos analíticos baseados em papel usando materiais de custo baixo**. 2020. 137 f. Tese de doutorado (Química) Instituto de Química, Universidade Federal Uberlândia, Uberlândia, 2020.

STOJANOVIC, G. M.; RADEVIC, M. M.; SAPONJIC, Z. V.; RADOICIC, M. B.; RADOVANOVIC, M. R.; POPOVIC, Z. V. Textile-based microfluidic platform for the detection of cytostatic drug concentration in sweat samples. **Applied Sciences**. 12, 4392-4406, 2020.

TAN, W.; POWLES, E.; ZHANG, L.; SHEN, W. Go with the capillary flow. Simple tread-based microfluidics. **Sensors and Actuator: B. Chemical**, 334, 129670-129686, 2021.

TERRY, S. C.; JERMAN, J. H.; ANGELL, J. B. A gas chromatographic air analyzer fabricated on silicon wafer. **IEEE Transactions on Electron Devices**, 26, 1880-1886, 1979.