

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIAS PARA A SUSTENTABILIDADE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

Ian Raffaello Gallo Godoi

Desenvolvimento de nanofibras de Pectina/HPC/PEO e Gelatina/HPC/PEO pela técnica de eletrofiação para liberação controlada de nitrogênio

Sorocaba

2026

Ian Raffaello Gallo Godoi

DESENVOLVIMENTO DE NANOFIBRAS DE PECTINA/HPC/PEO E
GELATINA/HPC/PEO PELA TÉCNICA DE ELETROFIAÇÃO PARA LIBERAÇÃO
CONTROLADA DE NITROGÊNIO

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais para obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais da Universidade Federal de São Carlos. Área de concentração: Nanociência e Nanotecnologia de Materiais.

Orientação: Prof^a. Dr^a. Tatiana Santana Ribeiro

Financiamento: CAPES

Sorocaba

2026

Gallo Godoi, Ian Raffaello

Desenvolvimento de nanofibras de Pectina/HPC/PEO e Gelatina/HPC/PEO pela técnica de eletrofição para liberação controlada de nitrogênio / Ian Raffaello Gallo Godoi -- 2026.
101f.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de São Carlos, campus Sorocaba, Sorocaba
Orientador (a): Tatiana Santana Ribeiro
Banca Examinadora: Adriana de Campos Pastre, Adriano Lopes de Souza
Bibliografia

1. Nanofibras. 2. Eletrofição . 3. Ureia. I. Gallo Godoi, Ian Raffaello. II. Título.

Ficha catalográfica desenvolvida pela Secretaria Geral de Informática (SIn)

DADOS FORNECIDOS PELO AUTOR

Bibliotecário responsável: Maria Aparecida de Lourdes Mariano -
CRB/8 6979

Folha de Aprovação

Defesa de Dissertação de Mestrado do(a) candidato(a) Ian Raffaello Gallo Godoi, realizada em 06/02/2026.

Comissão Julgadora:

Profa. Dra. Tatiana Santana Ribeiro (UFSCar)

Profa. Dra. Adriana de Campos Pastre (Embrapa)

Prof. Dr. Adriano Lopes de Souza (UFSCar)

Profa. Dra. Tania Regina Giraldi (Unifal)

Profa. Dra. Joelen Osmari da Silva (UFSCar)

IAN RAFFAELLO GALLO GODOI

DESENVOLVIMENTO DE NANOFIBRAS DE PECTINA/HPC/PEO E
GELATINA/HPC/PEO PELA TÉCNICA DE ELETROFIAÇÃO PARA LIBERAÇÃO
CONTROLADA DE NITROGÊNIO

Dissertação de Mestrado apresentada ao
Programa de Pós-Graduação em Ciência
dos Materiais para obtenção do título de
Mestre em Ciência dos Materiais da
Universidade Federal de São Carlos.
Área de concentração: Nanociência e
Nanotecnologia de Materiais.

Orientadora

Prof^ª. Dr^ª. Tatiana Santana Ribeiro

Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)

Examinadora

Prof^ª. Dr^ª. Adriana de Campos Pastre

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (Embrapa Instrumentação)

Examinadora

Prof. Dr. Adriano Lopes de Souza

Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)

Dedico este trabalho a todos os cientistas que,
movidados pela curiosidade, persistem em
buscar respostas mesmo diante da incerteza.
Que enfrentam os desafios com coragem, ética
e paixão pelo conhecimento. É por causa de
vocêis que o mundo avança.

AGRADECIMENTO

Primeiramente agradeço a toda minha família, especialmente aos meus pais, Mariane de Cássia Gallo e Michel Landgraf Mansur por todo incentivo dado até este momento, me fazendo acreditar que todos os meus sonhos são possíveis. Ao meu irmão Lucca Miguel Gallo Godoi, por me proporcionar todo suporte necessário.

À minha companheira Aniele Beatriz Dias que me deu todo apoio e esteve sempre presente, tornando a caminhada mais fluída.

Agradeço a minha professora Tatiana Santana Ribeiro, pelo apoio, paciência, orientação e suporte que me permitiram apresentar um melhor desempenho no meu processo de formação.

Agradeço aos meus amigos do DOFMA que estiveram presentes nesses anos acreditando que sempre posso ir mais longe.

Por fim, agradeço a todos os professores que me acompanharam durante esse período da UFSCar que colaboraram para meu crescimento profissional e como indivíduo questionador e crítico. O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

À todos, meu eterno obrigado.

“O importante é não parar de questionar. A curiosidade tem sua própria razão de existir.”

— Albert Einstein

RESUMO

O uso excessivo de fertilizantes, como os de nitrogênio, possuem obstáculos significativos, entre eles a contaminação de bacias hidrográficas e volatilização, que reduz sua eficiência agrônômica. Nesse contexto, o desenvolvimento de sistemas de liberação controlada surge como uma alternativa promissora para otimizar sua disponibilidade e minimizar perdas ao meio ambiente. O presente trabalho teve como objetivo desenvolver e caracterizar nanofibras poliméricas à base de pectina/HPC/PEO e gelatina/HPC/PEO, incorporadas com ureia, e realizar ensaios de liberação controlada em água usando a técnica UV-VIS. A escolha da pectina e da gelatina como matrizes poliméricas fundamentou-se no potencial do desenvolvimento de sistemas sustentáveis, alinhados com os princípios da economia circular, ao utilizar compostos biodegradáveis provenientes de resíduos industriais. As nanofibras foram produzidas pela técnica de eletrofiação, utilizando soluções poliméricas otimizadas para garantir estabilidade do processo e formação de fibras contínuas. A caracterização morfológica por microscopia eletrônica de varredura (MEV) revelou que a adição da ureia possibilitou a formação de uma rede bem definida de nanofibras contínuas, com diâmetros na escala nanométrica, entre 225 nm à 1.039 nm para as fibras de pectina, e 209 e 440 nm para as fibras de gelatina. As análises de FTIR e EDS confirmaram a incorporação da ureia e a existência de interações químicas de ligação de hidrogênio entre o fertilizante e as matrizes poliméricas. A estabilidade térmica foi investigada por TGA e DTG, indicando que a adição de ureia reduziu o *Tonset* das matrizes em 2,2 °C para a pectina e 3,3 °C para a gelatina, evidenciando um efeito de plastificação. Contudo, a incorporação elevou a temperatura de degradação da ureia para patamares superiores a 200 °C, comparado aos 130 °C da ureia livre. Ensaio de liberação controlada em meio aquoso, monitorados por espectroscopia UV-Vis, demonstraram que os sistemas nanoestruturados promoveram a liberação gradual do nutriente. A matriz de pectina apresentou uma liberação inicial mais acentuada, atingindo 68% nas primeiras horas, enquanto as fibras de gelatina exibiram um perfil mais sustentado, liberando 43% no mesmo período. Dessa forma, os materiais desenvolvidos demonstraram potencial para aplicação como sistemas de liberação controlada de fertilizantes, contribuindo para o uso mais eficiente de nutrientes na agricultura.

Palavras-chave: Nanofibras; Eletrofiação; Pectina; Gelatina; Ureia.

ABSTRACT

The excessive use of nitrogen fertilizers, such as urea, presents significant challenges, including contamination of water bodies and volatilization, which reduces its agronomic efficiency. In this context, the development of controlled-release systems emerges as a promising alternative to optimize nitrogen availability and minimize environmental losses. The present study aimed to develop and characterize polymeric nanofibers based on pectin/HPC/PEO and gelatin/HPC/PEO incorporated with urea, targeting their application in controlled nutrient release systems. The selection of pectin and gelatin as polymeric matrices was based on their potential for the development of sustainable systems, aligned with the principles of the circular economy, through the use of biodegradable compounds derived from industrial by-products. The nanofibers were produced by electrospinning, using optimized polymer solutions to ensure process stability and the formation of continuous fibers. Morphological characterization by scanning electron microscopy (SEM) revealed that the addition of urea enabled the formation of a well-defined network of continuous nanofibers with diameters on the nanometric scale, ranging from 225 nm to 1,039 nm for pectin fibers, and between 209 and 440 nm for gelatin fibers. FTIR and EDS analyses confirmed the incorporation of urea and the existence of chemical interactions between the fertilizer and the polymer matrices. Thermal stability was investigated by TGA and DTG, indicating that the addition of urea reduced the Tonset of the matrices by 2.2 °C for pectin and 3.3 °C for gelatin, evidencing a plasticizing effect. However, the incorporation raised the degradation temperature of the urea to levels above 200 °C, compared to 130 °C for free urea. Controlled release assays in aqueous medium, monitored by UV-Vis spectroscopy, demonstrated that the nanostructured systems promoted the gradual release of the nutrient. The pectin matrix showed a more pronounced initial release, reaching 68% in the first hours, while the gelatin fibers exhibited a more sustained profile, releasing 43% in the same period. Thus, the developed materials demonstrated potential for application as controlled-release fertilizer systems, contributing to a more efficient use of nutrients in agriculture.

Keywords: Nanofibers; Electrospinning; Pectin; Gelatin; Urea.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura molecular da Pectina.....	19
Figura 2 – Estrutura molecular da Gelatina.....	19
Figura 3 – Estrutura molecular da HPC.....	20
Figura 4 – Estrutura molecular do PEO.....	21
Figura 5 – Intumescimento dos polímeros em solução aquosa.....	26
Figura 6 – Agitação após o intumescimento.....	27
Figura 7A – Gaiola de Faraday.....	28
Figura 7B – Bomba de infusão.....	28
Figura 8A – Sistema de eletrofição.....	28
Figura 8B – Fonte de alta voltagem.....	28
Figura 9A – Nanofibras obtidas por eletrofição.....	35
Figura 9B – Eletrofição em andamento.....	35
Figura 10A – Amostra 4P (ampliação de 500x).....	36
Figura 10B – Amostra 4P (ampliação de 2000x).....	36
Figura 11A – Amostra 5P (ampliação de 500x).....	37
Figura 11B – Amostra 5P (ampliação de 2000x).....	37
Figura 12 – Análise de EDS das fibras de pectina com marcações para Carbono (vermelho); Nitrogênio (azul); e Oxigênio (amarelo).....	38
Figura 13 – Amostra 1G (ampliação de 1000x).....	41
Figura 14A – Amostra 2G (ampliação de 1000x).....	42
Figura 14B – Amostra 2G (ampliação de 2000x).....	42
Figura 15A – Amostra 4G (ampliação de 500x).....	43

Figura 15B – Amostra 4G (ampliação de 4000x).....	43
Figura 16A – Amostra 5G (ampliação de 1000x).....	44
Figura 16B – Amostra 5G (ampliação de 4000x).....	44
Figura 17 – Análise de EDS das fibras de gelatina com marcações para Carbono (vermelho); Nitrogênio (azul); e Oxigênio (amarelo).....	45
Figura 18 – Espectro amostra 4P (1% Pectina; 5% HPC; e 2,5% PEO) e reagentes.....	46
Figura 19 – Espectro amostra 5P (1% Pectina; 5% HPC; 2,5% PEO; 10% Ureia) e reagentes.....	48
Figura 20 – Comparação entre os espectro dos amostra 4P e 5P.....	49
Figura 21 – Comparação espectro amostras 2G e 4G.....	50
Figura 22 – Espectro amostra 4G (1% Gelatina; 5% HPC; 4% PEO) e reagentes.....	51
Figura 23 – Espectro amostra 5G (1% Gelatina; 5% HPC; 4% PEO; 10% Ureia) e reagentes.....	52
Figura 24 – Comparação espectro amostras 4G e 5G.....	53
Figura 25 – Curva termogravimétrica (TG) da amostra 4P.....	55
Figura 26 – Curva termogravimétrica (TG) da amostra 4G.....	56
Figura 27 – Curva termogravimétrica (TG) amostra 4P e 4G.....	57
Figura 28 – Curva termogravimétrica (TG) da amostra 5P.....	58
Figura 29 – Curva termogravimétrica (TG) da amostra 5G.....	61
Figura 30 – Curva termogravimétrica (TG) amostra 5P e 5G.....	62
Figura 31 – Curva termogravimétrica (TG) amostra 4P e 5P.....	64
Figura 32 – Curva termogravimétrica (TG) amostra 4P e 5G.....	65
Figura 33 – Curva de calibração para detecção de ureia.....	67

Figura 34 – Liberação cumulativa de ureia em triplicatas da amostra 5P.....	68
Figura 35 – Liberação cumulativa de ureia em triplicatas da amostra 5G.....	69
Figura 36 – Comparação entre as liberações médias de ureia para as amostras 5P e 5G.....	71
Figura 37 – Concentração de ureia liberada para as nanofibras de pectina.....	84
Figura 38 – Concentração de ureia liberada para as nanofibras de gelatina.....	85

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Dispersões utilizadas.....	26
Tabela 2 – Parâmetros utilizados para cada teste.....	28
Tabela 3 – Principais resultados para os sistemas com pectina.....	34
Tabela 4 – Análise de EDS das fibras de pectina.....	38
Tabela 5 – Principais resultados para os sistemas com gelatina.....	40
Tabela 6 – Análise de EDS das fibras de gelatina.....	45
Tabela 7 – Perda de massa em diferentes estágios amostra 4P e 4G.....	56
Tabela 8 – Perda de massa em diferentes estágios amostra 5P e 5G.....	63

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	16
1.1 Nanofibras e Eletrofiação: Fundamentos, Métodos e Aplicações	17
1.2 Polímeros (Pectina; Gelatina; HPC; PEO)	19
1.3 Liberação controlada e aplicação na agricultura	23
2. OBJETIVO	25
2.1 Objetivo Geral	25
2.2 Objetivos Específicos	25
3. MATERIAIS E MÉTODOS	26
3.1 Materiais	26
3.2 Métodos	26
3.3 Técnicas de Caracterizações: MEV; FTIR; e TGA	31
3.3.1 Análises de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	31
3.3.2 Análises de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	31
3.3.3 Análises de Termogravimetria (TGA)	32
3.4 Estudo de liberação controlada	32
4. RESULTADOS	35
4.1 Eletrofiação	35
4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	37
4.2.1 Nanofibras de Pectina	37
4.2.2 Nanofibras de Gelatina	40
4.3 Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier	47
4.3.1 Fibras Pectina	46
4.3.2 Fibras de gelatina	51
4.4 Resultados Termogravimetria (TGA)	55
4.4.1 Nanofibras sem ureia (4P e 4G)	55
4.4.2 Nanofibras com ureia (5P e 5G)	59
4.4.3 Comparação fibras com e sem ureia	64
4.5 Liberação Controlada	67
4.5.1 Curva de Calibração	67
4.5.2 Nanofibras de pectina	69
4.5.3 Nanofibras de gelatina	70
4.5.4 Comparação entre as nanofibras de pectina e gelatina	71
5. CONCLUSÃO	72
6. REFERÊNCIAS	76
ANEXO I - RESULTADOS UV-Vis	85
ANEXO II - RESULTADOS MEV/EDS	88
ANEXO III - RESULTADOS FTIR	96

1. INTRODUÇÃO

A segurança alimentar e a sustentabilidade agrícola constituem temas centrais nas discussões sobre o futuro da produção de alimentos, especialmente diante do crescimento populacional global e da necessidade de elevar a produtividade sem comprometer os recursos naturais. Segundo projeções da Organização das Nações Unidas, a população mundial deve continuar em expansão nas próximas décadas, passando de 8,2 bilhões em 2024 para um pico estimado de 10,3 bilhões por volta da metade da década de 2080 (UNITED NATIONS, 2024). Levando em consideração essa dinâmica demográfica, a Organization for Economic Co-operation and Development (OECD) e a Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO) destacam que a previsão da demanda por produtos agrícolas até 2029 tende a aumentar, intensificando a pressão sobre os sistemas de produção de alimentos (OECD, 2023; FAO, 2023).

No Brasil, a expansão agrícola enfrenta desafios importantes. De acordo com dados do Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada (IPEA), estima-se que a produção agrícola nacional crescerá cerca de 27% até 2030, enquanto a área cultivada aumentará apenas 17% (IPEA, 2022). Esse cenário aponta para uma maior produtividade por hectare, o que implica maior pressão sobre o uso da terra. Assim, o aumento da produtividade dependerá, em grande parte, da incorporação de novas tecnologias, especialmente no que diz respeito ao uso de fertilizantes (PEREIRA & CASTRO, 2022).

A grande parte dos fertilizantes aplicados no solo não é completamente absorvida pelas plantas. Pantano e colaboradores (2016) estimaram que apenas 30 a 50% do nitrogênio aplicado, e 10 a 25% do fósforo, são efetivamente absorvidos, enquanto o restante se perde no ambiente. Esse desperdício gera custos elevados para os produtores, além de contribuir para a poluição dos ecossistemas, levando à contaminação dos lençóis freáticos e eutrofização de rios e lagos, impactando diretamente a biodiversidade e a qualidade da água (PANTANO *et al.*, 2016). Além disso, a volatilização do nitrogênio e sua conversão em óxidos de nitrogênio (N₂O) representam uma preocupação climática, pois esses gases são poluentes e contribuem para o efeito estufa (KANG, *et al.*, 2009).

Com a crescente pressão por uma agricultura mais eficiente e sustentável, torna-se essencial desenvolver novos métodos que otimizem o uso dos fertilizantes e reduzam seus

impactos ambientais (ROCHA & CARDOSO, 2021). Diante desses desafios, a nanotecnologia apresenta soluções inovadoras para melhorar a eficiência e a sustentabilidade das práticas agrícolas, como a eletrofiação, que consiste em um processo que utiliza polímeros para produzir nanofibras ultrafinas, que possuem o potencial de atuar como veículos para o transporte e liberação controlada de nutrientes (SILVA, *et al.*, 2021). Essa abordagem potencializa a produtividade agrícola, e também contribui para a sustentabilidade do setor, reduzindo a dependência de insumos importados e os danos ambientais associados ao uso excessivo de fertilizantes convencionais (LOBO, 2022).

Apesar de seu grande potencial, essas inovações ainda enfrentam obstáculos, principalmente em termos de acesso e implementação, sendo pouco difundidas em várias regiões do Brasil, especialmente para os pequenos produtores agrícolas (OLIVEIRA, 2024). Portanto, torna-se essencial a disseminação de estudos que investigam a aplicação de nanomateriais na agricultura, uma vez que essas pesquisas ampliam o conhecimento científico e contribuem para o desenvolvimento de soluções mais acessíveis, eficientes e sustentáveis (ZHANG, *et al.*, 2025).

1.1 Nanofibras e Eletrofiação: Fundamentos, Métodos e Aplicações

As nanofibras são estruturas fibrosas com diâmetro na escala nanométrica, geralmente abaixo de 500 nm, com uma alta área superficial, possibilitando interações eficazes com outras substâncias, favorecendo a adsorção seletiva de moléculas ou a ancoragem de compostos ativos (ZHANG *et al.*, 2020; WANG *et al.*, 2023). Esse tipo de material apresenta características que podem ser exploradas e ajustadas de acordo com a finalidade desejada, como alta razão superfície-volume, porosidade, flexibilidade mecânica, e respostas a estímulos externos, como temperatura e pH (SUTHUTHI & SUMATHI, 2025). Essas propriedades tornam as nanofibras atrativas para aplicações em engenharia de tecidos, sistemas de liberação controlada, filtração, sensores e materiais inteligentes (REDDY *et al.*, 2021).

A eletrofiação (*electrospinning*) está entre os principais métodos utilizados para a produção dessas fibras, e consiste no uso de forças eletrostáticas para esticar soluções,

comumente dispersões poliméricas, gerando fibras contínuas com diâmetros na faixa nanométrica (LI & XIA, 2004). O processo de eletrofiação envolve quatro componentes principais: (i) uma fonte de alta voltagem; (ii) uma seringa acoplada a uma agulha metálica contendo a solução polimérica; (iii) uma bomba de infusão; e (iv) um coletor, geralmente metálico (MERCANTE & CORRÊA, 2023).

A bomba de infusão é utilizada para manter um fluxo constante da solução pelo sistema, enquanto a fonte de alta tensão aplica uma diferença de potencial entre a agulha e o coletor, que permanecem separados por uma curta distância. Ao sair da agulha, a solução polimérica adquire uma configuração cônica, conhecida como cone de Taylor, consequente da voltagem aplicada. Quando as cargas eletrostáticas superam a tensão superficial do cone de Taylor, o jato polimérico é formado. Durante o percurso da agulha até o coletor, o solvente evapora e forma-se as nanofibras sólidas (GHOMI *et al.*, 2022).

Além da eletrofiação convencional, variações como a eletrofiação coaxial permitem a produção de fibras núcleo-casca, úteis para encapsular compostos ativos como fármacos ou nutrientes. Outras modificações, como a eletrofiação em campo magnético ou com solução em emulsão, também possibilitam o controle de estrutura e funcionalidade das fibras (QU *et al.*, 2013; BLAHOWICZ & EHRMANN, 2020).

A morfologia e o diâmetro das nanofibras obtidas por eletrofiação dependem de diversos fatores, que podem ser agrupados em três categorias principais: (i) parâmetros da solução, como viscosidade, condutividade elétrica e tensão superficial; (ii) parâmetros do processo de eletrofiação, como voltagem aplicada, distância entre a agulha e o coletor, e o fluxo de vazão; e (iii) condições ambientais, como umidade relativa e temperatura (GREINER & WENDORFF, 2007).

A técnica de eletrofiação possibilita a alteração de parâmetros experimentais para manipular as características e propriedades das fibras, sendo possível obter materiais com diversas finalidades (GREINER & WENDORFF, 2007). No campo da engenharia de tecidos, as nanofibras oferecem uma matriz tridimensional com porosidade adequada para o crescimento e diferenciação celular, simulando a matriz extracelular (BHARDWAJ & KUNDU, 2010). Em sistemas de liberação controlada, as nanofibras funcionam como matrizes encapsulantes, liberando o agente ativo de maneira gradual e previsível, conforme

estímulos externos, como pH, temperatura ou umidade (SUTHUTHI & SUMATHI, 2025). Essas propriedades também tornam as nanofibras excelentes para sistemas de filtração de água e ar, sensores químicos e eletrônicos flexíveis, além de revestimentos antimicrobianos (ZAHMATKESHAN *et al.*, 2025).

Dessa forma, a eletrofiação oferece diversas vantagens, sendo uma técnica versátil e acessível, utilizando equipamentos relativamente simples, condições controláveis e baixo custo. Esse procedimento permite a produção de uma ampla gama de materiais fiáveis, possibilitando a fabricação contínua de fibras poliméricas ultrafinas em escala micrométrica e nanométrica, sem a necessidade de altas temperaturas ou pressões. Além disso, também apresenta escalabilidade e confiabilidade na produção de fibras ultrafinas a partir de soluções poliméricas naturais e de origem biológica (COLÍN-OROZCO *et al.*, 2024; TABARESTANI & JAFARI, 2019; HUANG *et al.*, 2022).

1.2 Polímeros (Pectina; Gelatina; HPC; PEO)

Os polímeros naturais e sintéticos têm sido amplamente explorados na produção de nanofibras por eletrofiação, principalmente devido à sua capacidade de formar estruturas contínuas, flexíveis e funcionalmente adaptáveis (XUE *et al.*, 2019). As dispersões utilizadas no processo de eletrofiação possuem relação direta com a formação de nanofibras, assim como suas características e propriedades (GREINER & WENDORFF, 2007).

A incorporação de compostos naturais no desenvolvimento de novos materiais se torna um tópico relevante, uma vez que podem resultar no aprimoramento de propriedades cruciais para abordar problemas atuais, como contaminação do meio ambiente (STELLA *et al.*, 2020). Entre essas substâncias se destacam a gelatina, um biopolímero derivado do colágeno, e a pectina um polissacarídeo natural obtido predominantemente de frutas cítricas, maçãs e beterrabas (HASSAN *et al.*, 2023; DANG *et al.*, 2024).

A pectina (Figura 1) e a gelatina (Figura 2) oferecem vantagens similares, devido à sua biocompatibilidade, biodegradabilidade e presença de grupos funcionais que permitem interações químicas específicas, podendo ser incorporada em sistemas de liberação controlada, especialmente na encapsulação de nutrientes ou compostos bioativos

(CAMPA-SIQUEIROS *et al.*, 2020; HOSSEINI *et al.*, 2022; NÓBREGA, 2023). Além disso, tanto a gelatina como a pectina são subprodutos industriais e ganham atenção como componentes na economia circular, promovendo a valorização de resíduos orgânicos ao convertê-los em materiais de alto valor agregado (AMBLI *et al.*, 2023; RAHMAN *et al.*, 2023).

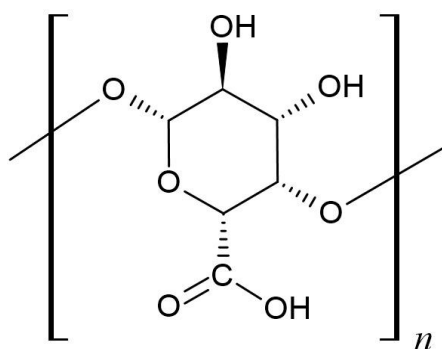


Figura 1. Estrutura molecular da Pectina.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

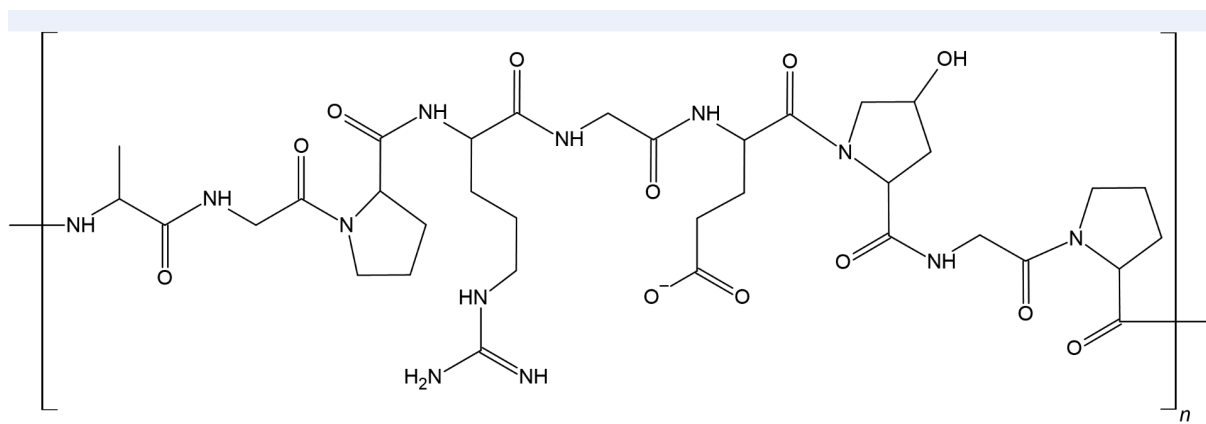


Figura 2. Estrutura molecular da Gelatina.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Embora a pectina e a gelatina ofereçam benefícios relevantes, a eletrofição desses polímeros impõe desafios significativos, como a necessidade de uma reticulação eficiente para garantir a estabilidade estrutural e prevenir a dissolução em temperatura ambiente. Além disso, a obtenção da morfologia desejada pode ser dificultada pela sensibilidade aos parâmetros operacionais do processo de eletrofição (CAMPIGLIO *et al.*, 2019). Dessa

forma, para otimizar a formação de nanofibras é necessário utilizar compostos adicionais, como a hidroxipropilcelulose (HPC) e o poli(óxido de etileno) (PEO) (STELLA *et al.*, 2020).

A hidroxipropilcelulose (HPC) (Figura 3) é um polímero derivado da celulose, obtido pela hidroxipropilação dos grupos hidroxila, resultando em um reagente solúvel em água com aplicações versáteis (WEI *et al.*, 2022). A sua utilidade na eletrofiação está relacionada principalmente ao aprimoramento de propriedades físicas, como a viscosidade, contribuindo para o processo de formação de nanofibras contínuas e homogêneas, assim como no controle do diâmetro do material (CHINATANGKUL *et al.*, 2020). El-Newehy e colaboradores (2018) verificaram que a incorporação de HPC em fibras de poli(álcool vinílico) (PVA) e polivinilpirrolidona (PVP) resultou em uma melhora significativa de propriedades mecânicas e estabilidade térmica, principalmente em relação ao ajuste da viscosidade e da tensão superficial da solução (EL-NEWEHY *et al.*, 2018). Esses fatores podem influenciar as soluções de pectina e gelatina, uma vez que esses compostos possuem grupos carboxila e hidroxila, que interagem com grupos hidroxila presente no HPC, uma tendência observada no estudo de Xu *et al.* (2022) em sistemas de pectina.

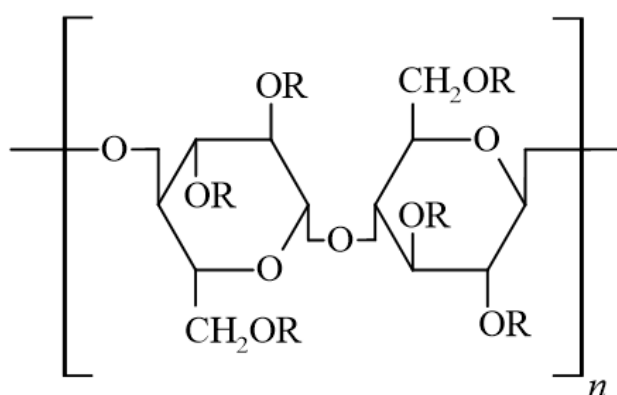


Figura 3. Estrutura molecular da HPC.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Outro ponto favorável da HPC é a sua biodegradabilidade e biocompatibilidade, que a tornam adequada para aplicações biomédicas, além de facilitar a hidratação mais rápida e a dissolução uniforme da dispersão. Apesar do HPC apresentar propriedades vantajosas na fabricação de nanofibras, em sistemas com viscosidade elevada ainda é necessário realizar a

Outro fator relevante refere-se à elevada solubilidade do óxido do PEO em meio aquoso, característica que possibilita sua utilização em processos de eletrofição considerados mais sustentáveis, uma vez que permitem o uso de solventes de menor impacto ambiental. Essa propriedade amplia a versatilidade do PEO, viabilizando sua aplicação em diferentes áreas, como sistemas de liberação controlada, engenharia de tecidos, aplicações biomédicas e desenvolvimento de materiais funcionais (GROTHER et al., 2017).

Nesse contexto, no presente trabalho foram utilizados os polímeros gelatina, pectina, hidroxipropilcelulose (HPC) e poli(óxido de etileno) (PEO) com o objetivo de desenvolver nanofibras à base de materiais biodegradáveis. Esses polímeros apresentam propriedades físico-químicas distintas e complementares, como hidrofílicidade, capacidade de formação de filmes, biocompatibilidade e adequada processabilidade, favorecendo sua combinação em sistemas poliméricos híbridos (KOTATHA et al., 2019).

A gelatina destaca-se por sua natureza proteica e elevada afinidade com água, enquanto a pectina apresenta caráter polissacarídico e capacidade de inchamento em meio aquoso (KOWALSKI *et al.*, 2019). A HPC atua como agente modificador de viscosidade e estabilidade da solução, ao passo que o PEO contribui para a melhoria da processabilidade e da formação de fibras contínuas durante a eletrofição (STELLA *et al.*, 2020; LIN *et al.*, 2023). Em conjunto, esses materiais tornam-se candidatos promissores para o desenvolvimento de sistemas sustentáveis voltados à liberação controlada de compostos ativos, como fertilizantes, fármacos ou agentes bioativos (KOTATHA et al., 2019).

1.3 Liberação controlada e aplicação na agricultura

A liberação controlada de fertilizantes é uma estratégia fundamental para otimizar a eficiência nutricional das plantas, reduzindo perdas por lixiviação e volatilização, e promovendo uma absorção mais equilibrada dos nutrientes (COLÍN-OROZCO et al., 2024). Segundo Colín-Orozco *et al.* (2024), as nanofibras oferecem vantagens significativas na agricultura, permitindo a liberação controlada de agroquímicos, como fertilizantes e pesticidas, melhorando a eficiência e reduzindo impactos ambientais (COLÍN-OROZCO *et al.*, 2024). A eletrofição, ao resultar em fibras com alta área superficial e porosidade, facilita

a incorporação de compostos ativos e o controle da taxa de liberação, contribuindo para práticas agrícolas eficazes e sustentáveis (COLÍN-OROZCO *et al.*, 2024).

Um exemplo da aplicação de nanofibras na agricultura é demonstrado por Kampeerappun e Phanomkate (2013) que desenvolveram fibras bicomponentes por eletrofiação coaxial, compostas por uma camada externa de polihidroxibutirato (PHB) e um núcleo contendo poli(ácido lático) (PLA) misturado com fertilizante. O material obtido apresentou características biodegradáveis e atuou como reservatórios para os fertilizantes, que foram liberados de forma controlada ao longo do tempo. Os autores observaram que a diminuição do fluxo da solução de PLA reduziu a taxa de liberação do fertilizante, enquanto a concentração do fertilizante influenciou a quantidade total liberada, mas não a velocidade da liberação (KAMPEERAPAPPUN & PHANOMKATE, 2013). O sistema demonstrou capacidade de liberação por até um mês sem degradação significativa das fibras, evidenciando seu potencial para aplicações agrícolas que buscam maior eficiência e menor impacto ambiental (KAMPEERAPAPPUN & PHANOMKATE, 2013).

Outra pesquisa que evidencia a eficácia das fibras eletrofiadas é apresentado por Castro-Enríquez *et al.* (2012), que produziram membranas homogêneas e finas de glúten de trigo (WG) por meio da técnica de eletrofiação, obtendo fibras orientadas com espessura média de 40 μm e estrutura assimétrica e porosa. As membranas foram carregadas com ureia para formar pastilhas destinadas à liberação prolongada do fertilizante. Os estudos por FTIR e DSC evidenciaram interações entre a ureia e as proteínas do glúten por ligações de hidrogênio, indicando uma boa incorporação do fertilizante na matriz polimérica. A liberação da ureia em água apresentou um perfil bifásico, com rápida liberação inicial nos primeiros 10 minutos seguida de liberação mais lenta, alcançando cerca de 98% do fertilizante liberado em aproximadamente 300 minutos. A análise térmica demonstrou que o sistema mantém estabilidade até 117 °C, o que é adequado para aplicações agrícolas (CASTRO-ENRÍQUEZ *et al.*, 2012).

Estudos recentes têm explorado o desenvolvimento de sistemas nanofibrosos baseados em biopolímeros para aplicações em encapsulamento e liberação controlada, destacando a complexidade das interações moleculares. Xu *et al.* (2022) demonstraram que a combinação de pectina com polímeros sintéticos ocorre predominantemente por ligações de hidrogênio. Min *et al.* (2022) evidenciaram a eficácia da pectina como revestimento funcional adsorvido

por interações eletrostáticas, atuando como uma barreira para o controle cinético de liberação de compostos ativos. Celebioglu *et al.* (2022) ressaltaram que a incorporação de moléculas auxiliares hidroxipropiladas, similares ao HPC, pode promover o emaranhamento das cadeias poliméricas, facilitando a eletrofiação em sistemas aquosos sem a necessidade de solventes tóxicos. Dessa forma, a incorporação do PEO e do HPC às matrizes de pectina e gelatina visa estabelecer uma rede interpenetrada estabilizada por uma densa malha de ligações de hidrogênio entre os grupos hidroxila, amina e carbonila, provendo a viscoelasticidade necessária para a formação de nanofibras.

Esses resultados demonstram que a eletrofiação de nanofibras oferece uma plataforma versátil para o desenvolvimento de sistemas de liberação controlada de fertilizantes, em que parâmetros como composição polimérica, arquitetura da fibra e espessura da camada podem ser ajustados para atender às especificidades agronômicas e condições ambientais (CASTRO-ENRÍQUEZ *et al.*, 2012; KAMPEERAPAPPUN & PHANOMKATE, 2013). Assim, esses sistemas podem promover uma prática agrícola mais sustentável e eficiente, alinhada aos princípios da economia circular e à redução dos impactos ambientais causados pelo uso excessivo de fertilizantes convencionais (SHARMA *et al.*, 2023).

2. OBJETIVO

2.1 Objetivo Geral

Desenvolver nanofibras carregadas com nitrogênio utilizando o processo de eletrofiação, a partir de ureia e polímeros biodegradáveis como pectina e gelatina, com o intuito de avaliar sua liberação controlada.

2.2 Objetivos Específicos

- Desenvolver nanofibras carregadas com nitrogênio, utilizando o processo de eletrofiação, a partir de ureia, pectina e gelatina em diferentes proporções.
- Caracterizar nanofibras obtidas a partir de técnicas de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR); Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV); Análise Termogravimétrica (TGA); Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).

- Avaliar o perfil de liberação das nanofibras através de um estudo de liberação controlada em água caracterizado por Espectrofotometria na região do Ultravioleta e Visível (UV-Vis)

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

Os reagentes utilizados no preparo dos sistemas poliméricos tem grau de pureza analítica, com as seguintes especificações: Pectina cítrica (Genu® tipo LM-102 CP, Kelco Brasil S.A.); poli(óxido de etileno) (PEO) (Aldrich®, Mw 600 kDa); Hidroxipropilcelulose (HPC) (Ahsland®, klucel™ elf pharm). A gelatina utilizada neste projeto, proveniente de cápsulas farmacêuticas de gelatina mole, foi fornecida pela indústria farmacêutica Saudável Brasil S.A. A ureia utilizada neste trabalho foi fornecida pela empresa Yara Brasil S.A. Os componentes empregados no sistema de eletrofiação foram: Fonte de alta voltagem (Spellman® CZE1000R); Bomba de infusão (Samtronic® 670); Seringa de 70 ml; Placa metálica; e papel alumínio.

3.2 Métodos

A metodologia utilizada para obtenção de nanofibras por eletrofiação consiste em duas etapas principais: (i) preparo dos sistemas poliméricos (proporções e composições específicas), e (ii) processo de eletrofiação (parâmetros específicos).

(i) Preparo dos sistemas poliméricos

Para o preparo dos sistemas, os polímeros foram dispersos em água. O volume total de solvente foi dividido igualmente entre os diferentes componentes das fibras, o que possibilitou a adição separada de cada reagente polimérico. Dessa forma, os polímeros foram inicialmente submetidos ao processo de intumescimento (Figura 5), conforme descrito por Cano et al. (2023).



Figura 5. Intumescimento dos polímeros em solução aquosa.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

O intumescimento ocorre quando um material sólido, geralmente um polímero, absorve um líquido sem que haja dissolução imediata. Durante esse processo, o solvente penetra nos espaços intermoleculares entre as cadeias poliméricas, promovendo o afastamento dessas cadeias e aumentando a mobilidade molecular. Como consequência, observam-se alterações nas propriedades mecânicas do material, como redução da rigidez e aumento da flexibilidade (GANJI et al., 2010; YOUNIS et al., 2023; BAJD et al., 2024).

Essas modificações estruturais facilitam a posterior dispersão e solubilização dos polímeros, contribuindo para a obtenção de misturas mais homogêneas. O processo de intumescimento é amplamente empregado no preparo de hidrogéis, filmes poliméricos, cápsulas, fibras naturais ou sintéticas, bem como em sistemas destinados à liberação controlada de substâncias (GANJI et al., 2010).

Em seguida, as dispersões de HPC, PEO e pectina ou gelatina, foram misturadas cuidadosamente com o auxílio de um bastão de vidro e um agitador magnético, evitando a formação de bolhas de ar, até homogeneização da solução (Figura 6) (CANO *et al.*, 2023).



Figura 6. Agitação após o intumescimento.
 Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

De acordo com os estudos de AL-ABDULJABBAR & FAROOQ (2023), a concentração ideal de material polimérico total em um sistema que possibilite a formação de nanofibras varia entre 10% a 20% (m/v). Dessa forma, essa faixa de concentração foi utilizada como referência para a determinação dos primeiros sistemas utilizados neste trabalho (Tabela 1), que foram caracterizados e utilizados como base para definição da composição de cada teste subsequente.

Tabela 1. Dispersões utilizadas.

Teste	Sistema
1P	10% Pectina; 10% HPC, 1% PEO
2P	5% Pectina; 10% HPC, 5% PEO
3P	2% Pectina; 10% HPC, 5% PEO
4P	1% Pectina; 5% HPC, 2,5% PEO
5P	1% Pectina; 5% HPC, 2,5% PEO; 10% Ureia
1G	1% Gelatina; 5% HPC, 2,5% PEO
2G	1% Gelatina; 5% HPC, 5% PEO
3G	1% Gelatina; 5% HPC, 10% PEO
4G	1% Gelatina; 5% HPC, 4% PEO
5G	1% Gelatina; 5% HPC, 4% PEO; 10% Ureia

Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

(ii) Processo de eletrofiação

O processo de eletrofiação foi conduzido no interior de uma gaiola de Faraday (Figura 7A), a fim de minimizar interferências eletromagnéticas externas. A solução polimérica foi previamente preparada e transferida para uma seringa, posteriormente acoplada a uma bomba de infusão (Figura 7B), permitindo o controle preciso da vazão durante a extrusão (HOLSTON & STOKES, 2024). A seringa, equipada com uma agulha de aço inoxidável, foi conectada a uma fonte de alta voltagem (Figura 8A e 8B), que aplicou uma diferença de potencial entre o eletrodo emissor (agulha) e o contraeletrodo, constituído por uma placa de metal revestida com papel alumínio. O coletor foi posicionado a uma distância de 18 cm da agulha (AL-ABDULJABBAR & FAROOQ, 2023).

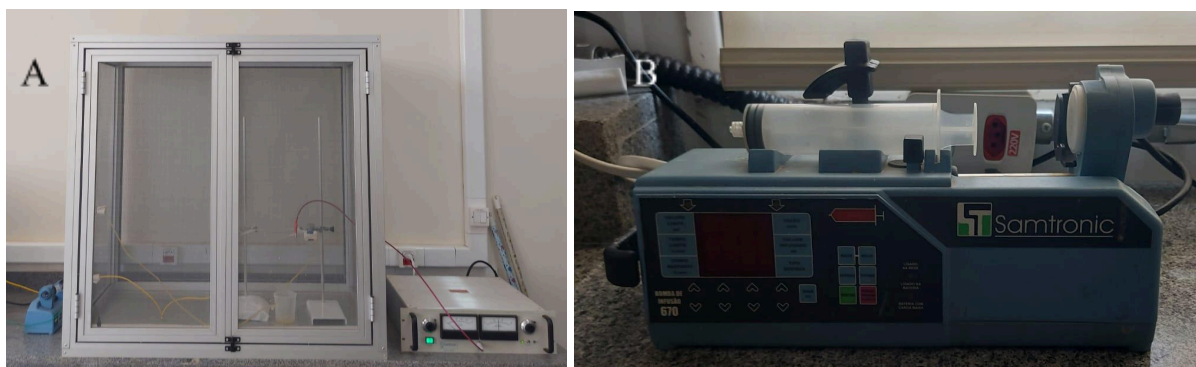


Figura 7. (A) Gaiola de Faraday; (B) Bomba de infusão.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

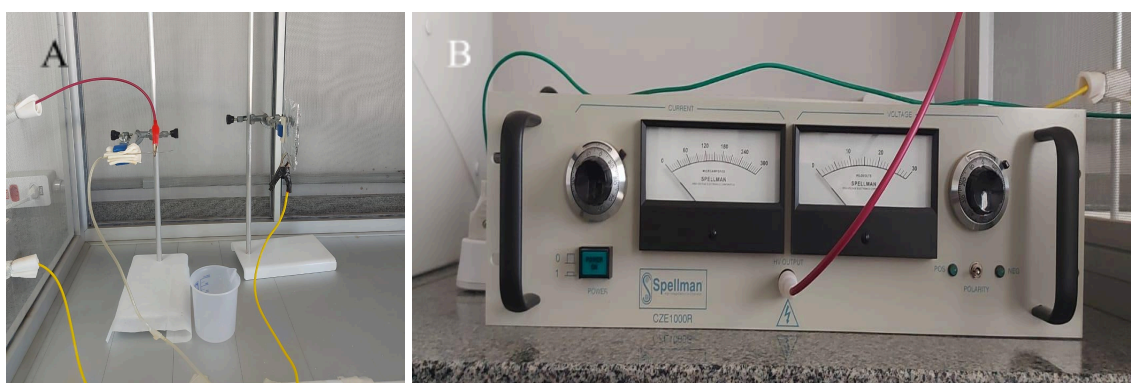


Figura 8. (A) Sistema de eletrofiação; (B) Fonte de alta voltagem.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Durante o processo, diversos parâmetros foram ajustados com o objetivo de otimizar a formação e a morfologia das nanofibras. Dentre os principais fatores operacionais avaliados, destacam-se a voltagem aplicada, e a vazão da solução polimérica (BAKAR *et al.*, 2018). Cada combinação experimental foi realizada com um conjunto específico de condições, conforme descrito na Tabela 2, com duração de 1h. No final do processo, as fibras obtidas foram dispostas em placas de petri e armazenadas em uma geladeira, com temperatura aproximadamente de 5°C e baixa umidade (50%-60%), por uma semana até a realização das análises de caracterização.

Tabela 2. Parâmetros utilizados para cada teste.

Teste	Sistema
1P	10% Pectina; 10% HPC, 1% PEO
2P	5% Pectina; 10% HPC, 5% PEO
3P	2% Pectina; 10% HPC, 5% PEO
4P	1% Pectina; 5% HPC, 2,5% PEO
5P	1% Pectina; 5% HPC, 2,5% PEO; 10% Ureia
1G	1% Gelatina; 5% HPC, 2,5% PEO
2G	1% Gelatina; 5% HPC, 5% PEO
3G	1% Gelatina; 5% HPC, 10% PEO
4G	1% Gelatina; 5% HPC, 4% PEO
5G	1% Gelatina; 5% HPC, 4% PEO; 10% Ureia

Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

3.3 Técnicas de Caracterizações: MEV; FTIR; e TGA

3.3.1 Análises de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As análises de microscopia eletrônica de varredura foram realizadas com o microscópio eletrônico Prisma E (Thermo Scientific®), capaz de realizar caracterizações sob diferentes condições, pois conta com modos baixo vácuo e ambiental (ESEM), além de possuir a tecnologia ColorSEM devido ao acessório EDS (Detector de Energia Dispersiva), possibilitando verificar a composição química da amostra. Todas as amostras analisadas foram metalizadas com ouro, com espessura de 15 nanômetros, antes de serem submetidas às análises. Imagens com aumentos de 100x; 500x; 1000x; 2000x; e 4000x foram obtidas. Para realizar a medição das nanofibras, foi utilizado o programa ImageJ®. Todas as imagens provenientes das análises de MEV foram agrupadas e organizadas no Anexo I.

3.3.2 Análises de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A análise da composição química dos materiais foi realizada por meio de Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), utilizando um espectrômetro FT-IR Tensor II (Bruker®). Para as nanofibras, optou-se pela técnica de Reflexão Total Atenuada (ATR), que permite a caracterização direta de amostras sólidas. As condições analíticas incluíram varredura no intervalo de 4000 a 520 cm^{-1} , resolução de 4 cm^{-1} e 64 varreduras.

Para determinar as bandas dos espectros das nanofibras, também foi realizado as análises dos reagentes puros (Pectina; Gelatina; HPC; PEO; Ureia). Nesse caso, os espectros foram obtidos pelo método de pastilhas de brometo de potássio (KBr). O intervalo de varredura foi ajustado para 4000 a 400 cm^{-1} , mantendo-se a resolução de 4 cm^{-1} e 64 varreduras, de modo a assegurar comparabilidade entre os dados. Os dados brutos foram tratados utilizando o software OriginLab®, permitindo a elaboração de gráficos para auxiliar no processo de avaliação dos resultados.

3.3.3 Análises de Termogravimetria (TGA)

A análise termogravimétrica (TGA) foi realizada com o objetivo de avaliar a estabilidade térmica e o comportamento de degradação das amostras de nanofibras, para isso foi utilizado um equipamento termogravimétrico da PerkinElmer, previamente calibrado com padrão de alumel-ferro. As análises foram conduzidas sob atmosfera inerte de nitrogênio, com vazão constante de $50 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$, a fim de evitar processos oxidativos durante o aquecimento.

As amostras foram inicialmente equilibradas à temperatura de $30 \text{ }^\circ\text{C}$, sendo então aquecida de $30 \text{ }^\circ\text{C}$ até $800 \text{ }^\circ\text{C}$, a uma taxa de aquecimento constante de $10 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. A variação de massa foi monitorada continuamente ao longo de todo o experimento, permitindo a identificação das etapas de desidratação, degradação térmica e decomposição do material polimérico.

3.4 Estudo de liberação controlada

Os ensaios de liberação controlada de ureia foram conduzidos com o objetivo de avaliar o comportamento cinético de liberação do nutriente a partir das nanofibras poliméricas à base de pectina/HPC/PEO e gelatina/HPC/PEO. Para cada sistema polimérico, as análises foram realizadas em triplicata, sendo as amostras identificadas como P1, P2 e P3 para as fibras de pectina, e G1, G2 e G3 para as fibras de gelatina.

Inicialmente, foi pesada uma massa de $0,15 \text{ g}$ para cada amostra, que em seguida foram inseridas no interior de uma membrana semipermeável, com o objetivo de retardar a degradação total da matriz polimérica, possibilitando analisar os efeitos da difusão da ureia para o meio aquoso, como descrito em metodologias baseadas em liberação controlada (RANJAN & JHA, 2019).

As membranas contendo as fibras foram posicionadas individualmente em béqueres, aos quais foram adicionados 35 mL de água destilada, constituindo o meio de liberação. Durante todo o ensaio, os sistemas foram mantidos sob agitação leve e constante, de modo a assegurar a homogeneidade da solução e minimizar gradientes de concentração no meio,

garantindo que as alíquotas coletadas fossem representativas da concentração real de ureia (RANJAN & JHA, 2019).

As coletas foram realizadas em intervalos regulares de 30 minutos, o volume retirado para cada análise foi repostado com o mesmo volume de água destilada, de modo a manter constante o volume total do sistema ($V_0=35$ mL) ao longo de todo o experimento. Esse procedimento de retirada e reposição de alíquotas é utilizado em ensaios de liberação e dissolução, sendo necessário aplicar correções matemáticas adequadas para a obtenção de perfis cumulativos representativos do processo real de liberação (ARONSON, 1993; SALT, 2021).

As alíquotas foram analisadas em um espectrofotômetro UV-Vis Global Trade Technology® da linha Global Analyzer, realizando-se a leitura de absorbância na região do ultravioleta, no intervalo de comprimento de onda de 300 nm à 200 nm, com absorção máxima no comprimento de onda de 202 nm. Devido ao aumento progressivo da concentração de ureia ao longo do ensaio, as amostras foram diluídas antes da leitura espectrofotométrica, de forma a manter os valores de absorbância dentro da faixa linear da curva de calibração. Para isso, um volume ($V_{amostra}$) da alíquota retirada foi completado com água destilada até um volume final fixo (V_{final}), sendo o fator de diluição (FD) calculado de acordo com a Equação (1):

$$FD = \frac{V_{final}}{V_{amostra}} \quad (1)$$

A quantificação da ureia foi realizada a partir de uma curva de calibração previamente estabelecida, construída com soluções padrão de ureia, utilizando o mesmo comprimento de onda. A partir da equação da reta da calibração, os valores de absorbância (A) foram convertidos em concentração da amostra diluída (C_{dil}), conforme a Equação (2):

$$C_{dil} = \frac{A - b}{a} \quad (2)$$

em que a representa o coeficiente angular e b o intercepto da curva de calibração. A concentração real de ureia no meio de liberação (C_n , em $g \cdot L^{-1}$) foi então obtida pela correção do valor calculado pelo fator de diluição, conforme a Equação (3):

$$C_n = C_{dil} \cdot FD \quad (3)$$

A partir da concentração real, foi determinada a massa de ureia removida em cada coleta (m_n), considerando o volume retirado no intervalo correspondente, conforme a Equação (4):

$$m_n = C_n \cdot V_{s,n} \quad (4)$$

onde $V_{s,n}$ é expresso em litros. Considerando que o volume retirado foi repostado a cada coleta, a massa cumulativa de uréia liberada até o tempo n (M_n) foi calculada levando-se em conta tanto a massa removida nas coletas anteriores quanto a massa de ureia presente no meio no tempo considerado, conforme a Equação (5), em que V_0 corresponde ao volume total do meio de liberação (35 mL):

$$M_n = C_n \cdot V_0 + \sum_{i=1}^{n-1} C_i \cdot V_{s,n} \quad (5)$$

O cálculo cumulativo de liberação de compostos com amostragem periódica e reposição de volume baseia-se em metodologias de correção matemática descritas na literatura, que consideram a remoção de amostras e o efeito acumulado nas observações subsequentes (ARONSON, 1993; SALT, 2021). Para fins de comparação entre os diferentes sistemas poliméricos, os valores de massa cumulativa liberada foram normalizados em relação ao valor máximo experimental obtido para cada amostra, permitindo a construção dos perfis de liberação cumulativa percentual, conforme a Equação (6):

$$\%Liberada = \frac{M_n}{M_{máx}} \cdot 100 \quad (6)$$

As análises foram conduzidas até a estabilização dos valores de absorbância, indicando o término do processo de liberação. Esse comportamento foi observado após aproximadamente 3 horas para as fibras de pectina e 3 horas e 30 minutos para as fibras de gelatina, evidenciando diferenças na cinética de liberação associadas à natureza das matrizes poliméricas.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Eletrofiação

Os resultados obtidos de cada dispersão estudada foram agrupados na Tabela 3, que apresenta o número do experimento, assim como todos os dados de composição e parâmetros de eletrofiação. Os primeiros testes realizados foram formulados baseados em uma quantidade de massa polimérica próxima aos 20% (m/v), um valor que demonstra resultados promissores em sistemas poliméricos de eletrofiação descritos na literatura (AL-ABDULJABBAR & FAROOQ, 2023). Dessa forma, os experimentos preliminares (teste 1P; 2P; e 3P) revelaram informações importantes sobre o comportamento das dispersões elaboradas.

Tabela 3. Principais resultados para os sistemas com pectina.

Amostra	Sistema	Parâmetros de eletrofiação (distância placa-agulha, voltagem e vazão)	Principal Resultado
1P	10% Pectina; 10% HPC; 1% PEO	Sistema impróprio para eletrofiação	Muito viscosa para eletrofiação
2P	5% Pectina; 10% HPC; 5% PEO	Sistema impróprio para eletrofiação	Muito viscosa para eletrofiação
3P	2% Pectina; 10% HPC; 5% PEO	Sistema impróprio para eletrofiação	Muito viscosa para eletrofiação
4P	1% Pectina; 5% HPC; 2,5% PEO	18 cm; 16 kv; 3,0 ml/h	Formação de nanofibras
5P	1% Pectina; 5% HPC; 2,5% PEO; 10% Ureia	18 cm; 16 kv; 3,0 ml/h	Formação de nanofibras

Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

A amostra 1P (10% Pectina; 10% HPC; 1% PEO) demonstrou características impróprias para o processo de eletrofiação, com uma alta viscosidade, que impossibilitou um fluxo contínuo da agulha para o coletor, além de entupir a agulha. Para determinar se a proporção massa/volume estava muito alta, foi realizado a amostra 2P (5% Pectina; 10% HPC; 5% PEO), utilizando novamente uma proporção próxima a 20% (m/v), porém, a concentração de pectina foi reduzida e a concentração de PEO foi aumentada. Essa mudança foi determinada pelo fato do PEO auxiliar no processo de eletrofiação, devido ao alto peso molecular e excelente solubilidade em água (MA & ZHANG, 1999; LIN *et al.*, 2023). Esse aumento de viscosidade é essencial para a formação de um jato contínuo e estável, evitando a quebra do fluxo e a formação de esferas ("beads") durante o processo, como observado por Huang *et al.* (2003). Entretanto, o sistema apresentou características e adversidades similares à amostra 1P, com uma alta viscosidade que resultava no entupimento da agulha.

Esse resultado é indicativo que os dois primeiros testes possuíam uma massa polimérica elevada, portanto, a quantidade de polímeros presente nos experimentos seguintes foi reduzida com o intuito de obter uma proporção que possibilitasse a formação de nanofibras (HUANG *et al.*, 2003). Dessa forma, a amostra 3P (2% Pectina; 10% HPC; 5% PEO) foi elaborada com uma menor quantidade de pectina, mas ainda apresentava resultados similares às amostras 1P e 2P. Apenas com a amostra 4P (1% Pectina; 5% HPC; 2,5% PEO) foram obtidas as primeiras nanofibras de pectina (Figura 9A e 9B).

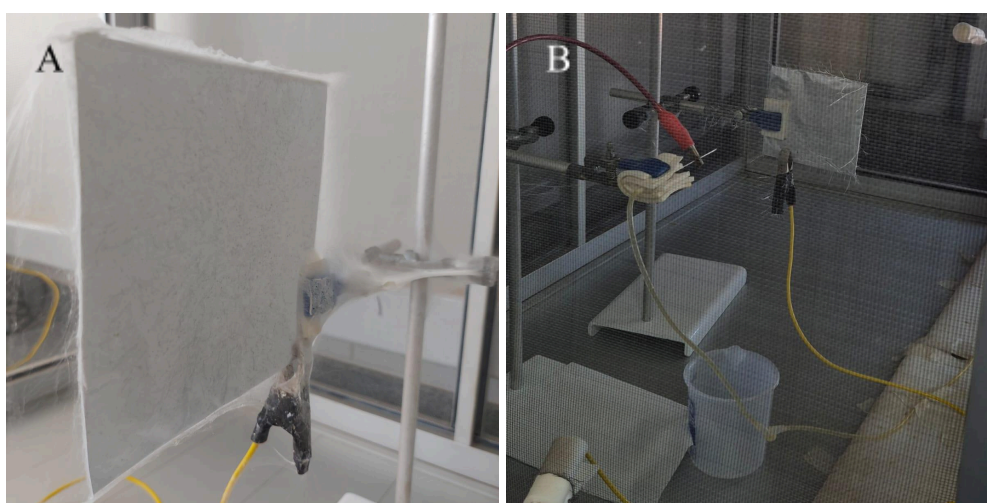


Figura 9. (A) Nanofibras obtidas por eletrofiação; (B) Eletrofiação em andamento.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Todos os testes que resultaram na formação de materiais de interesse na placa coletora foram avaliados pela análise de MEV, a fim de averiguar a formação de nanofibras, assim como suas características morfológicas. Esses resultados foram utilizados como base para ajustar os testes subsequentes.

4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

4.2.1 Nanofibras de Pectina

A amostra 4P (1% Pectina; 5% HPC; 2,5% PEO) (Figura 10A e 10B) revelou a formação de fibras contínuas com variação de diâmetros em escala nanométrica, entre 266 nm a 896 nm, apresentando uma média de 567 nm (± 142 nm). O material apresentou morfologia heterogênea, evidenciada pela variação na densidade de fibras ao longo da amostra. Algumas regiões da imagem mostraram uma rede de fibras bem distribuídas, enquanto outras apresentaram áreas com baixa concentração ou até ausência de fibras. Além disso, observou-se a presença de esferas (“beads”) e acúmulos de material polimérico aglutinado, indicando que parte da solução não foi eletrofiada adequadamente (AL-ABDULJABBAR & FAROOQ, 2023; HUANG *et al.*, 2003).

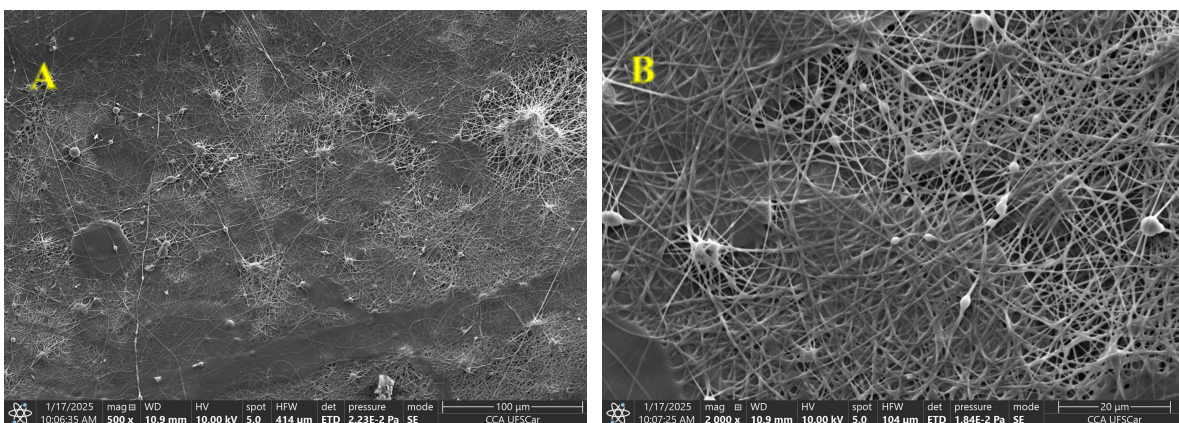


Figura 10. (A) Amostra 4P (ampliação de 500x); (B) Amostra 4P (ampliação de 2000x).
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Apesar dessa amostra resultar na obtenção de nanofibras, esses dados demonstram a necessidade da otimização do preparo da dispersão e do processo de eletrofiação para as fibras de pectina, com o objetivo de adquirir um material com morfologia homogênea, ideal para incorporação de nutrientes nas fibras (MCCUNE, 2018).

As micrografias da amostra 5P (1% Pectina; 5% HPC; 2,5% PEO; 10% Ureia) (Figura 11A e 11B), demonstraram uma rede bem definida de nanofibras, com diâmetros entre 225 nm à 1.039 nm, e média de 461 nm (± 196 nm). Esses resultados refletem uma formação consistente de fibras, geralmente associada a condições processuais otimizadas (HE *et al.*, 2020).

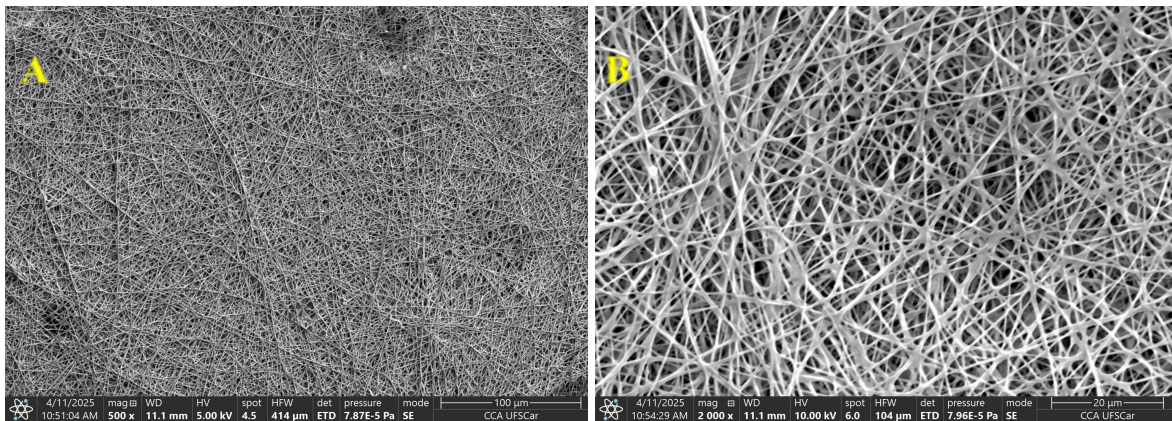


Figura 11. (A) Amostra 5P (ampliação de 500x); (B) Amostra 5P (ampliação de 2000x).
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Comparando os resultados obtidos da amostra 4P e 5P, é possível verificar que a adição da ureia auxiliou no processo de eletrofiação, isso pode ser explicado pelo fato da ureia aumentar a condutividade elétrica do sistema e possivelmente interferir na estrutura do material ao interagir com a matriz polimérica (CARROLL-BASSHAM & BRETTMANN, 2024). O material obtido apresentou uma maior homogeneidade quando comparado com a amostra 4P, com quantidade menor de esferas e regiões com material não eletrofiado, e formação de fibras com diâmetros médio menor que a amostra 4P, indicando a formação de nanofibras mais finas, ideais para aplicação em sistemas de liberação controlada (KAKORIA & SINHA-RAY, 2018; AL-ABDULJABBAR & FAROOQ, 2023).

Para averiguar a dispersão de nitrogênio pelas fibras, foi realizada a análise de EDS, dessa forma foi selecionada uma região do material que apresentou menor homogeneidade morfológica, possibilitando a comparação entre áreas contendo fibras contínuas e *beads*. O espectro obtido evidencia a presença predominante de carbono (C), oxigênio (O) e nitrogênio (N), conforme apresentado na Figura 12 e quantificado na Tabela 4. A detecção desses elementos é consistente com a composição dos polímeros utilizados no preparo das soluções.

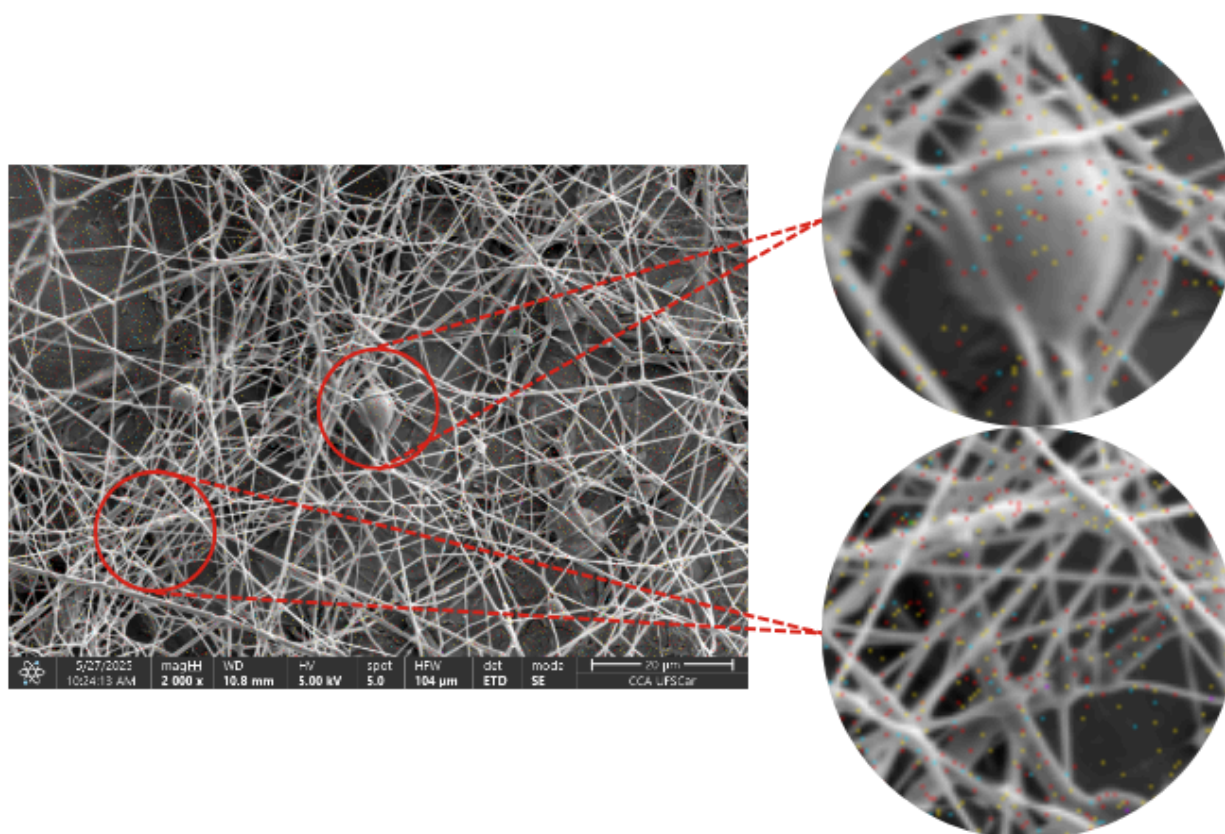


Figura 12. Análise de EDS das fibras de pectina com marcações para Carbono (vermelho); Nitrogênio (azul); e Oxigênio (amarelo).

Tabela 4. Análise de EDS das fibras de pectina.

Elemento	Atômica (%)	Erro Atômica (%)	Massa (%)	Erro massa (%)
C	30,2	0,2	25,0	0,2
N	16,0	0,8	15,5	0,8
O	53,8	0,4	59,5	0,5

Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Os resultados mostram que o oxigênio é o elemento majoritário, correspondendo a 53,8% em porcentagem atômica e 59,5% em porcentagem em massa. Esse teor é compatível com a presença de grupos funcionais oxigenados, como hidroxilas, carbonilas ou éteres, característicos dos polímeros utilizados. O carbono apresentou 30,2% em porcentagem atômica e 25,0% em massa, refletindo sua presença na estrutura da matriz polimérica.

O nitrogênio foi detectado em quantidade significativa, com 16,0% em porcentagem atômica e 15,5% em porcentagem em massa, valores que confirmam a incorporação do componente nitrogenado na estrutura do material.

A detecção de nitrogênio tanto em regiões contendo fibras contínuas quanto em regiões com beads indica que esse elemento encontra-se distribuído ao longo da estrutura fibrosa, não estando restrito a áreas específicas. Esse resultado sugere que as variações morfológicas observadas por microscopia eletrônica de varredura estão associadas a aspectos do processo de eletrofiação, e não a diferenças na composição química do material.

De modo geral, os dados de EDS confirmam a composição elementar esperada para o sistema polimérico estudado e indicam uma incorporação homogênea dos constituintes químicos, reforçando a eficiência do processo de preparo das soluções e da eletrofiação.

4.2.2 Nanofibras de Gelatina

Para definir a composição do primeiro teste de gelatina, foi utilizado como parâmetro os resultados obtidos nos testes de pectina. Dessa forma, o primeiro sistema de gelatina elaborado possuía a mesma concentração de HPC e PEO que a amostra 4P, substituindo a concentração de 1% de pectina por 1% de gelatina (Tabela 5).

Tabela 5. Principais resultados para os sistemas com gelatina.

Amostra	Sistema	Parâmetros de eletrofiação (distância placa-agulha, voltagem e vazão)	Principal Resultado
1G	1% Gelatina; 5% HPC; 2,5% PEO	18 cm; 16 kv; 3,0 ml/h	Ausência de fibras
2G	1% Gelatina; 5% HPC; 5% PEO	18 cm; 13 kv; 3,0 ml/h	Formação de nanofibras
3G	1% Gelatina; 5% HPC; 10% PEO	Sistema impróprio para eletrofiação	Muito viscosa para eletrofiação
4G	1% Gelatina; 5% HPC; 4% PEO	18 cm; 14 kv; 3,0 ml/h	Formação de nanofibras
5G	1% Gelatina; 5% HPC; 4% PEO; 10% Ureia	18 cm; 16 kv; 5,0 ml/h	Formação de nanofibras

Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

A amostra 1G (1% Gelatina; 5% HPC; 2,5% PEO) apresentou morfologia irregular (Figura 13), sem formação clara de fibras, evidenciando estruturas amorfas, o que impossibilitou a análise dimensional. Esse efeito é consequente de condições impróprias para o processo de eletrofiação, como a composição da dispersão ou parâmetros inadequados (LI & SUN, 2022).

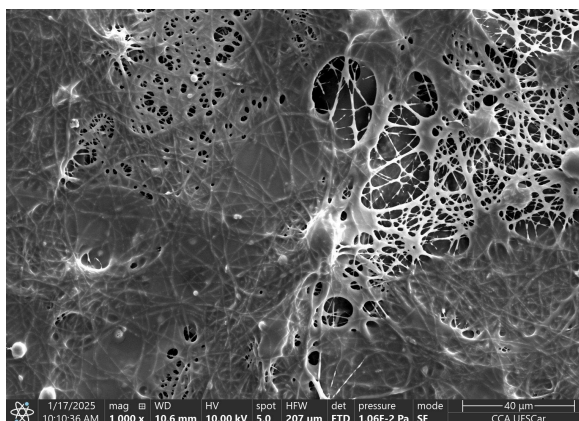


Figura 13. Amostra 1G (ampliação de 1000x).
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Além disso, esse comportamento pode estar relacionado às diferenças de viscoelasticidade e outras propriedades físico-químicas entre a gelatina e a pectina, como condutividade elétrica, tensão superficial e capacidade de formação de rede, que afetam diretamente a estabilidade do jato durante a eletrofição. Este teste revelou diferenças nítidas no comportamento das dispersões de pectina e gelatina, evidenciando a necessidade de alterações experimentais para adquirir nanofibras à base de gelatina (RIGHI *et al.*, 2012).

Devido a ausência de fibras na amostra 1G, aumentou-se a proporção de PEO na solução, com o intuito de averiguar o efeito da concentração de PEO no processo de formação de nanofibras. Dessa forma, a amostra 2G (1% Gelatina; 5% HPC; 5% PEO) (Figura 14A e 14B) evidenciou a formação de fibras com morfologia heterogêneas, com variação de diâmetros entre 354 nm à 1.273 nm, apresentando uma média de 601 nm e desvio padrão de ± 181 nm. Também foi observada a formação de esferas no material.

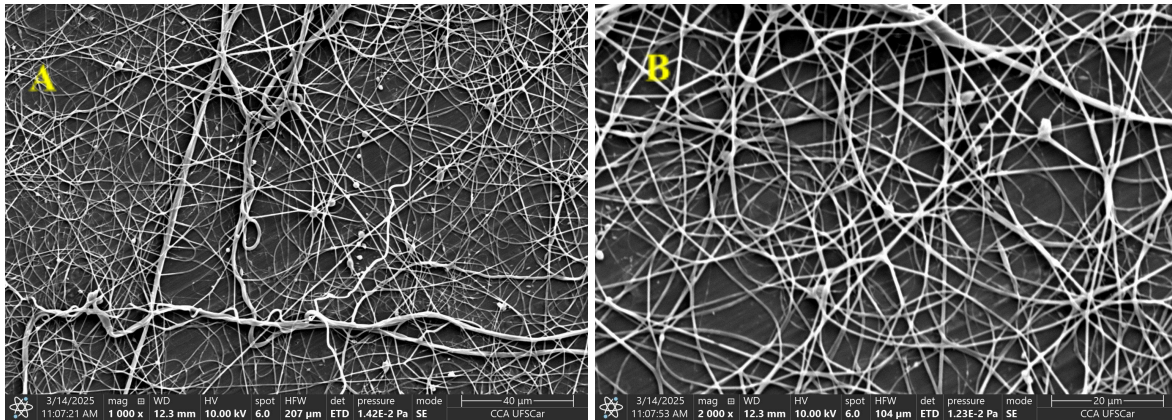


Figura 14. (A) Amostra 2G (ampliação de 1000x); (B) Amostra 2G (ampliação de 2000x).
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Outro aspecto observado na amostra 2G foi a necessidade de ajuste da voltagem aplicada em função da concentração de PEO na solução. A maior concentração do polímero levou à utilização de tensões mais baixas, pois ao se ultrapassar o limite de 13 kV, observou-se o fechamento do circuito elétrico e o estabelecimento de um fluxo contínuo de corrente elétrica entre a agulha e o coletor. Esse fenômeno, conhecido como arco elétrico ou descarga disruptiva, ocorre quando o campo elétrico excede o limiar dielétrico do sistema, promovendo a ionização do meio e a condução direta da corrente. Nessa condição, o processo de eletrofiação é inviabilizado, pois a formação do jato de Taylor é interrompida, impedindo a geração de nanofibras (CENGIZ-ÇALLIOGLU *et al.*, 2012).

Os resultados demonstram como o aumento na concentração de PEO proporcionou uma melhoria no processo de formação de nanofibras ao aumentar o emaranhamento das cadeias poliméricas e reduzir a rigidez da matriz polimérica, devido às ligações de hidrogênio, nas quais os grupos amina e hidroxila da gelatina interagem com os átomos de oxigênio da cadeia do PEO. Apesar dessa melhoria, a morfologia heterogênea do sistema sugere a necessidade de otimizações adicionais dos parâmetros experimentais, como o ajuste do fluxo do polímero ou da viscosidade da solução (ŠIRC *et al.*, 2012; HE *et al.*, 2020).

Levando esses dados em consideração, foram estabelecidos dois sistemas subsequentes, um com uma maior concentração de PEO - amostra 3G (1% Gelatina; 5% HPC; 10% PEO) - e outro com uma concentração de PEO menor - amostra 4G (1% Gelatina; 5% HPC; 4% PEO) - entre os valores da amostra 1G (2,5% PEO) e 2G (5% PEO).

A amostra 3G apresentou características impróprias para o processo de eletrofição, assim como os primeiros 3 testes de pectina, com alta viscosidade, que impedia o fluxo contínuo da dispersão no sistema e acarretava no entupimento da agulha. Já amostra 4G apresentou diferenças marcantes com os experimentos anteriores, o material obtido apresentou morfologia mais homogeneizada, com uma maior quantidade de nanofibras (Figura 15A e 15B).

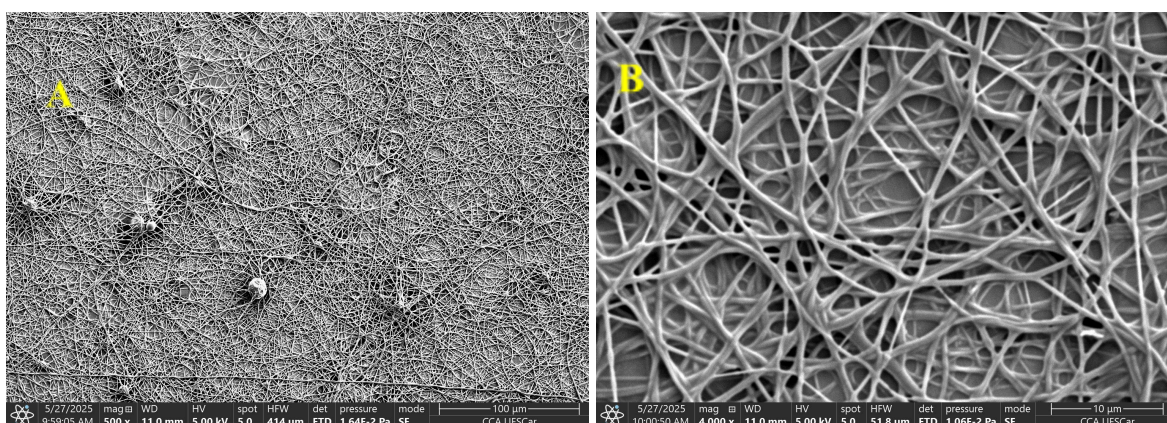


Figura 15. (A) Amostra 4G (ampliação de 500x); (B) Amostra 4G (ampliação de 4000x).
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Ainda foi possível visualizar a formação de esferas, porém com uma baixa frequência, não comprometendo a estrutura fibrilar, e os diâmetros obtidos são compatíveis com requisitos para aplicação em liberação controlada de nutrientes, variando entre 237 nm e 690 nm, com uma média de 460 nm (± 96 nm). Assim, a formulação demonstrou estabilidade morfológica e desempenho promissor para aplicações funcionais, justificando sua escolha para a etapa subsequente de incorporação da ureia (HE *et al.*, 2020; EL-HADI & AL-JABRI, 2016).

A adição de ureia na amostra 5G resultou em uma mudança considerável na morfologia do material (Figura 16A e 16B), indicando influência do fertilizante no sistema, possivelmente atuando como plastificante. A micrografia revelou a formação de nanofibras com característica heterogênea, com a presença de esferas ao decorrer das fibras, além de regiões com ausência de material eletrofiado. As fibras obtidas apresentaram diâmetros entre

209 nm a 440 nm, com uma média de 286 nm (± 54 nm). As esferas analisadas demonstraram diâmetros entre 485 nm à 1.763, com uma média de 940 nm (± 345 nm).

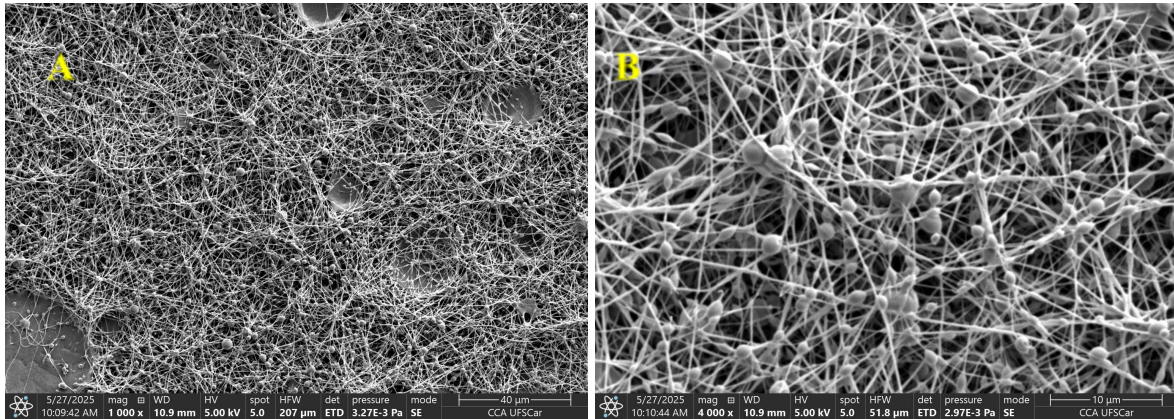


Figura 16. (A) Amostra 5G (ampliação de 1000x); (B) Amostra 5G (ampliação de 4000x).
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

A formação das esferas pode estar relacionada às alterações nas propriedades físico-químicas da dispersão após a adição da ureia, como mudanças na viscosidade, condutividade elétrica e tensão superficial, parâmetros que afetam diretamente a estabilidade do jato e a formação contínua de fibras durante a eletrofiação (KUMBAR & LAURENCIN, 2014). No entanto, embora essas estruturas possam ser consideradas indesejáveis do ponto de vista morfológico, sua presença após a adição da ureia pode ser vantajosa em sistemas de liberação controlada, funcionando como reservatórios pontuais do nutriente (COLÍN-OROZCO *et al.*, 2024).

Para verificar a presença de nitrogênio nessas esferas, foi realizada a análise de EDS (Figura 17), que também quantificou o carbono (C), oxigênio (O) e nitrogênio (N), no material (Tabela 6).

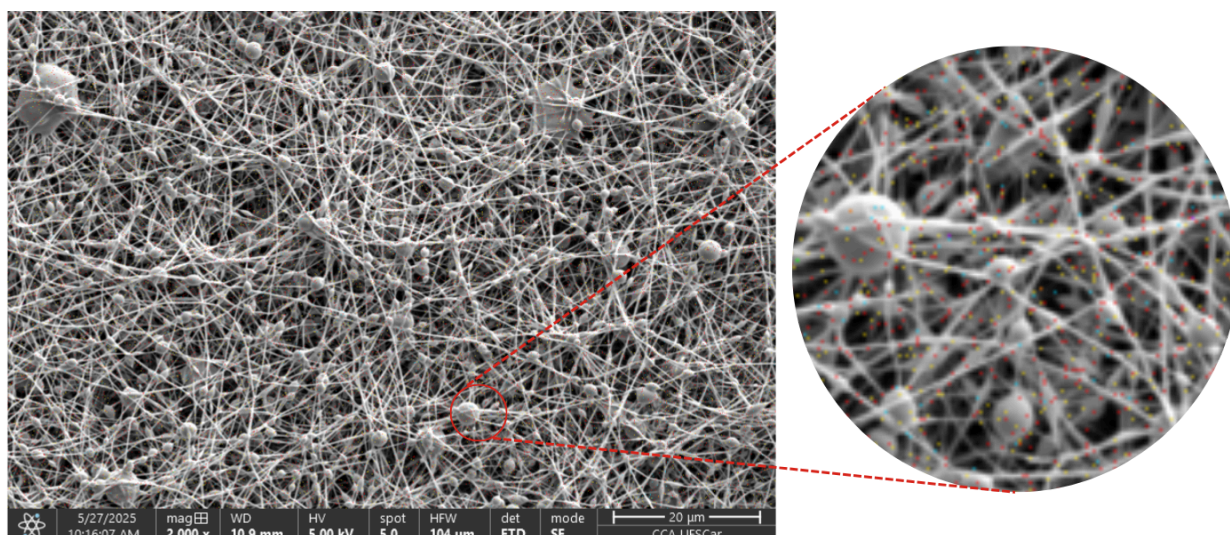


Figura 17. Análise de EDS das fibras de gelatina com marcações para Carbono (vermelho); Nitrogênio (azul); e Oxigênio (amarelo).
 Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Tabela 6. Análise de EDS das fibras de gelatina.

Elemento	Atômica (%)	Erro Atômica (%)	Massa (%)	Erro massa (%)
C	35,1	0,2	29,4	0,2
N	12,8	0,8	12,5	0,8
O	52,0	0,4	58,0	0,5

Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Os resultados quantitativos indicam que o oxigênio é o elemento majoritário, com 52,0% em porcentagem atômica e 58,0% em porcentagem em massa, valor compatível com a presença de grupos funcionais oxigenados característicos da matriz polimérica. O carbono apresentou 35,1% em porcentagem atômica e 29,4% em porcentagem em massa, refletindo a estrutura orgânica predominante do material.

O nitrogênio foi detectado em quantidade significativa, correspondendo a 12,8% em porcentagem atômica e 12,5% em porcentagem em massa, indicando uma possível incorporação do componente nitrogenado no sistema polimérico. Quando comparados a outras regiões do material, eventuais variações nos teores relativos dos elementos podem estar

associadas à heterogeneidade morfológica local, como a presença de *beads* ou variações no diâmetro das fibras. De modo geral, os dados de EDS obtidos para esta amostra corroboram a composição elementar esperada para o material estudado e indicam que o processo de eletrofiação foi eficiente na incorporação dos constituintes químicos, mantendo uma composição compatível entre diferentes regiões analisadas.

4.3 Resultados Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier

4.3.1 Fibras Pectina

Os espectros de FTIR foram normalizados pelo método de intensidade máxima, foi utilizado a banda de maior intensidade absoluta como referência para o escalonamento de 0 a 1, permitindo a comparação qualitativa das variações de intensidade e deslocamentos das demais bandas. A amostra 4P (Figura 18) revelou características típicas de sistemas híbridos poliméricos com interações intermoleculares. Observa-se uma banda larga em torno de 3436 cm^{-1} , atribuída ao estiramento de grupos O–H presentes na HPC e em polissacarídeos como a pectina, refletindo também a presença de água (CEGIELSKA *et al.*, 2022).

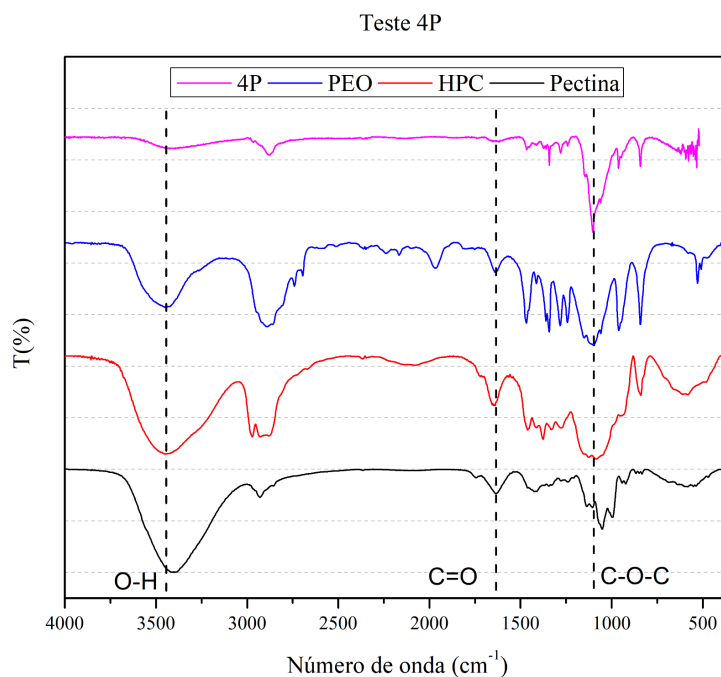


Figura 18. Espectro amostra 4P (1% Pectina; 5% HPC; e 2,5% PEO) e reagentes.

Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Nas regiões de 2920–2850 cm^{-1} , foram observadas bandas associadas às vibrações de estiramento C–H de grupos CH_2/CH_3 , relacionados a presença de PEO ou de componentes com cadeias metiladas (MCCUNE *et al.*, 2018). Já no intervalo de 1740–1600 cm^{-1} surgem bandas relativas à vibração C=O de grupos éster e COO–, que refletem o grau de esterificação da pectina e possíveis interações de ligações de hidrogênio com HPC e PEO (MCCUNE *et al.*, 2018).

As bandas entre 1200 e 1000 cm^{-1} correspondem ao estiramento C–O–C de ligações glicosídicas presentes tanto na pectina quanto no PEO, confirmando a presença de ambos os polímeros na nanofibra. Alterações sutis de intensidade ou deslocamentos nessas bandas indicam compatibilização molecular e interações por ligação de hidrogênio entre os componentes, conforme observado em estudos de blendas de pectina/PEO (MCCUNE *et al.*, 2018).

Esses resultados sugerem a incorporação dos reagentes nas nanofibras, fatores que favorecem a integridade estrutural e o desempenho funcional, tornando-as adequadas para aplicações em liberação controlada (UTRACKI, 2002; GARLOTTA, 2001; KUMBAR *et al.*, 2014).

Na amostra 4P o espectro FTIR apresentou uma banda alargada em torno de 3436 cm^{-1} , atribuída ao estiramento O–H de hidroxilas da pectina e HPC, e à presença de água ligada, típica de sistemas polissacarídicos (CEGIELSKA *et al.*, 2022). Já na amostra 5P (Figura 19), que inclui além desses componentes a ureia, observa-se o deslocamento da banda para cerca de 3330–3417 cm^{-1} , possivelmente devido às vibrações de N–H da ureia e maior influência de ligações de hidrogênio (DRANNIKOV *et al.*, 2025).

Teste 5P

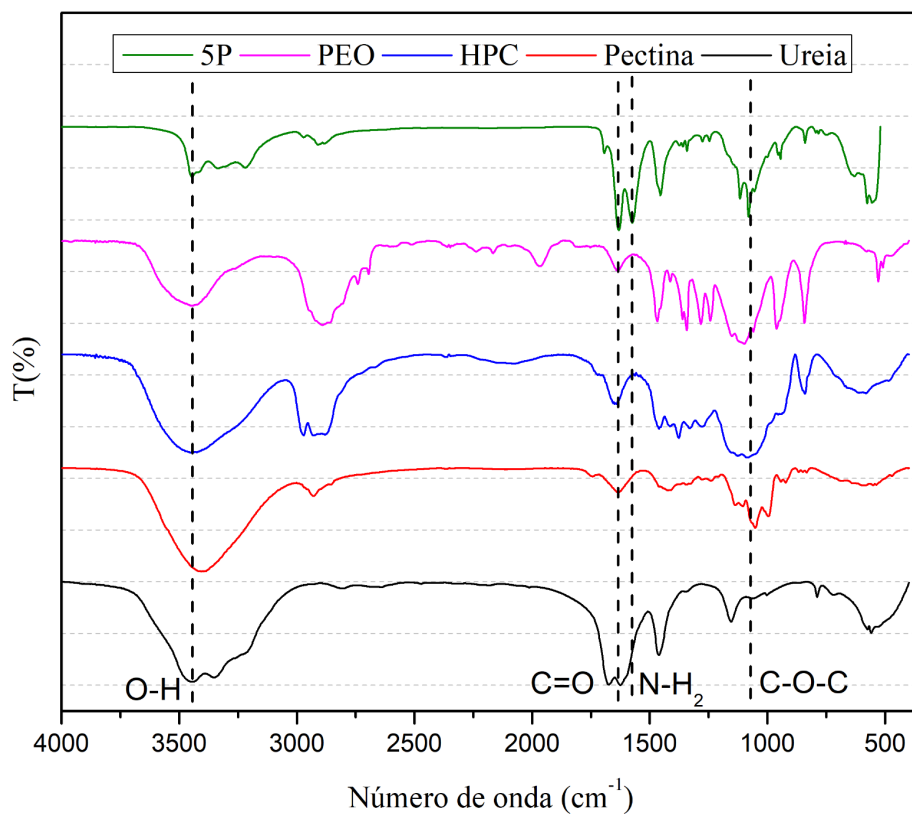


Figura 19. Espectro amostra 5P (1% Pectina; 5% HPC; 2,5% PEO; 10% Ureia) e reagentes.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Nas regiões de $2920\text{--}2850\text{ cm}^{-1}$, ambas as amostras mostram bandas correspondentes às vibrações de C–H (CH_2/CH_3), confirmando a presença de PEO. Entretanto, na amostra 5P, houve um leve aumento de intensidade, o que pode indicar interações entre a ureia e a cadeia polimérica, potencialmente impactando a mobilidade molecular e a conformação do PEO (CEGIELSKA *et al.*, 2022).

As bandas no intervalo de $1740\text{--}1600\text{ cm}^{-1}$ são características do grupo éster (C=O) da pectina, porém também são atribuídas à vibração de C=O e N–H da uréia, indicando a presença do composto no material (DRANNIKOV *et al.*, 2025). As absorções entre 1200 e 1000 cm^{-1} são referentes ao estiramento C–O–C das ligações glicosídicas da pectina e da cadeia molecular do PEO, presentes em ambas as amostras, com um leve deslocamento na amostra 5P (Figura 19), possivelmente relacionado a interações intermoleculares, como

ligações de hidrogênio envolvendo grupos funcionais fora dessa faixa, que afetam indiretamente o ambiente vibracional dos grupos C–O–C (STUART, 2004).

A comparação entre os espectros (Figura 20) sugere que a inclusão da uréia na amostra 5P provocou modificações nas posições e intensidades das bandas FTIR, sugerindo interações intermoleculares (CEGIELSKA *et al.*, 2022). Embora a estrutura primária da pectina, HPC e PEO esteja preservada, a presença da ureia introduz vibrações adicionais (N–H) e altera o perfil vibracional das hidroxilas e ésteres (ZHBANKOV *et al.*, 1995). Esses resultados indicam que a uréia atua como plastificante no sistema, ao estabelecer ligações de hidrogênio com os grupos hidroxilas presentes na matriz polimérica, aumentando a mobilidade das cadeias e influenciando diretamente as propriedades finais do material, como morfologia das fibras, estabilidade térmica e desempenho em sistemas de liberação controlada (STUART, 2004; UTRACKI, 2002).

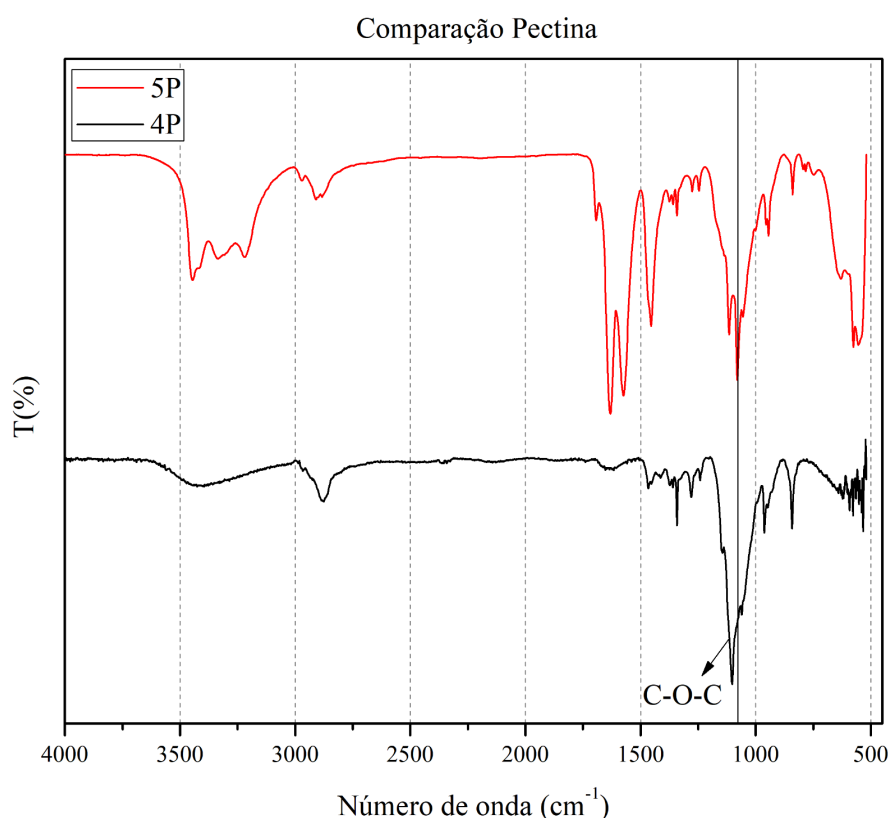


Figura 20. Comparação entre os espectro das amostras 4P e 5P.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

4.3.2 Fibras de gelatina

Nos espectros das amostras 2G (Figura 21) e 4G (Figura 22), observa-se uma banda larga em torno de $3430\text{--}3440\text{ cm}^{-1}$, atribuída ao estiramento O–H de hidroxilas da gelatina e do HPC (YOUNIS *et al.*, 2023).

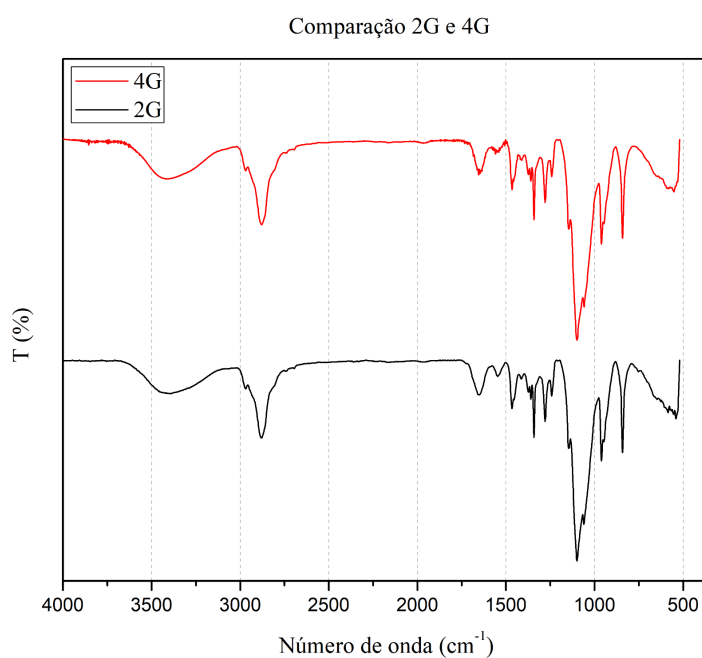


Figura 21. Comparação espectro amostras 2G e 4G.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

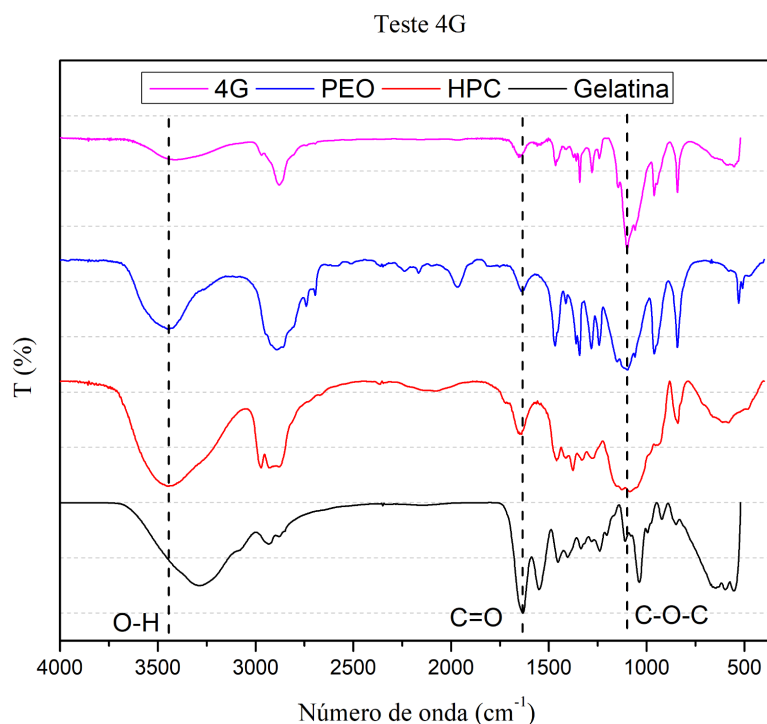


Figura 22. Espectro amostra 4G (1% Gelatina; 5% HPC; 4% PEO) e reagentes.
 Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

As bandas entre 2930 cm^{-1} e 2870 cm^{-1} correspondem ao estiramento de C–H (CH_2/CH_3), indicando a presença do PEO e de grupos metil da gelatina e do HPC. Nota-se que a intensidade dessas bandas é ligeiramente maior na amostra 4G, indicando uma melhor solubilização e interação do PEO com os demais componentes da matriz, o que é reforçado pela morfologia das fibras, com a amostra 4G apresentando uma maior homogeneidade.

No intervalo de $1659\text{--}1650\text{ cm}^{-1}$, destaca-se a banda da vibração da amida I (C=O) da ligação peptídica da gelatina, característico da estrutura proteica (YOUNIS *et al.*, 2023). Já na faixa de $1550\text{--}1540\text{ cm}^{-1}$, surge a banda da vibração amídica II (N–H/C–N), reforçando a presença da gelatina (SHIMADZU, 2025).

Na região de $1200\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$, observam-se bandas de estiramento C–O–C presentes nas ligações glicosídicas da HPC e na cadeia do PEO. Essa faixa é mais intensa na amostra 4G, o que pode indicar uma melhor integração do HPC na malha polimérica (YOUNIS *et al.*, 2023).

A comparação entre os espectros FTIR das amostras 2G e 4G revela que a amostra 4G apresenta sinais espectrais mais intensos e definidos, indicando melhor miscibilidade entre os polímeros, maior retenção de água e possibilidade de maior homogeneidade estrutural. Tais características refletem em morfologia fibrilar homogênea, estabilidade térmica aprimorada e possível desempenho superior em liberação controlada (BHATTARAI *et al.*, 2005; SILL & VON RECUM, 2008).

Em seguida, foi realizado o estudo dos espectros da amostra 5G (Figura 23), no qual foi incorporado uréia à dispersão, a diferença na composição resultou em mudanças consideráveis nos espectros de FTIR. Além da presença das bandas mencionadas nos testes anteriores, houve um aumento na intensidade das bandas na faixa de 1700–1600 cm^{-1} , associadas ao estiramento da ligação C=O, presente tanto na gelatina como na ureia. Essa intensificação evidencia a contribuição da ureia para a formação da matriz polimérica, Bennion e Daggett (2003) demonstram que a ureia forma ligações de hidrogênio com grupos amida, resultando em modificações estruturais que promovem a estabilização de sistemas poliméricos (BENNION & DAGGETT, 2003).

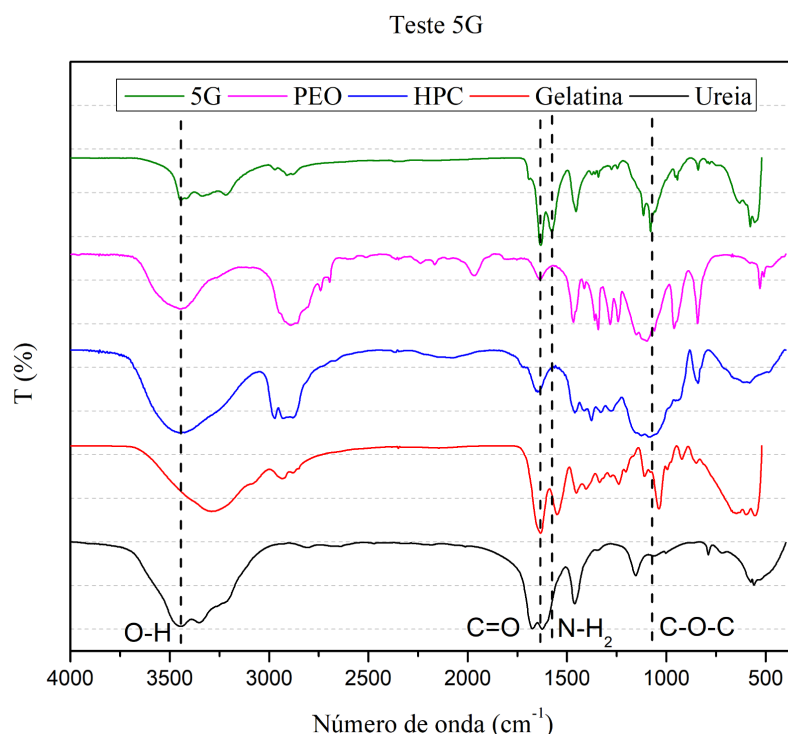


Figura 23. Espectro amostra 5G (1% Gelatina; 5% HPC; 4% PEO; 10% Ureia) e reagentes.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

A presença da uréia também influencia a região de 1550–1500 cm^{-1} , intensificando as bandas de vibração amídica II devido à presença dos grupos amina. Observou-se um conjunto de bandas mais intensos e definidos na região de 1200–900 cm^{-1} , relacionados às vibrações C–O–C e C–N, indicando maior complexidade estrutural e interação entre os componentes (SMITH, 2011; KNURR & WEBER, 2014).

Assim como as amostras de pectina, a adição de uréia nas dispersões de gelatina promoveu o deslocamento e a intensificação de bandas relacionadas às ligações C=O e N–H (Figura 24). Bennion e Daggett (2003) demonstraram que a uréia estabelece ligações de hidrogênio com grupos amida, promovendo uma reorganização estrutural e 'cross-linking' entre cadeias poliméricas, explicando a intensificação das bandas de amida I e II. Estudos em sistemas PEO–gelatina também indicam que a banda em torno de 3300 cm^{-1} é intensificada pela formação de ligações de hidrogênio entre grupos éter e amina (BHATTARAI *et al.*, 2005; SILL & VON RECUM, 2008). Esse comportamento é acentuado na presença de ureia, como verificado pelo espectro obtido neste trabalho.

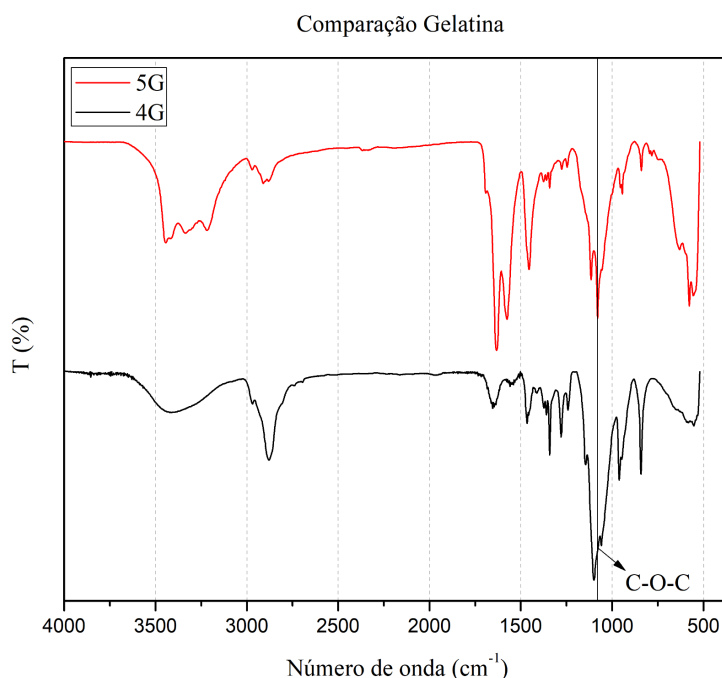


Figura 24. Comparação espectro amostras 4G e 5G.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Esses resultados indicam que a adição de uréia favorece interações intermoleculares, o que pode resultar em propriedades físico-químicas diferentes, como maior homogeneidade estrutural e estabilidade térmica (JAMES & NAYAR, 2024; SUDHEESH *et al.*, 2024). Dessa forma, os espectros obtidos das amostras de pectina e gelatina revelaram que a uréia interfere diretamente nas propriedades e na formação das nanofibras, sendo integrada nas cadeias poliméricas (HASSOUNAH *et al.*, 2013; YU *et al.*, 2016).

4.4 Resultados Termogravimetria (TGA)

4.4.1 Nanofibras sem ureia (4P e 4G)

Devido à baixa quantidade de material disponível nas amostras 4P e 4G, as análises de TGA foram realizadas com as fibras aderidas ao papel alumínio, que foi utilizado como coletor no processo de eletrofição. Em razão dessa condição experimental, foi necessário a correção da contribuição térmica do alumínio, que foi realizada por meio de interpolação e subtração das curvas correspondentes, seguida da normalização dos dados em relação à massa inicial das amostras.

Embora esse procedimento permita a obtenção de curvas comparáveis, a utilização de massas reduzidas pode introduzir limitações, como maior sensibilidade a ruídos instrumentais, incertezas na determinação do resíduo final e possíveis desvios na linha de base (BROWN, 2004). Dessa forma, os resultados foram analisados de maneira comparativa, priorizando a interpretação dos perfis de degradação térmica e das temperaturas características.

A curva de TGA da amostra 4P (Figura 25) apresentou uma perda inicial de massa equivalente a 8,52% em temperaturas inferiores a 120 °C, atribuída principalmente à volatilização da água fisicamente adsorvida e umidade residual, característica de sistemas poliméricos hidrofílicos (EINHORN-STOLL, *et al.*, 2006). Em seguida, observou-se a principal etapa de degradação térmica, com perda de 45,91% de massa em um intervalo de aproximadamente 220°C à 420°C, associada à decomposição da matriz polissacarídica da

pectina, incluindo a quebra de ligações glicosídicas e a degradação de grupos funcionais oxigenados (BRAHIM & JOHAN, 2011). A curva de DTG correspondente apresentou um perfil com um pico definido, indicando que a principal degradação térmica ocorre em uma única etapa.

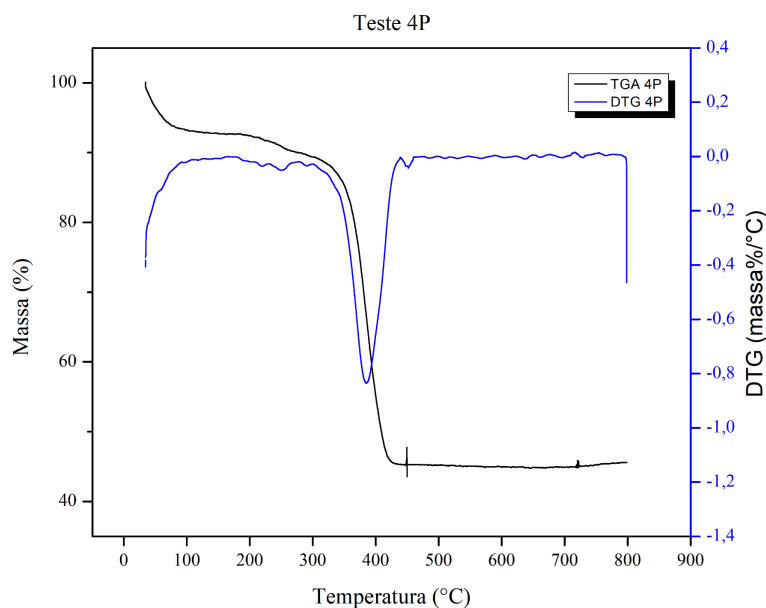


Figura 25. Curva termogravimétrica (TG) da amostra 4P.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Assim como a amostra anterior, a curva de TGA da amostra 4G (Figura 26) evidenciou uma perda inicial de massa de 8,11% em temperaturas próximas à 100 °C, relacionados à perda de água e umidade do material, porém essa etapa ocorreu de forma menos pronunciada quando comparada à amostra 4P. A principal degradação térmica das nanofibras ocorreu com a perda de 77,81% de massa na faixa de temperaturas de aproximadamente 220°C à 420°C, intervalo similar à amostra 4P, uma vez que ambos os materiais possuem composição similar de HPC e PEO. A curva de DTG apresentou um pico principal bem definido, evidenciando um mecanismo de degradação térmica único.

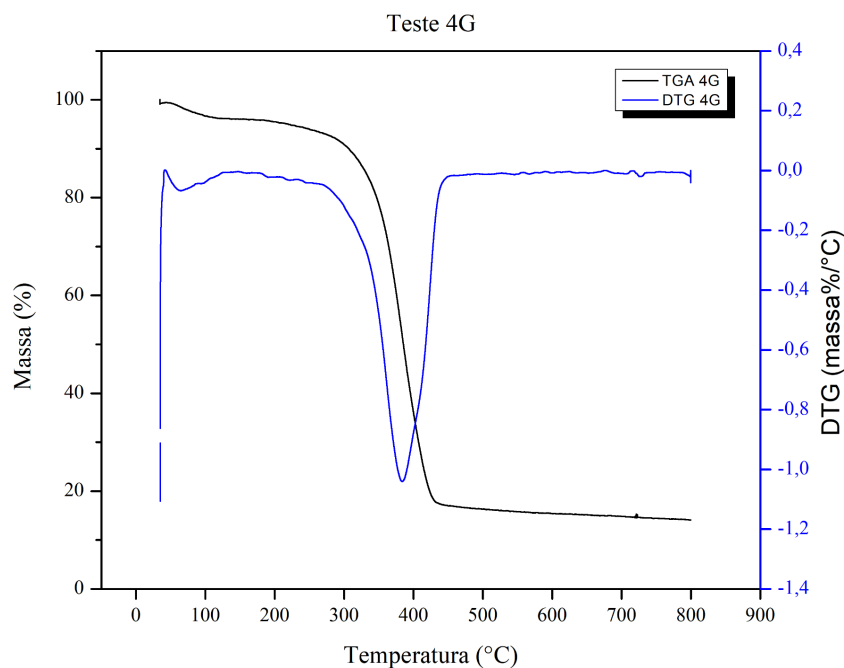


Figura 26. Curva termogravimétrica (TG) da amostra 4G.
 Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

A comparação entre as fibras 4P e 4G (Tabela 7) revelou como ambas as amostras apresentaram um perfil de degradação concentrado em uma única etapa principal, localizada aproximadamente entre 220 e 420 °C (Figura 27), condição típica de sistemas poliméricos razoavelmente homogêneos e com boa compatibilidade entre os componentes constituintes (BRAHIM & JOHAN, 2011). Entretanto, a fibra 4P, contendo pectina, apresentou maior perda de massa inicial, particularmente na faixa de 30 a 120 °C, comportamento que pode ser atribuído à uma maior tendência higroscópica e capacidade de retenção de água própria dos polissacarídeos (EINHORN-STOLL, *et al.*, 2006).

Tabela 7. Perda de massa em diferentes estágios amostra 4P e 4G.

Parâmetro	Amostra 4P	Amostra 4G
T_{onset} (°C)	226,3	221,8
Perda Estágio 1 (30-125 °C) (%)	8,52	8,11
Perda Estágio 2 (220-420 °C) (%)	45,91	77,81
Resíduo Final a ~800 °C (%)	45,57	14,08

Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

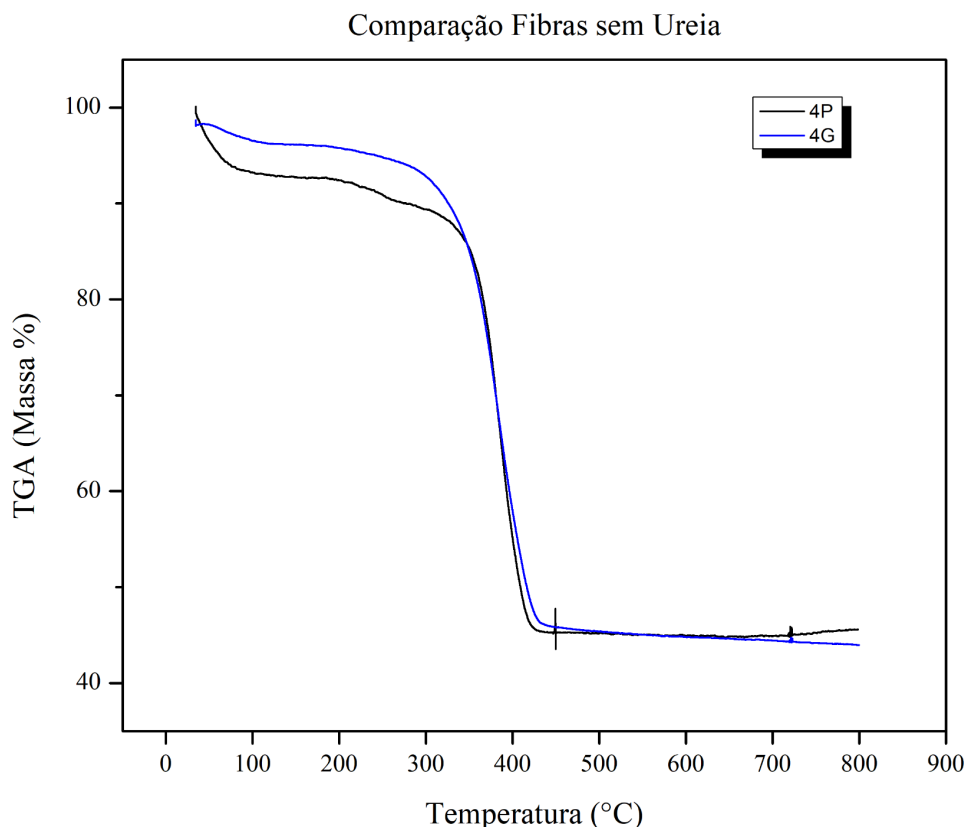


Figura 27. Curva termogravimétrica (TG) amostra 4P e 4G.
 Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

A fibra 4G inicia o aquecimento com uma queda mais discreta, sugerindo menor umidade e maior compacidade estrutural inicial. Ao avançar para a zona de degradação principal, observa-se que a fibra 4G mantém sua integridade ligeiramente acima daquela observada para 4P, apresentando início de decomposição sensivelmente mais tardio e queda de massa mais lenta. O resíduo carbonáceo final também distingue claramente as duas formulações: 4P apresenta maior massa residual, resultado compatível com a decomposição de polissacarídeos que tendem a carbonizar sob atmosfera inerte, enquanto 4G, devido ao componente proteico, origina fração menor de carvão e maior proporção de voláteis nitrogenados (APOSTOLOV, *et al.*, 1998). Dessa forma, foi possível verificar que as nanofibras de gelatina apresentaram uma maior estabilidade quando comparadas com os sistemas de pectina.

4.4.2 Nanofibras com ureia (5P e 5G)

As análises termogravimétricas das fibras contendo ureia (amostras 5P e 5G) (Figura 28) foram realizadas com o objetivo de avaliar a influência da incorporação do agente nitrogenado no comportamento térmico das matrizes poliméricas de pectina e gelatina. Diferente das amostras sem ureia, esses sistemas apresentaram massa suficiente para a realização das análises sem a necessidade de correção da contribuição do suporte, permitindo a obtenção direta das curvas de TGA e DTG.

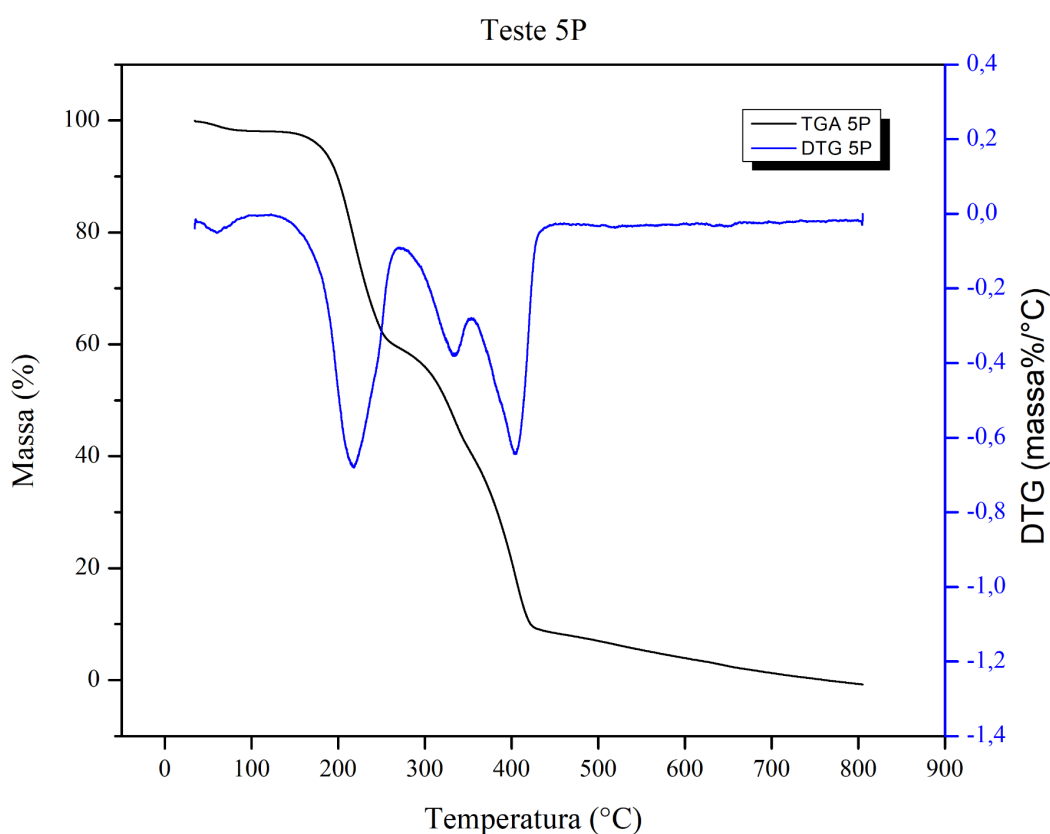


Figura 28. Curva termogravimétrica (TG) da amostra 5P.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

A curva de TGA revelou uma perda inicial de massa em temperaturas inferiores a aproximadamente 150 °C, atribuída à perda de água adsorvida e, possivelmente, à liberação parcial de ureia superficial (AHAMAD & ALSHEHRI, 2013). A amostra 5P apresentou estabilidade relativa após a perda de água até temperaturas próximas de 210 °C. Em

temperaturas superiores foi constatado uma perda acentuada de massa. O cruzamento das tangentes define o T_{onset} e o início da despolimerização da pectina e decomposição da ureia ancorada em aproximadamente 224 °C. A etapa principal de degradação térmica ocorreu em duas regiões parcialmente sobrepostas entre 200°C à 420°C, sendo a primeira etapa relacionada à degradação da ureia, que em sua forma isolada se decompõe em temperaturas próximas a 133 °C, e a segunda associada a decomposição da matriz polimérica, que inicia sua degradação na região de 300 °C (AHAMAD & ALSHEHRI, 2013).

A curva de DTG evidenciou múltiplos picos, sugerindo a ocorrência de eventos sucessivos de degradação térmica, divididos em três etapas principais. Esse fato indica que a presença da ureia interfere no mecanismo de degradação das nanofibras, promovendo uma distribuição mais ampla dos eventos térmicos. O primeiro pico do DTG está relacionado a perda de massa inicial de aproximadamente 8,85%, na faixa de 30°C a 120°C, correspondente à evaporação de água livre e água ligada à estrutura polimérica, característica da natureza hidrofílica do biopolímero (Nisar *et al.* 2018).

O segundo evento térmico, com pico de DTG situado entre 120°C e 250°C, apresentou perda de 21,42% da massa, atribuída majoritariamente à decomposição da ureia incorporada e ao início da despolimerização das cadeias de biopolímeros. Conforme discutido por Schaber *et al.* (2004), a uréia sofre fusão em aproximadamente 133°C, seguida de degradação em amônia e ácido isociânico. O fato deste pico ocorrer em temperaturas superiores à da ureia pura sugere uma estabilização promovida pela matriz de HPC/PEO.

A temperatura de degradação principal inicia-se em aproximadamente 250°C e estende-se até 450°C, com perda de 48,15% da massa e resultando em um resíduo final de 21,58% da massa inicial. Neste estágio as amostras sofrem reações endotérmicas de hidrólise e oxidação das cadeias poliméricas, nesta faixa ocorre a quebra das ligações glicosídicas da pectina e das ligações peptídicas da gelatina, seguida pela degradação térmica completa do PEO, que tipicamente apresenta seu pico máximo de decomposição em torno de 390 à 410°C (Zhu *et al.*, 2008; Xu *et al.*, 2022).

Foi observado que a incorporação de PEO e HPC à matriz de pectina não apenas viabilizou a eletrofiação, mas também promoveu um deslocamento das temperaturas de degradação máxima para patamares superiores. Esse efeito estabilizador é comparável aos

resultados de Xu *et al.* (2022) para fibras de Pectina/PVA, onde a miscibilidade dos polímeros e a formação de ligações de hidrogênio entre as cadeias sintéticas e naturais criaram uma rede termicamente mais robusta. Estudos com HPMC/PEO (Al-Oqla *et al.*, 2021) demonstram que a interação entre celuloses modificadas e o poli(óxido de etileno) reduz a degradação térmica precoce através do aumento da densidade de emaranhamento molecular, como observado pelas análises térmicas dos sistemas de Pectina/HPC/PEO.

A curva de TGA da amostra 5G (Figura 29) também apresentou uma etapa inicial de perda de massa associada à perda da umidade e possível liberação de ureia. Essa perda ocorre de forma semelhante à observada na amostra 5P, porém com menor intensidade, indicando uma maior estabilidade térmica em relação à matriz de pectina em temperaturas inferiores à 200°C.

Entretanto, as amostras de gelatina iniciaram sua degradação principal um pouco antes das fibras de pectina. Embora a estabilidade térmica seja alta devido às ligações de hidrogênio com o PEO, o colapso das ligações peptídicas e a liberação de voláteis da ureia estabelecem o T_{onset} em aproximadamente 218 °C, dando início a principal etapa de degradação térmica das nanofibras de gelatina, que ocorreu na faixa de temperaturas entre 200°C a 420°C. A temperatura de degradação principal observada em torno de 330 °C alinha-se aos valores reportados por Gómez-Guillén *et al.* (2021) para fibras de gelatina bovina. A presença de PEO em blendas proteicas atua como um agente plastificante que, embora reduza levemente a cristalinidade, estabiliza a matriz contra a oxidação térmica imediata devido à interação entre os grupos amida da gelatina e os grupos éter do PEO (ZHU, X. *et al.*, 2008).

Assim como a amostra 5P, as nanofibras de gelatina com uréia apresentaram uma degradação térmica segregada em três etapas principais, com perda de massa de 8,21% na faixa de 30°C a 125°C, correspondente à evaporação de água. O processo de degradação térmica propriamente dito iniciou-se em sequência, com o segundo estágio (125°C a 250°C) apresentando perda de 19,67%, atribuída majoritariamente à decomposição da ureia incorporada. A degradação principal da matriz polimérica ocorreu entre 250°C e 450°C, com perda de 56,43%, com um resíduo final de 15,69%.

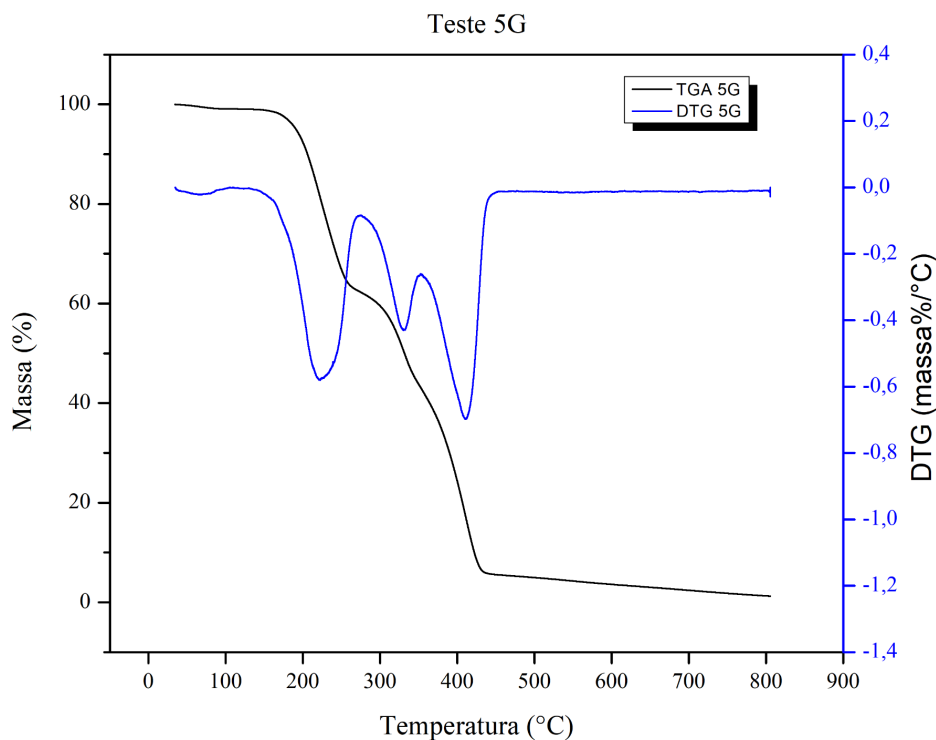


Figura 29. Curva termogravimétrica (TG) da amostra 5G.
 Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

A adição de ureia provou uma mudança significativa na estabilidade térmica do material, conforme reportado por Schaber *et al.* (2004), a ureia pura apresenta uma degradação térmica em temperaturas próximas a 133 °C, porém, nos sistemas desenvolvidos observou-se um deslocamento do *Tonset* para temperaturas superiores em comparação à ureia isolada.

Esse aumento de estabilidade térmica está relacionado à formação de interações intermoleculares entre a ureia e a matriz polimérica, fato que é reforçado pelas análises de EDS e FTIR realizadas. Dessa forma, as análises térmicas corroboram a formação de ligações de hidrogênio entre os grupos funcionais da ureia (amina e carbonila) e os sítios ativos das cadeias poliméricas (grupos hidroxila da pectina/HPC e grupos amídicos da gelatina).

Essas interações intermoleculares restringem a mobilidade vibracional das moléculas de ureia, exigindo um aporte energético superior para o rompimento das ligações e o início do processo degradativo. Este fenômeno evidencia que a ureia não se encontra meramente dispersa na superfície, mas sim quimicamente integrada à arquitetura das nanofibras, o que favorece a proteção do nitrogênio contra a volatilização térmica.

Ao avaliar comparativamente as fibras 5P e 5G (Figura 30), observa-se as duas curvas exibem múltiplas etapas de decomposição, indicando que ambas as formulações passam a se comportar como sistemas termicamente heterogêneos.

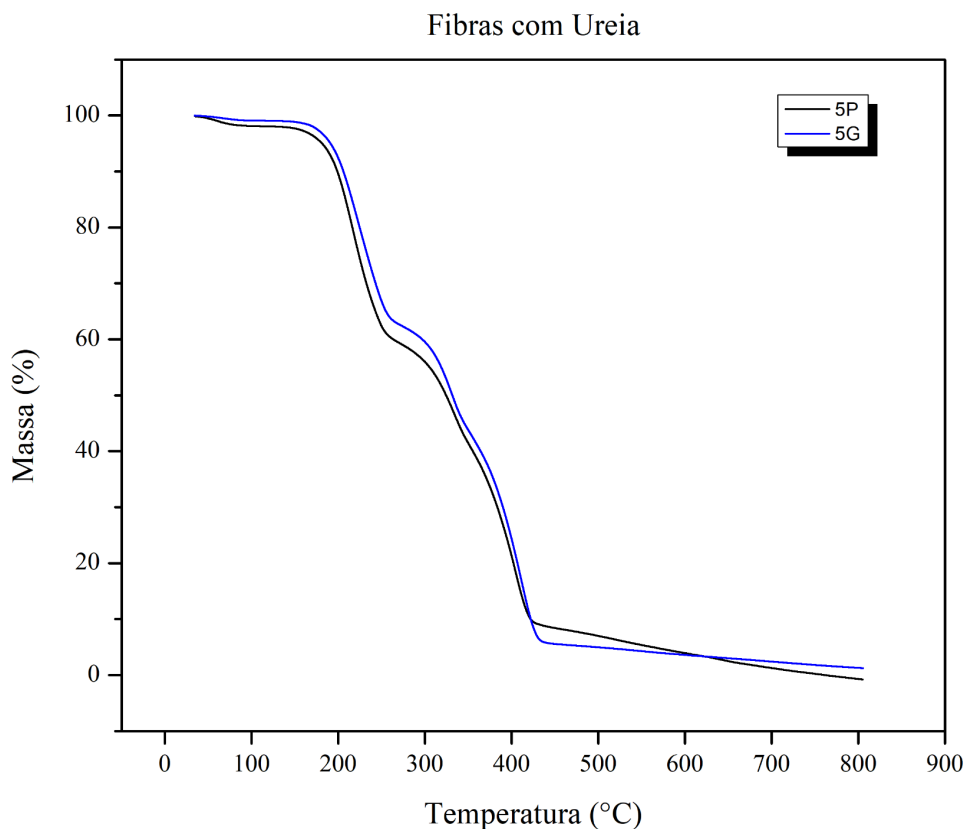


Figura 30. Curva termogravimétrica (TG) amostra 5P e 5G.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Entretanto, a fibra 5P inicia sua degradação em temperaturas mais baixas e perde maior quantidade de massa nas fases iniciais do aquecimento quando comparada à fibra 5G. Esse comportamento sugere que as interações predominantes na matriz contendo pectina são mais sensíveis ao aumento da temperatura. Já a fibra 5G mantém maior estabilidade inicial, reduzindo a degradação do material em temperaturas inferiores a 160°C quando comparado com as fibras de pectina, como destacado na Tabela 8.

Tabela 8. Perda de massa em diferentes estágios amostra 5P e 5G.

Parâmetro	Amostra 5P	Amostra 5G
T_{onset} (°C)	224,1	218,5
Perda Estágio 1 (30-125 °C) (%)	8,85	8,21
Perda Estágio 2 (125-250 °C) (%)	21,42	19,67
Perda Estágio 3 (250-450 °C) (%)	48,15	56,43
Resíduo Final a 800 °C (%)	21,58	15,69

Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Esses resultados indicam que a principal diferença entre as fibras de pectina e gelatina estão relacionadas ao perfil de degradação em temperaturas inferiores a 160°C, referente à volatilização da água e degradação inicial do material, nesse patamar as fibras de gelatina apresentaram menor perda de massa e conseqüentemente maior estabilidade. Além disso, a massa residual das duas amostras apresentaram resultados alinhados com as amostras sem a presença da ureia (4P e 4G), indicando que as diferenças entre as cadeias polissacarídicas da pectina e proteicas da gelatina possuem papel fundamental na quantidade de massa residual.

4.4.3 Comparação fibras com e sem ureia

A comparação entre as amostras realizados na ausência (4P e 4G) e na presença de ureia (5P e 5G) permite avaliar a influência do agente nitrogenado sobre a estabilidade térmica e os mecanismos de degradação das fibras eletrofiadas à base de pectina e gelatina. Ao comparar as curvas de TGA das amostras 4P e 5P, observou-se que a incorporação de ureia promoveu alterações significativas no perfil de degradação térmica das fibras de pectina (Figura 31). A amostra 5P apresentou uma perda inicial de massa mais pronunciada em baixas temperaturas quando comparada à amostra 4P.

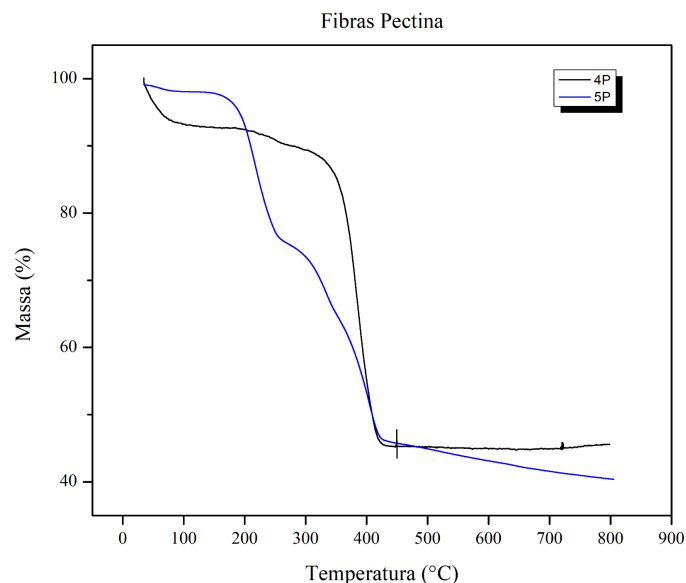


Figura 31. Curva termogravimétrica (TG) amostra 4P e 5P.
 Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Além disso, a etapa principal de degradação térmica da amostra 5P ocorreu de forma mais gradual e distribuída ao longo de uma faixa mais ampla de temperatura, indicando a sobreposição dos processos de degradação da matriz polimérica e da ureia. As curvas de DTG reforçam esse comportamento, evidenciando um aumento na complexidade dos eventos térmicos para a amostra 5P, com a presença de múltiplos picos, enquanto a amostra 4P apresenta um perfil mais simples e concentrado. Esses resultados sugerem que a ureia interage com os compostos poliméricos, modificando o mecanismo de degradação térmica do material.

A comparação entre as amostras 4G e 5G (Figura 32) indicaram que a incorporação de ureia também influenciou o comportamento térmico das fibras de gelatina, assim como nas amostras com as fibras de pectina. A curva termogravimétrica da amostra 4G apresenta perda de massa gradual e concentrada em uma única etapa principal situada entre aproximadamente 300 e 420 °C. Esse perfil, caracterizado por uma queda mais lenta e contínua, indica que a matriz polimérica formada nesse sistema possui elevada coesão estrutural e cadeias molecularmente interligadas, o que retarda o início da decomposição térmica.

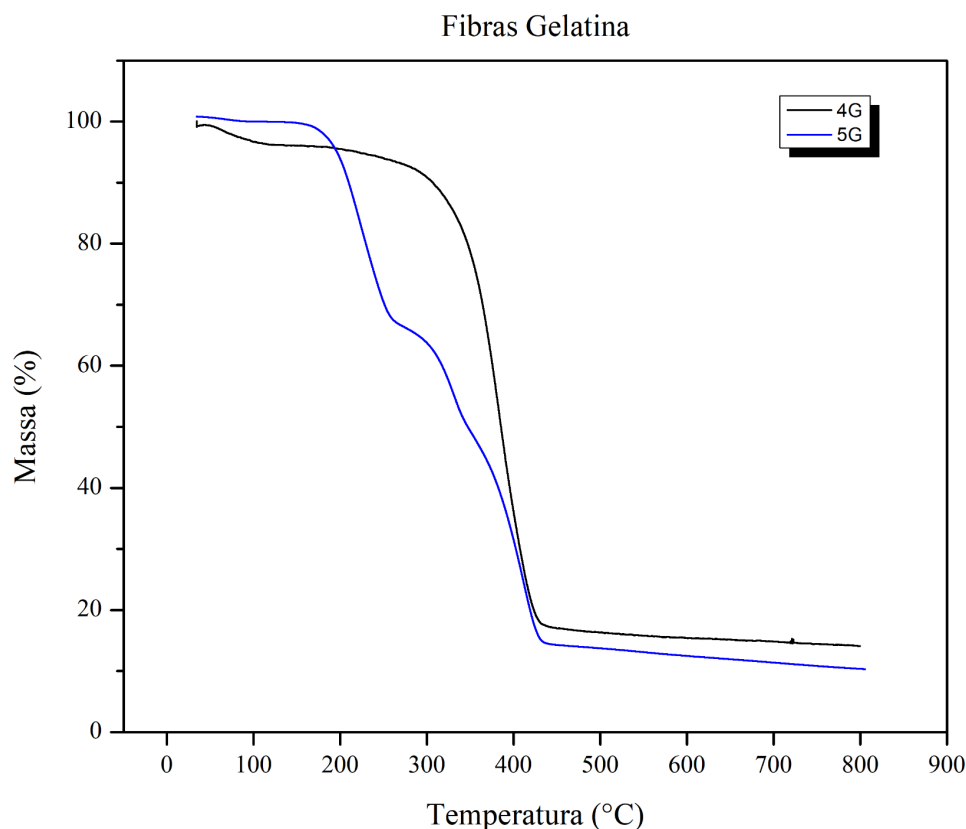


Figura 32. Curva termogravimétrica (TG) amostra 4P e 5G.

Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Por outro lado, a amostra 5G inicia sua degradação de forma antecipada, com perdas de massa já perceptíveis abaixo de 250 °C e com múltiplas inclinações ao longo da curva de decomposição. Esse comportamento sugere um sistema heterogêneo, em que diferentes frações poliméricas se rompem em temperaturas distintas, evidenciando menor ordenação e enfraquecimento das interações intermoleculares. A diferença também se estende ao resíduo final, que é maior para 4G do que para 5G, demonstrando que o primeiro sistema carboniza em maior extensão, enquanto o segundo volatiliza proporcionalmente mais material. Assim, dentro do grupo de fibras à base de gelatina, a formulação 4G se mostra termicamente mais estável e resistente.

Os dados obtidos das análises de termogravimétrica indicam que a adição de ureia promoveu uma mudança considerável no material, o que é possível verificar através da comparação entre as análises dos sistemas 4P e 4G em relação aos sistemas 5P e 5G. Esses

resultados mostram que, tanto para gelatina quanto para pectina, as amostras sem ureia apresentaram início da decomposição em temperaturas mais elevadas, perda de massa concentrada e com maior resíduo, refletindo uma organização estrutural mais uniforme e com maior resistência térmica. Já as fibras com ureia iniciaram sua degradação em temperaturas menores e de forma segmentada, com maior perda de massa, comportamento compatível com sistemas mais heterogêneos, estruturalmente menos coesos e mais sensíveis à degradação térmica.

Essa alteração é esperada, uma vez que a ureia é um composto com perfil mais volátil quando comparado com os materiais poliméricos utilizados para compor a estrutura das nanofibras. Além disso, esses dados estão alinhados com os resultados obtidos pelas análises de EDS e FTIR, que indicam possíveis interações químicas da ureia com a matriz polimérica das fibras, possivelmente resultando em um material compósito, que nesse caso apresenta características de degradação térmica provenientes tanto da ureia, quanto dos reagentes poliméricos, justificando o aumento da sensibilidade térmica do material. Resultados similares foram reportados por Pereira *et al.* (2018) e Sudhakar *et al.* (2015), que atribuem essa redução na estabilidade da matriz ao efeito plastificante da ureia e à formação de uma nova fase compósita estruturalmente menos coesa que a blenda polimérica pura.

Dessa forma, quando comparado à ureia livre, as nanofibras desenvolvidas com o fertilizante apresentaram uma maior estabilidade térmica, indicando que a matriz polimérica atua como uma barreira protetora contra as oscilações de temperatura ambientais. Esse comportamento possibilita uma redução na suscetibilidade da ureia à degradação térmica, processo que ocorre de maneira abrupta em fertilizantes convencionais, destacando como esse material confere uma maior resistência às variações térmicas da superfície do solo para o fertilizante.

4.5 Liberação Controlada

4.5.1 Curva de Calibração

A quantificação da ureia liberada pelas fibras foi realizada por espectroscopia de absorção na região do ultravioleta (UV-Vis), utilizando uma curva de calibração previamente

estabelecida (Figura 33). Para a construção da curva, foram preparadas soluções padrão de ureia com concentrações conhecidas, obtidas a partir da diluição de uma solução estoque correspondente a 0,02 g de ureia em 40 mL de água destilada, resultando em uma concentração inicial de 0,5 g·L⁻¹. A partir dessa solução, diferentes volumes foram analisados, permitindo a obtenção de concentrações na faixa de 0,0625 a 0,5 g·L⁻¹, conforme apresentado no gráfico.

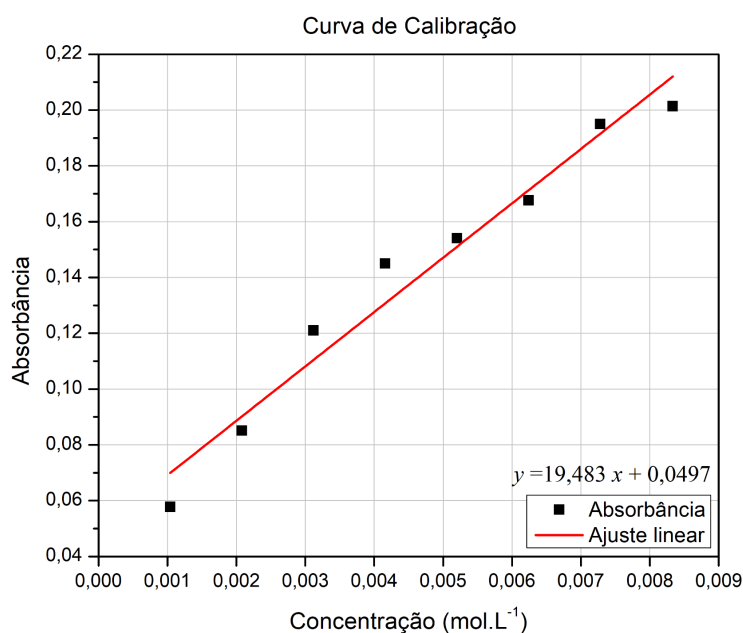


Figura 33. Curva de calibração para detecção de ureia.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

As medidas de absorbância foram realizadas no comprimento de onda de 202 nm, que foi identificado como o comprimento de onda de absorção máxima ($\lambda_{\text{máx}}$) da ureia em meio aquoso por testes iniciais. A relação entre a absorbância e a concentração apresentou comportamento linear dentro da faixa estudada, sendo ajustada por regressão linear. O modelo obtido apresentou coeficiente de determinação elevado ($R^2 = 0,965$), indicando boa correlação entre as variáveis e confiabilidade do método analítico para a quantificação da ureia nas amostras de liberação.

A equação da reta obtida a partir da curva de calibração foi utilizada para converter os valores de absorbância medidos nos ensaios de liberação em concentrações reais de ureia (g·L⁻¹). Os fatores de diluição aplicados durante as análises foram devidamente considerados,

garantindo a correção dos valores finais de concentração, dessa forma, a curva de calibração serviu como base para todas as análises quantitativas subsequentes relacionadas aos espectros UV-Vis e aos perfis de liberação controlada das fibras

4.5.2 Nanofibras de pectina

A Figura 34 apresenta perfil de liberação cumulativa de ureia (%) em função do tempo para as fibras de pectina, considerando as triplicatas experimentais (P1, P2 e P3) e a curva média. Observou-se um aumento progressivo da liberação ao longo do período analisado, indicando que a matriz polimérica foi capaz de promover a liberação gradual do composto ativo em meio aquoso.

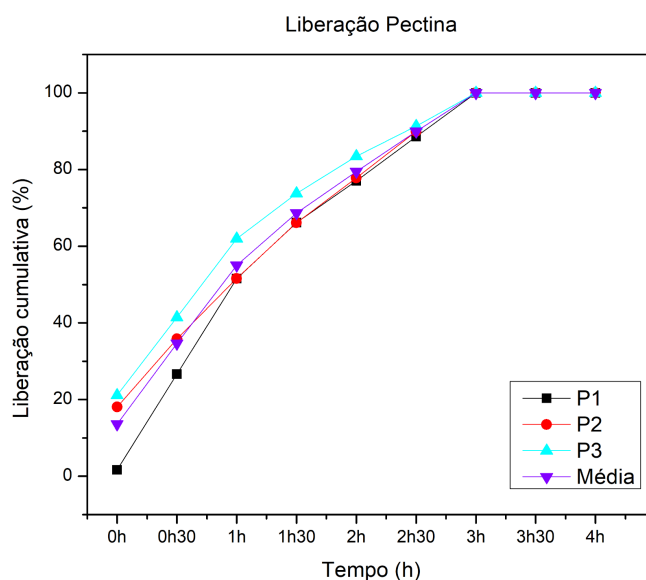


Figura 34. Liberação cumulativa de ureia em triplicatas da amostra 5P.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Nos tempos iniciais (0h e 0h30min), nota-se uma liberação mais acentuada, geralmente associado à liberação de ureia presente na superfície das fibras ou em regiões mais facilmente acessíveis à difusão (HE *et al.*, 2022; DAS *et al.*, 2023). Esse comportamento é um pouco mais pronunciado na amostra P3, sugerindo pequenas variações na distribuição da ureia ou na morfologia das fibras entre as réplicas.

Após 1h de ensaio, a liberação passou a ocorrer de forma mais gradual, com crescimento quase linear da porcentagem liberada, quando os valores chegaram a 100%. Esse perfil indica que, após a etapa inicial, o processo passa a ser predominantemente governado pela difusão da ureia através da matriz de pectina, possivelmente associada ao inchamento do polímero em meio aquoso (HE *et al.*, 2022; DAS *et al.*, 2023). O resultado entre as triplicatas e a curva média indicam reprodutibilidade experimental adequada e confiabilidade dos resultados obtidos.

4.5.3 Nanofibras de gelatina

A Figura 35 apresenta perfil de liberação cumulativa de ureia (%) em função do tempo para as fibras de gelatina, considerando as triplicatas G1, G2 e G3, bem como a curva média. De modo geral, observa-se um comportamento semelhante ao das fibras de pectina, porém com diferenças importantes na cinética de liberação.

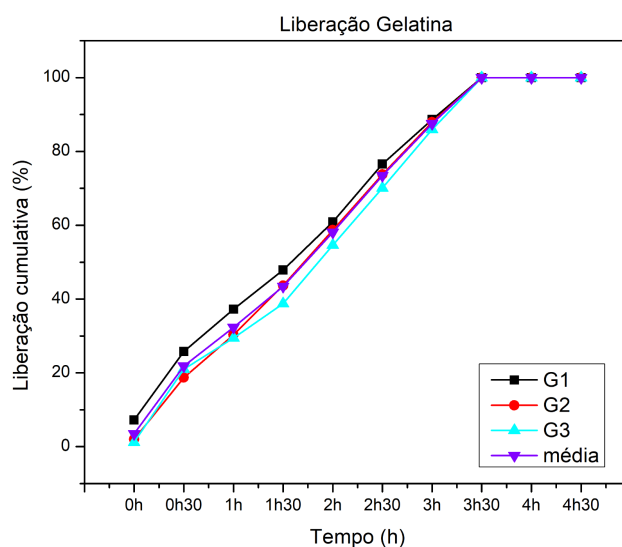


Figura 35. Liberação cumulativa de ureia em triplicatas da amostra 5G.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Diferentemente da pectina, as fibras de gelatina apresentaram uma liberação inicial menos pronunciada, esse comportamento sugere que a ureia possivelmente encontra-se retida no interior da matriz polimérica ou que a estrutura da gelatina oferece maior resistência inicial à difusão do composto. Entre 0h e 1h30, a liberação ocorre de forma gradual e

relativamente linear, com pequenas variações entre as triplicatas, possivelmente associadas a diferenças no diâmetro das fibras, na densidade da rede polimérica ou na distribuição da ureia no material. A partir de 2h, observou-se um aumento mais acentuado da liberação, atingindo valores próximos a 100% por volta de 3h30.

Esse comportamento indica que, embora a gelatina retarde a liberação inicial da ureia, a matriz não impede a liberação quase completa do composto ao longo do tempo, possivelmente devido à sua elevada afinidade com água e ao relaxamento estrutural da rede polimérica durante o ensaio. Esse resultado corrobora com os dados de FTIR, que mostraram ligações de hidrogênio entre os grupos C-O da gelatina com a amina da ureia, pelos deslocamentos de bandas.

4.5.4 Comparação entre as nanofibras de pectina e gelatina

A Figura 36 apresenta a comparação entre as curvas médias de liberação cumulativa de ureia para as fibras de pectina e gelatina. Verificou-se que a natureza do polímero exerce influência direta sobre a cinética de liberação do composto ativo.

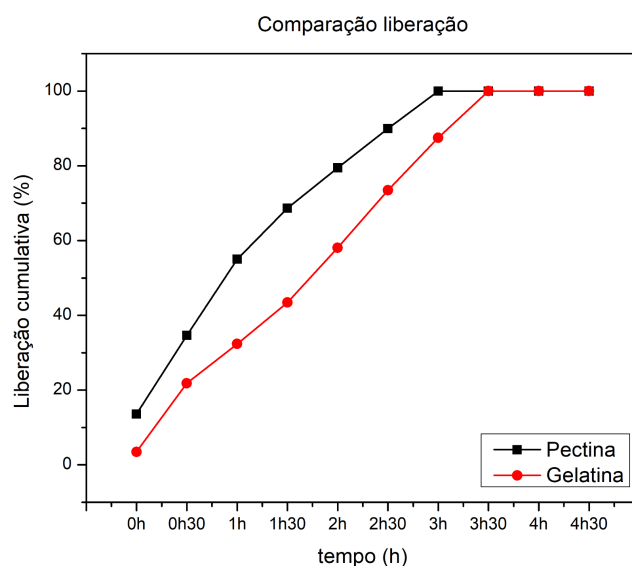


Figura 36. Comparação entre as liberações médias de ureia para as amostras 5P e 5G.

Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

As fibras de pectina apresentam uma liberação mais rápida nos tempos iniciais, atingindo percentuais elevados de ureia liberada em intervalos menores de tempo em comparação a gelatina, como pode ser visualizado no intervalo de 1h30min, o qual apresentou maior diferença entre os dois materiais, com liberação de aproximadamente 68% de ureia pelas fibras de pectina e 43% para as fibras de gelatina. Esse comportamento pode ser atribuído à maior hidrofilicidade da pectina e à sua capacidade de inchamento rápido em meio aquoso, o que facilita a difusão da ureia (KOWALSKI *et al.*, 2019; SHRIKY *et al.*, 2023).

Em contraste, as fibras de gelatina exibem um perfil de liberação mais lento nas etapas iniciais, caracterizando um sistema de liberação mais controlada, indicando que a gelatina atua principalmente modulando a taxa de liberação.

Esses resultados demonstram que a escolha do polímero permite ajustar o perfil de liberação da ureia, sendo a pectina mais adequada para aplicações que demandam liberação mais rápida, enquanto a gelatina apresenta potencial para sistemas de liberação prolongada.

5. CONCLUSÃO

O presente trabalho demonstrou a viabilidade da produção de nanofibras por eletrofiação a partir de sistemas poliméricos baseados em pectina, gelatina, HPC e PEO, com o intuito de aplicação em sistemas de liberação controlada de nutrientes. Os resultados obtidos por microscopia eletrônica de varredura (MEV) evidenciaram que as condições experimentais, como composição da dispersão e parâmetros operacionais, influenciam diretamente na morfologia das fibras. As fibras selecionadas como base para a adição de nutrientes, apresentaram morfologia relativamente homogênea com diâmetros em escala nanométricas, ideais para a aplicação proposta.

A adição de ureia promoveu alterações significativas na morfologia do material, com a formação de esferas no caso das fibras de gelatina, porém a presença da ureia não comprometeu o processo de eletrofiação, sugerindo que o nutriente foi incorporado de maneira satisfatória à matriz polimérica. A análise por EDS confirmou esses resultados,

indicando a distribuição da ureia ao longo da estrutura fibrosa, ainda que de forma heterogênea.

A caracterização por espectroscopia no infravermelho (FTIR) confirmou a presença dos principais grupos funcionais dos biopolímeros e a integridade das cadeias após o processo de eletrofiação. Os resultados de MEV e FTIR também demonstraram que a ureia impacta diretamente nas características e no processo de formação das fibras.

As análises por TGA e DTG permitiram avaliar a estabilidade térmica dos materiais, bem como identificar os principais eventos de degradação associados aos polímeros constituintes e à presença da ureia. Observou-se que as fibras sem ureia apresentaram comportamento térmico característico dos polímeros utilizados, enquanto as fibras contendo ureia mostraram alterações nos perfis de degradação, indicando a influência do nutriente na estabilidade térmica do sistema. A necessidade do uso de papel de alumínio como suporte para as amostras sem ureia, devido à baixa massa disponível, exigiu etapas adicionais de correção e tratamento de dados, o que pode introduzir incertezas experimentais, especialmente relacionadas à linha de base e à contribuição do suporte. Ainda assim, os resultados obtidos foram consistentes e permitiram comparações qualitativas confiáveis entre os diferentes sistemas estudados.

Os ensaios de liberação controlada, monitorados por espectroscopia UV-Vis, demonstraram que as fibras eletrofiadas são capazes de promover a liberação gradual da ureia em meio aquoso por um tempo de 4 horas e 30 minutos. A utilização de uma curva de calibração previamente construída possibilitou a conversão dos valores de absorbância em concentração, permitindo a quantificação da ureia liberada. Apesar da necessidade de diluição das amostras em função do aumento da concentração ao longo do tempo, os procedimentos adotados garantiram a comparabilidade dos dados, desde que considerados corretamente os fatores de diluição e os volumes retirados e repostos durante o ensaio.

Os perfis de liberação cumulativa indicaram diferenças significativas entre os sistemas à base de pectina e gelatina. As fibras de pectina apresentaram uma liberação mais rápida nos tempos iniciais, sugerindo maior afinidade com o meio aquoso e maior facilidade de difusão da ureia. Em contrapartida, as fibras de gelatina exibiram um perfil de liberação mais gradual, indicando um maior controle na liberação do nutriente, possivelmente associado à maior

interação entre a ureia e a matriz polimérica. A reprodutibilidade observada entre as triplicatas reforça a confiabilidade dos resultados obtidos.

Os resultados obtidos apresentaram uma sustentação mútua entre as técnicas de caracterização, as quais confirmam as interações moleculares entre ureia e a matriz polimérica. As análises de FTIR revelaram que a incorporação do fertilizante promoveu um deslocamento das bandas de absorção para menores números de onda. Esse deslocamento é um indicativo do fortalecimento de interações intermoleculares, especificamente ligações de hidrogênio, estabelecidas entre os grupos funcionais da ureia e os sítios ativos da blenda polimérica.

Os resultados de FTIR corroboraram com as análises de termogravimetria, os quais sofreram alterações significativas no perfil de degradação após a adição da ureia. O deslocamento das temperaturas características e a modificação na cinética de perda de massa, demonstraram que a ureia não se encontra meramente dispersa em uma mistura física, mas sim quimicamente associada às cadeias poliméricas. A alteração na estabilidade térmica do material reforça a existência de interações intermoleculares entre a ureia e a matriz polimérica detectadas pelo FTIR, além de indicar que a formação desse complexo polímero-fertilizante demanda maiores temperaturas para o início da decomposição térmica.

Os resultados de EDS também corroboram pois ao mapear a distribuição elementar do nitrogênio ao longo da matriz, verificou-se que a ureia foi incorporada em toda a extensão do material fibroso, não sendo restringida exclusivamente à superfície ou a regiões específicas. A ausência de fases de cristalização superficial reforça a ocorrência de uma interação intermolecular efetiva. Essa distribuição, ainda que heterogênea em termos de densidade local, está em conformidade com os resultados de FTIR e TGA, indicando que o fertilizante está intrinsecamente ancorado à rede polimérica.

De forma geral, os resultados demonstraram que a composição da matriz polimérica exerce papel fundamental no comportamento térmico e nos mecanismos de liberação do nutriente, permitindo ajustar o perfil de liberação de acordo com a aplicação desejada. Enquanto as fibras de pectina proporcionam uma disponibilidade mais acelerada do nutriente, as matrizes de gelatina exibem um perfil de liberação significativamente mais lento nas etapas iniciais. Esse comportamento indica que a gelatina atua de forma mais eficaz na modulação

da taxa de difusão, caracterizando-se como um sistema de liberação prolongada. Os resultados demonstram que a seleção entre pectina e gelatina possibilitam o ajuste do perfil de liberação conforme a demanda, com a pectina sendo mais adequada para estágios que requerem uma maior disponibilidade de nitrogênio, enquanto a gelatina apresenta potencial superior para sistemas que visam o fornecimento gradual e de longo prazo do fertilizante.

Assim, as nanofibras desenvolvidas neste trabalho apresentam podem ser promissoras para aplicações em sistemas de liberação controlada de nutrientes, especialmente em contextos agrícolas, contribuindo para o uso mais eficiente de fertilizantes e a redução de impactos ambientais.

6. REFERÊNCIAS

- AHAMAD, T.; ALSHEHRI, S. M. Thermal degradation and evolved gas analysis: A polymeric blend of urea formaldehyde (UF) and epoxy (DGEBA) resin. *Journal of King Saud University – Science*, Riyadh, v. 25, n. 4, p. 279–287, 2013.
- AL-ABDULJABBAR, A.; FAROOQ, I. Electrospun Polymer Nanofibers: Processing, Properties, and Applications. *Polymers*, v. 15, n. 1, art. 65, 2023.
- AL-OQLA, F. M.; SAPUAN, S. M.; ISHAK, M. R.; NURAINI, A. A. A novel electrospun HPMC/PEO blend nanofibers: Morphology and physicochemical properties. *Polymer Bulletin*, v. 78, p. 5423-5438, 2021.
- AMBLI, M.; DERACINOIS, B.; RAVALLEC, R.; CUDENNEC, B.; FLAHAUT, C. Gelatine, present use and future applications: decryption of a high-value multipurpose by-product of the agro-food industry. *Journal of Food Science and Nutrition Research*, v. 6, p. 179-207, 2023. DOI: 10.26502/jfsnr.2642-110000144.
- APOSTOLOV, A. A.; FAKIROV, S.; VASSILEVA, E.; PATIL, R. D.; MARK, J. E. DSC and TGA studies of the behavior of water in native and crosslinked gelatin. *Journal of Applied Polymer Science*, Hoboken, v. 71, n. 3, p. 465–470, 1999.
- ARONSON, H. Correction factor for dissolution profile calculations. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, v. 82, n. 11, p. 1190–1190, 1993.
- BAJD, F.; MIKAC, U.; MOHORIČ, A.; SERŠA, I. The effect of polymer–solvent interaction on the swelling of polymer matrix tablets: a magnetic resonance microscopy study complemented by bond fluctuation model simulations. *Polymers*, v. 16, n. 5, art. 601, 2024.
- BAKAR, S. S. S.; FONG, K. C.; ELEYAS, A.; NAZERI, M. F. Effect of voltage and flow rate electrospinning parameters on polyacrylonitrile electrospun fibers. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, v. 318, p. 012076, 2018.
- BENNION, B. J.; DAGGETT, V. The molecular basis for the chemical denaturation of proteins by urea. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, v. 100, n. 9, p. 5142–5147, 2003.
- BHARDWAJ, N.; KUNDU, S. C. Electrospinning: a fascinating fiber fabrication technique. *Biotechnology Advances*, v. 28, n. 3, p. 325–347, 2010.
- BHATTARAI, N.; EDMONDSON, D.; VEISEH, O.; MATSEN, F. A.; ZHANG, M. Electrospun chitosan-based nanofibers and their cellular compatibility. *Biomacromolecules*, v. 6, n. 5, p. 2582–2586, 2005.
- BLAHOWICZ, T.; EHRMANN, A. Most recent developments in electrospun magnetic nanofibers: A review. *Journal of Nanomaterials*, v. 2020, p. 1–19, 2020.

CAMPA-SIQUEIROS, P.; MADERA-SANTANA, T. J.; AYALA-ZAVALA, J. F.; LÓPEZ-CERVANTES, J.; CASTILLO-ORTEGA, M. M.; HERRERA-FRANCO, P. J. Nanofibras de gelatina e polivinilálcool-quitosana para aplicação em curativos: fabricação e caracterização. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, São Carlos, v. 30, n. 1, e2020006, 2020.

CAMPIGLIO, C. E.; CONTESSI NEGRINI, N.; FARÈ, S.; DRAGHI, L. Cross-linking strategies for electrospun gelatin scaffolds. *Materials*, v. 12, n. 15, p. 2476, 2019. DOI: 10.3390/ma12152476.

CANO, T.; NA, H.; SUN, J.-Y.; KIM, H.-Y. Swelling kinetics of constrained hydrogel spheres. *Soft Matter*, v. 19, n. 45, p. 8820-8831, 2023.

CARROLL-BASSHAM, H.; BRETTMANN, B. The interplay between conductivity and viscosity in electrospinning charged biopolymers. *Materials Chemistry and Physics*, 2024.

CASTRO-ENRÍQUEZ, D. D.; RODRÍGUEZ-FÉLIX, F.; RAMÍREZ-WONG, B.; TORRES-CHÁVEZ, P. I.; CASTILLO-ORTEGA, M. M.; RODRÍGUEZ-FÉLIX, D. E.; ARMENTA-VILLEGAS, L.; LEDESMA-OSUNA, A. I. Preparation, characterization and release of urea from wheat gluten electrospun membranes. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 60, n. 35, p. 8817–8825, 2012.

CEGIELSKA, O.; SIERAKOWSKI, M.; SAJKIEWICZ, P.; LORENZ, K.; KOGERMANN, K. Mucoadhesive brinzolamide-loaded nanofibers for alternative glaucoma treatment. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, v. 180, p. 48–62, 2022.

CELEBIOGLU, A.; TOPUZ, F.; YILDIZ, Z. I.; UYAR, T. Green Electrospinning of Chitosan/Pectin Nanofibrous Facemasks Properties and Filtration Efficiency. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, v. 10, n. 32, p. 10563-10574, 2022.

CENGİZ-ÇALLIOĞLU, F.; JIRSAK, O.; DAYIK, M. Electric current in polymer solution jet and spinnability in the needleless electrospinning process. *Fibers and Polymers*, v. 13, p. 1266–1271, 2012.

CHINATANGKUL, N.; PENGON, S.; PIRIYAPRASARTH, S.; LIMMATVAPIRAT, C.; LIMMATVAPIRAT, S. Drug carrier based on electrospun nanofibers from hydroxypropyl cellulose and shellac. *Key Engineering Materials*, v. 859, p. 239–243, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.859.239>. Acesso em: 24 jul. 2025.

COELHO, L.; SILVA, J.; PINHEIRO, C. *Vascularization: plant decellularization and electrospinning techniques for the development of small and medium caliber blood vessels*. 2018. 128 p. Dissertação (Mestrado em Bioquímica) – Faculdade de Ciências e Tecnologias, Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, 2018.

COLÍN-OROZCO, J.; COLÍN-OROZCO, E.; VALDIVIA-BARRIENTOS, R. Production of nanofibers by electrospinning as carriers of agrochemical. *Fibers*, v. 12, n. 8, p. 64, 2024.

DANG, G.; LI, J.; YIN, C.; WANG, W.; ZHANG, K.; ZHONG, R.; CHEN, L.; ZHANG, H.; SCHROYEN, M. Deciphering pectin: a comprehensive overview of its origins, processing, and promising utility. *ACS Omega*, v. 10, n. 1, p. 1-15, 2025. DOI: 10.1021/acsomega.4c01843.

DAS, K. P.; SHARMA, D.; SATAPATHY, B. K. Structurally stable polyvinyl alcohol/sodium alginate-based optimally designed electrospun mats as mechanistically robust controlled-urea-release systems. *Industrial Crops & Products*, v. 193, p. 116220, 2023.

DRANNIKOV, A.; SULIANTO, A.; OZALTIN, K.; NUGROHO, W.; WIBISONO, Y.; SAFITRI, A.; AZZAHRAH, A.; BAKSHI, M.; FATRIASARI, W.; DI MARTINO, A. Pectin-based hydrogels produced from banana and mango peels as a potential approach to removing heavy metal ions from contaminated water. *Applied Science and Engineering Progress*, v. 18, p. 7717, 2025.

EINHORN-STOLL, Ulrike; KUNZEKA, Herbert; DONGOWSKI, Gerhard. Thermal analysis of chemically and mechanically modified pectins. *Food Hydrocolloids*, Oxford, v. 21, n. 7, p. 1101–1112, 2007.

EL-HADI, A. M.; AL-JABRI, F. Y. Influence of electrospinning parameters on fiber diameter and mechanical properties of poly(3-hydroxybutyrate) (PHB) and polyanilines (PANI) blends. *Polymers (Basel)*, v. 8, n. 3, p. 97, 22 mar. 2016.

EL-NEWEHY, M. H.; EL-NAGGAR, M. E.; ALOTAIBY, S.; EL-HAMSHARY, H.; MOYDEEN, M.; AL-DEYAB, S. Green electrospinning of hydroxypropyl cellulose nanofibres for drug delivery applications. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, v. 18, n. 2, p. 805–814, fev. 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1166/jnn.2018.13852>. Acesso em: 24 jul. 2025.

FAO. Food and Agriculture Organization of the United Nations. *Water*. Roma, 2023. Disponível em: <https://www.fao.org/water/en/>. Acesso em: 9 abr. 2025.

FILIP, P.; PEER, P. Electrospinning of poly(ethylene oxide) solutions - Quantitative relations between mean nanofibre diameter, concentration, molecular weight, and viscosity. In: *AIP CONFERENCE PROCEEDINGS*, 2019.

GANJI, F.; VASHEGHANI-FARAHANI, S.; VASHEGHANI-FARAHANI, E. Theoretical Description of Hydrogel Swelling: A Review. *Iranian Polymer Journal*, 2010.

GARLOTTA, D. A literature review of poly(lactic acid). *Journal of Polymers and the Environment*, v. 9, n. 2, p. 63–84, 2001. DOI: 10.1023/A:1020200822435.

GHOMI, E. R.; KHOSRAVI, F.; ESMAEELY NEISIANY, R.; SHAKIBA, M.; ZARE, M.; LAKSHMINARAYANAN, R.; CHELLAPPAN, V.; ABDOUSS, M.; RAMAKRISHNA, S. Advances in electrospinning of aligned nanofiber scaffolds used for wound dressings. *Current Opinion in Biomedical Engineering*, v. 22, p. 100393, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.cobme.2022.100393>. Acesso em: 24 jul. 2025.

GÓMEZ-GUILLÉN, M. C.; LÓPEZ-CABALLERO, M. E.; MARTÍNEZ-ALVAREZ, O.; MONTERO, P. Recent Trends in Gelatin Electrospun Nanofibers. *Coatings*, v. 11, n. 9, p. 1035, 2021.

GONTARD, N.; SARTRE, A.; GUILBERT, S. Preparation and characterization of electrospun pectin-based films. *Applied Sciences*, v. 9, n. 23, p. 5092, 2019.

GREINER, A.; WENDORFF, J. H. Electrospinning: a fascinating method for the preparation of ultrathin fibers. *Angewandte Chemie International Edition*, v. 46, n. 30, p. 5670–5703, 2007.

GROTHER, T.; BRIKMANN, J.; MEISSNER, H.; EHRMANN, A. Influence of solution and spinning parameters on nanofiber mat creation of poly(ethylene oxide) by needleless electrospinning. *Materials Science*, v. 23, n. 4, 2017. DOI: 10.5755/j01.ms.23.4.17169.

HASSAN, M.; HUSSAIN, D.; KANWAL, T.; XIAO, H.-M.; MUSHARRAF, S. G. Methods for detection and quantification of gelatin from different sources. *Food Chemistry*, v. 438, 16 abr. 2024, p. 137970. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2023.137970>.

HASOUNAH, I.; SHEHATA, N.; HUDSON, A.; ORLER, B.; MEEHAN, K. Characteristics and 3D formation of PVA and PEO electrospun nanofibers with embedded urea. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 131, n. 3, 05 fev. 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/app.39840>. Acesso em: 24 jul. 2025.

HE, H.; WANG, Y.; FARKAS, B.; NAGY, Z. K.; MOLNAR, K. Analysis and prediction of the diameter and orientation of AC electrospun nanofibers by response surface methodology. *Materials & Design*, v. 194, p. 108902, 2020.

HE, H.; WU, M.; ZHU, J.; YANG, Y.; GE, R.; YU, D. Engineered spindles of little molecules around electrospun nanofibers for biphasic drug release. *Advanced Fiber Materials*, v. 4, p. 305–317, 2022.

HOLSTON, M.; STOKES, K. L. Characterization of Faraday cages for high frequency electromagnetic shielding. *Georgia Journal of Science*, v. 82, n. 1, art. 94, 2024.

HOSSEINI, S. A.; HOSEINI, S. J.; ASKARI, V. R.; SALARINIA, R.; EBRAHIMZADEH-BIDESKAN, A.; TARA, F.; KERMANI, F.; NAZARNEZHAD, S.; KARGOZAR, S. Pectin-reinforced electrospun nanofibers: fabrication and characterization of highly biocompatible mats for wound healing applications. *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, v. 77, p. 103916, 2022.

HUANG, H.; SONG, Y.; ZHANG, Y.; LI, Y.; LI, J.; LU, X.; WANG, C. Electrospun nanofibers: current progress and applications in food systems. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, Washington, DC, v. 70, n. 5, p. 1391-1409, 9 fev. 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.1c05352>. Acesso em: 24 jul. 2025.

HUANG, Z.-M.; ZHANG, Y. Z.; KOTAKI, M.; RAMAKRISHNA, S. A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. *Composites Science and Technology*, v. 63, p. 2223–2253, 2003.

IBRAHIM, Suriani; JOHAN, Mohd Rafie. Thermolysis and conductivity studies of poly(ethylene oxide) (PEO) based polymer electrolytes doped with carbon nanotube. *International Journal of Electrochemical Science*, v. 7, p. 2596–2615, 2012.

JAMES, A.; NAYAR, D. Contrasting behavior of urea in strengthening and weakening confinement effects on polymer collapse. *The Journal of Chemical Physics*, v. 161, p. 164904, 2024. DOI: 10.1063/5.0227153.

- KAKORIA, A.; SINHA-RAY, S. A Review on Biopolymer-Based Fibers via Electrospinning and Solution Blowing and Their Applications. *Fibers*, v. 6, n. 3, art. 45, 2018.
- KAMPEERAPAPPUN, P.; PHANOMKATE, N. Slow release fertilizer from core-shell electrospun fibers. *Chiang Mai Journal of Science*, v. 40, n. 3, p. 775–782, 2013.
- KANG, N.; WEIXIN, D.; ZUCONG, C. Ammonia Volatilization from Soil as Affected by Long-term Application of Organic Manure and Chemical Fertilizers During Wheat Growing Season, *Journal of Agro-Environment Science*, v. 28, n. 12, p. 2614–2622, 2009.
- KOMMAREDDY, S.; SHENOY, D.; AMIJI, M. Gelatin Nanoparticles and Their Biofunctionalization. *NANOTECHNOLOGIES FOR THE LIFE SCIENCES*. Vol. 1: Biofunctionalization of Nanomaterials, 2007
- KOTATHA, D.; HIRATA, M.; OGINO, M.; UCHIDA, S.; ISHIKAWA, M.; FURUKE, T.; TAMURA, H. Preparation and characterization of electrospun gelatin nanofibers for use as nonaqueous electrolyte in electric double-layer capacitor. *Journal of Nanotechnology*, 2019.
- KOWALSKI, S.; KIJOWSKA, K.; WITCZAK, T.; KUTERASIŃSKI, Ł.; ŁUKASIEWICZ, M. Pectin and pectin-based materials: Properties and applications—A review. *Polymers*, v. 11, n. 3, p. 1–26, 2019.
- KNURR, B. J.; WEBER, J. M. Infrared spectra and structures of anionic complexes of cobalt with carbon dioxide ligands. *The Journal of Physical Chemistry A*, Washington, v. 118, n. 23, p. 4056–4062, 2014. DOI: 10.1021/jp503194v.
- KUMBAR, S. S.; LAURENCIN, C. T.; DENG, M. Natural and synthetic biomedical polymers. Oxford: Elsevier, 2014.
- LI, D.; XIA, Y. Electrospinning of nanofibers: reinventing the wheel? *Advanced Materials*, v. 16, n. 14, p. 1151–1170, 2004.
- LI, T.; SUN, M. S. State-of-the-Art Review of Electrospun Gelatin-Based Nanofiber Dressings for Wound Healing Applications. *Nanomaterials*, v. 12, p. 1234, 2022.
- LIN, S.-H.; OU, S.-L.; HSU, H.-M.; WU, J.-Y. Preparation and characteristics of polyethylene oxide/curdlan nanofiber films by electrospinning for biomedical applications. *Materials*, v. 16, n. 10, p. 3863, 2023. DOI: 10.3390/ma16103863.
- LOBO, F. O potencial dos nanofertilizantes para aumentar a produtividade e sustentabilidade da agricultura. *Instituto de Pesquisa Econômica Aplicada*, 2022.
- MA, P. X.; ZHANG, R. Synthetic nano-scale fibrous extracellular matrix. *Journal of Biomedical Materials Research*, v. 46, n. 1, p. 60–72, 1999
- McCUNE, D. Electrospinning pectin-based nanofibers: a parametric and cross-linker study. *Applied Nanoscience*, v. 8, p. 33–40, 2018.
- MERCANTE, L. A.; CORRÊA, D. S. *Eletrofição: histórico e fundamentos*. In: MERCANTE, L. A.; CORRÊA, D. S. (orgs.). *Eletrofição e nanofibras: fundamentos e aplicações*. Ponta Grossa, PR: Atena Editora, 2023. p. 1-12.

MISHRA, S. M.; SAUER, A. Effect of Physical Properties and Chemical Substitution of Excipient on Compaction and Disintegration Behavior of Tablet: A Case Study of Low-Substituted Hydroxypropyl Cellulose (L-HPC). *Macromol*, v. 2, p. 113–130, 2022.

NISAR, T.; JIAO, X.; GOUDA, M.; LIANG, J.; AHMED, R.; GAO, Z.; GUO, Y. Characterization of citrus pectin films integrated with clove bud essential oil: Physical, thermal, barrier and antibacterial properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 106, p. 670-680, 2018.

NÓBREGA, T. C. *Produção e caracterização de gelatina a partir de subproduto do processamento do tambaqui Colossoma macropomum*. 2023. Dissertação (Mestrado em Ciência Animal e Recursos Pesqueiros) – Universidade Federal do Amazonas, Manaus, 2023.

OECD/FAO, OECD-FAO Agricultural Outlook 2023-2032, *OECD Publishing*, Paris, 2023.

OLIVEIRA, T. D. M. de. *Compliance no agronegócio brasileiro: desafios e oportunidades para a implementação efetiva por pequenos produtores rurais, implicações na sustentabilidade e competitividade setorial*. 2024. 97 f. Dissertação (Mestrado) – Universidade de Rio Verde, Programa de Pós-Graduação em Direito do Agronegócio e Desenvolvimento, Rio Verde-GO, 2024.

PANTANO, G.; GROSSELI, G. M.; MOZETO, A. A.; FADINI, P. S. Sustentabilidade no uso do fósforo: uma questão de segurança hídrica e alimentar. *Química Nova*, São Paulo, v. 39, n. 6, p. 732–740, 2016.

PEREIRA, C. N.; CASTRO, C. N. Expansão da produção agrícola, novas tecnologias de produção, aumento de produtividade e o desnível tecnológico no meio rural. Brasília: *Ipea*; CEPAL, 2022.

PEREIRA, V. A.; DE OLIVEIRA, N. M.; SOUZA, R. C.; SOBRAL, P. J. A. Physical and chemical characterization of nanostructured urea-loaded biopolymer membranes. *Journal of Applied Polymer Science*, v. 135, n. 25, p. 46395, 2018.

QU, H.; WEI, S.; GUO, Z. Coaxial electrospun nanostructures and their applications. *Journal of Materials Chemistry A*, v. 1, n. 38, p. 1151–1170, 2013.

RAHMAN, M. S.; KHAN, S. S.; AHMED, M. W.; JONY, M. E.; DAS, P. C.; UDDIN, M. B. Extraction of pectin from Elephant Apple and Pomelo fruit peels: valorization of fruit waste towards circular economy. *Food Chemistry Advances*, v. 3, 2023, p. 100544.

RANJAN, A.; JHA, P. K. Experiments and modeling of controlled release behavior of commercial and model polymer-drug formulations using dialysis membrane method. *Drug Delivery and Translational Research*, v. 10, p. 515–528, 2019.

REDDY, V. S.; TIAN, Y.; ZHANG, C.; YE, Z.; ROY, K.; CHINNAPPAN, A.; RAMAKRISHNA, S.; LIU, W.; GHOSH, R. A review on electrospun nanofibers based advanced applications: from health care to energy devices. *Polymers*, v. 13, n. 21, p. 3746, 2021.

- RIGHI, T.; ALMEIDA, R. S.; D'ÁVILA, M. A. Electrospinning of gelatin/PEO blends: influence of process parameters in the nanofiber properties. *Macromolecular Symposia*, v. 319, n. 1, p. 19–27, set. 2012.
- ROCHA, C. G.; CARDOSO, A. A. Gases de nitrogênio reativo como precursores do aerossol atmosférico: reações de formação, processos de crescimento e implicações ambientais. *Química Nova*, v. 44, n. 4, p. 460–472, 2021.
- SALT, A. A Data Set to Verify Volume and Sample Removal Correction Calculations for Dissolution Testing. *Dissolution Technologies*, v. 28, 2021.
- SCHABER, P. M.; COLSON, J.; HIGGINS, S.; THIELEN, D.; ANAGNOST, J.; PREECE, J.; FERRIS, K. Thermal decomposition (pyrolysis) of urea in an open reaction vessel. *Thermochimica Acta*, v. 424, n. 1-2, p. 131-142, 2004.
- SHARMA, N.; ALLARDYCE, B. J.; RAJKHOWA, R.; AGRAWAL, R. Controlled release fertilizer delivery system derived from rice straw cellulose nanofibres: a circular economy based solution for sustainable development. *Bioengineered*, v. 14, n. 1, p. 2242124, 2023.
- SHIMADZU DO BRASIL. *Protein Secondary Structural Analysis by FTIR*. Disponível em: Acesso em: 3 jul. 2025.
- SILL, T. J.; VON RECUM, H. A. Electrospinning: applications in drug delivery and tissue engineering. *Biomaterials*, v. 29, n. 13, p. 1989–2006, 2008.
- SILVA, C. F.; PAULA, D. D. M.; BORGES, K. B. Eletrofiação aplicada ao desenvolvimento de nanofibras adsorventes visando o aprimoramento de técnicas de (micro)extração em fase sólida. *Química Nova*, v. 44, n. 9, p. 1137–1150, 2021.
- ŠIRC, J.; HOBZOVÁ, R.; KOSTINA, N.; MUNZAROVÁ, M.; JUKLÍČKOVÁ, M.; LHOTKA, M.; KUBINOVÁ, Š.; ZAJÍCOVÁ, A.; MICHÁLEK, J. Morphological characterization of nanofibers: methods and application in practice. *Journal of Nanomaterials*, v. 2012.
- SKOOG, Douglas A.; WEST, Donald M.; HOLLER, F. James; CROUCH, Stanley R. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. 9. ed. Belmont: Cengage Learning, 2013.
- SMITH, B. C. *Infrared spectral interpretation: a systematic approach*. Boca Raton: CRC Press, 2011.
- SHRIKY, B.; BABENKO, M.; WHITESIDE, B. R. Dissolving and swelling hydrogel-based microneedles: An overview of their materials, fabrication, characterization methods, and challenges. *Gels*, v. 9, n. 10, p. 806, 2023.
- STELLA, S. M.; SRIDHAR, T. M.; RAMPRASATH, R.; GIMBUN, J.; VIJAYALAKSHMI, U. Physio-chemical and biological characterization of novel HPC (hydroxypropylcellulose):HAP (hydroxyapatite):PLA (poly lactic acid) electrospun nanofibers as implantable material for bone regenerative application. *Polymers*, v. 15, n. 1, p. 155, 2023. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/polym15010155>. Acesso em: 24 jul. 2025.

STUART, B. H. *Infrared spectroscopy: fundamentals and applications*. Chichester: Wiley, 2004.

SUDHAKAR, P.; KRISHNAIAH, P.; VENKATA PRASAD, C.; LATHA, P. S.; RAO, K. Chowdoji; SUBHA, M. C. S. Preparation and characterization of starch/poly(vinyl alcohol) based films for urea release. *International Journal of Plastics Technology*, v. 19, n. 1, p. 129-145, 2015.

SUDHEESH, C.; VARSHA, L.; SIDDIQUI, S. A.; SUNOOJ, K. V.; PILLAI, S. Exploring urea as a prospective auxiliary for starch functionalization: a concise review on modified starch properties and the sustainable packaging films. *Food Chemistry*, v. 455, p. 139914, 2024. DOI: 10.1016/j.foodchem.2024.139914.

SUTHUTHI, M. J.; SUMATHI, S. A review of electrospun polymeric fibers as potential drug delivery systems for tunable release kinetics. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, v. 10, n. 3, p. 100933, 2025.

TABARESTANI, H. S.; JAFARI, S. M. Production of food bioactive-loaded nanofibers by electrospinning. In: JAFARI, S. M. (ed.). *Nanoencapsulation in the food industry: nanoencapsulation of food ingredients by specialized equipment*. London: Academic Press, 2019. v. 3, p. 31-105. ISBN 9780128156711. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-815671-1.00002-0>. Acesso em: 24 jul. 2025.

THERMO FISHER SCIENTIFIC. Options for Quantitative Analysis of Light Elements by SEM/EDS. *Thermo Fisher Scientific*, 2013.

UNITED NATIONS. World Population Prospects 2024: Summary of Results. New York: Department of Economic and Social Affairs, *Population Division*, 2024. Disponível em: Acesso em: 21 mar. 2025.

UTRACKI, L. A. *Polymer Blends Handbook*. Dordrecht: Springer, 2002.

VENUGOPAL, J.; PRABHAKARAN, M. P.; LOW, S.; CHOON, A. T.; DEEPIKA, G.; DEV, V. R. G.; RAMAKRISHNA, S. Continuous nanostructures for the controlled release of drugs. *Current Pharmaceutical Design*, [S.l.], v. 15, n. 15, p. 1799–1808, 2009. DOI: 10.2174/138161209788186344.

WANG, Pu; LV, He; CAO, Xianyang; LIU, Yanan; YU, Deng-Guang. Recent progress of the preparation and application of electrospun porous nanofibers. *Polymers*, v. 15, n. 4, p. 921, 2023.

WEI, J.; AEBY, X.; NYSTRÖM, G. Printed structurally colored cellulose sensors and displays. *Advanced Materials Technologies*, v. 8, n. 1, p. 2200897, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/admt.202200897>. Acesso em: 24 jul. 2025.

XU, C.; LI, Y.; LUO, S.; LIU, C.; CHEN, J.. Preparation of pectin-based nanofibers encapsulating *Lactobacillus rhamnosus* 1.0320 by electrospinning. *Food Hydrocolloids*, v. 124, p. 107216, 2022.

XUE, J.; WU, T.; DAI, Y.; XIA, Y. Electrospinning and electrospun nanofibers: methods, materials, and applications. *Chemical Reviews*, v. 119, n. 8, p. 5298–5415, 2019.

YOUNIS, O. M.; EL HADIDI, N. M. N.; DARWISH, S. S.; MOHAMED, M. F. Preliminary study on the strength enhancement of Klucel E with cellulose nanofibrils (CNFs) for the conservation of wooden artifacts. *Journal of Cultural Heritage*, v. 60, p. 41–49, 2023.

YU, K.; ZHOU, X.; ZHU, T.; WU, T.; WANG, J.; FANG, J.; EL-AASSAR, M. R.; EL-HAMSHARY, H.; EL-NEWEHY, M.; MO, X. Fabrication of poly(ester-urethane)urea elastomer/gelatin electrospun nanofibrous membranes for potential applications in skin tissue engineering. *RSC Advances*, v. 6, n. 77, p. 73636–73644, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1039/C6RA12221G>. Acesso em: 24 jul. 2025.

ZAHMATKESHAN, M.; KAHOURIPOUR, M.; GHOLAMI, L.; SOLTANI-JAZI, F.; ZAHMATKESHAN, M.; ADEL, M. Electrospun nanofibers as the applied filters in air, water, face masks, and respirators. *Polymer Bulletin*, v. 82, p. 4321–4349, 2025.

ZHANG, L. X.; LI, Y. Z.; SHI, L. W.; YAO, R. J.; XIA, S. S.; WANG, Y.; YANG, Y. P. Electrospun polyethylene oxide (PEO)-based composite polymeric nanofiber electrolyte for Li-metal battery. In: THE 4TH INTERNATIONAL CONFERENCE ON GRAPHENE AND NOVEL NANOMATERIALS (GNN 2022), 2022, Shenzhen, China. *Journal of Physics: Conference Series*, v. 2353, p. 012004, 2022. DOI: 10.1088/1742-6596/2353/1/012004.

ZHANG, W.; HE, Z.; HAN, Y.; JIANG, Q.; ZHAN, C.; ZHANG, K.; LI, Z.; ZHANG, R. Structural design and environmental applications of electrospun nanofibers. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, v. 137, p. 106009, 2020.

ZHANG, Y.; LV, S.; WANG, H.; TU, M.; XI, Z.; WANG, X. Applications of nanomaterials in agricultural production. *Fruit Research*, v. 5, 2025.

ZHBANKOV, R. G.; KOROLIK, E. V.; FIRSOV, S. P.; MARCHEWKA, M.; RATAJCZAK, H. Spectroscopic manifestation of weak intermolecular bonds in biopolymers. In: MERLIN, J. C.; TURRELL, S.; HUVENNE, J. P. (org.). *Spectroscopy of biological molecules*. Dordrecht: Springer, 1995. p. [s.n.]. DOI: 10.1007/978-94-011-0371-8_55.

ZHU, X.; YANG, Y.; ZHE, W.; LI, Z.; LI, G. Preparation and characterization of gelatin-poly(ethylene oxide) composite nanofibers. *Polymer International*, v. 57, n. 1, p. 55-61, 2008.

ANEXO I - RESULTADOS UV-Vis

1. Análise espectroscópica (UV-Vis) da liberação de ureia – Fibras de pectina

Os espectros UV-Vis referentes às fibras de pectina, apresentados na Figura 37, exibem comportamento semelhante ao observado para as fibras de gelatina, com máximo de absorção em 202 nm e aumento progressivo da intensidade das curvas com o tempo de liberação.

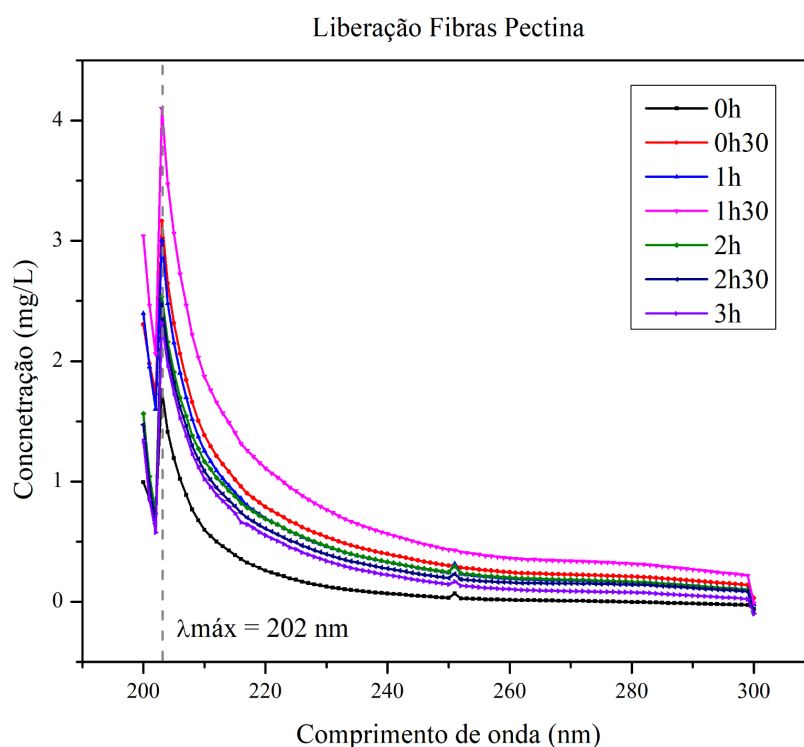


Figura 37. Concentração de ureia liberada para as nanofibras de pectina.

Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Comparativamente, as fibras de pectina apresentam valores de concentração menores em determinados tempos analisados, em concordância com os perfis de liberação cumulativa. Esse resultado sugere que, apesar da liberação mais rápida observada nos gráficos cumulativos, a concentração instantânea de ureia no meio pode variar em função da dinâmica de difusão e diluição durante o ensaio.

Assim como observado para a gelatina, não são identificadas alterações significativas no formato espectral, indicando estabilidade química da ureia e ausência de interferências relevantes do polímero na região espectral analisada.

2. Análise espectroscópica (UV-Vis) da liberação de ureia – Fibras de gelatina

A Figura 38 apresenta os espectros de concentração de ureia (mg/L) em função do comprimento de onda para as fibras de gelatina, obtidos em diferentes tempos de liberação.

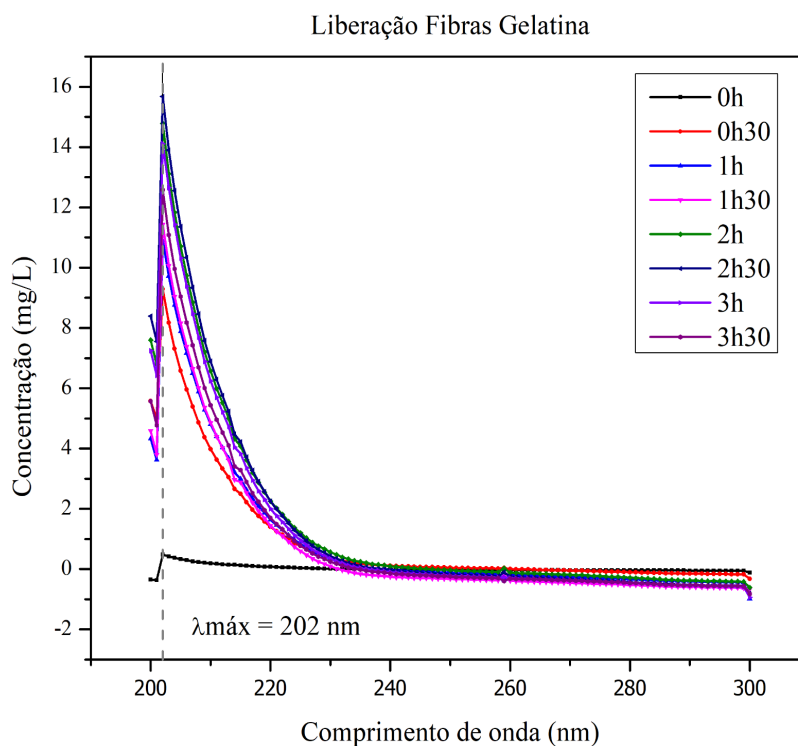


Figura 38. Concentração de ureia liberada para as nanofibras de gelatina.

Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

Observou-se, em todas as curvas, uma banda bem definida em aproximadamente 202 nm, correspondente ao comprimento de onda de máxima absorção ($\lambda_{\text{máx}}$) da ureia, conforme determinado previamente pela curva de calibração. Com o aumento do tempo de liberação,

ocorreu um incremento progressivo da intensidade das curvas na região do $\lambda_{\text{máx}}$, indicando aumento da concentração de ureia no meio aquoso. A manutenção do formato espectral ao longo do tempo sugere que não houve alteração química significativa da ureia durante o processo de liberação.

Em comprimentos de onda superiores a aproximadamente 230 nm, os valores de concentração tendem a zero ou assumem valores ligeiramente negativos, o que pode ser atribuído a ruídos instrumentais, correção de branco e limitações do ajuste matemático da curva de calibração, não representando concentrações fisicamente negativas (SKOOG *et al.*, 2003).

De forma geral, os resultados demonstraram que ambas as matrizes poliméricas avaliadas são capazes de promover a liberação controlada de ureia em meio aquoso. As fibras de pectina apresentam um perfil de liberação mais rápido, enquanto as fibras de gelatina exibiram uma liberação mais gradual, especialmente nos tempos iniciais.

A combinação dos dados de liberação cumulativa e das análises espectroscópicas por UV-Vis evidenciaram que a escolha do polímero é um fator determinante na cinética de liberação, permitindo a modulação do sistema conforme a aplicação desejada, como fertilizantes de liberação controlada ou sistemas de fornecimento gradual de compostos nitrogenados.

ANEXO II - RESULTADOS MEV/EDS

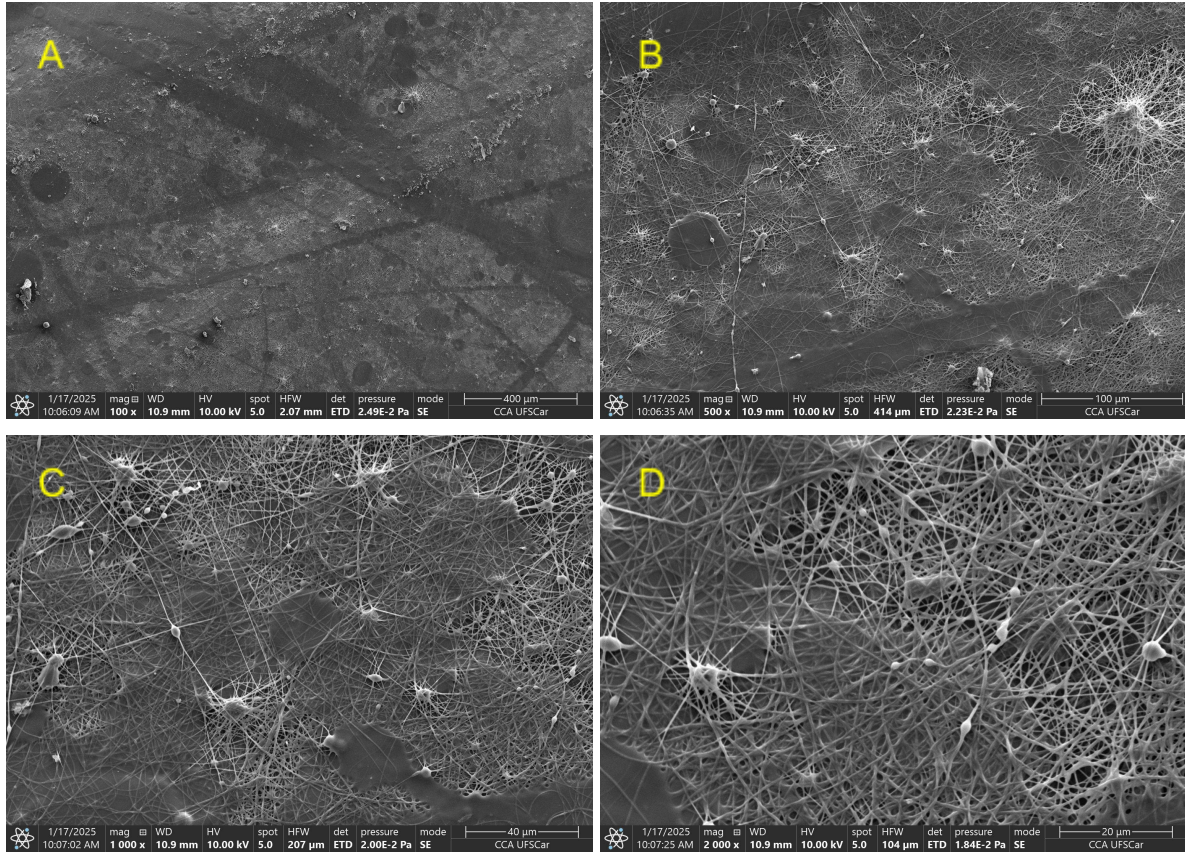


Figura 39. Micrografias da amostra 4P (1% Pectina; 5% HPC; 2,5% PEO) com ampliação de (A)100x; (B)500x; (C)1000x; (D)2000x.

Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

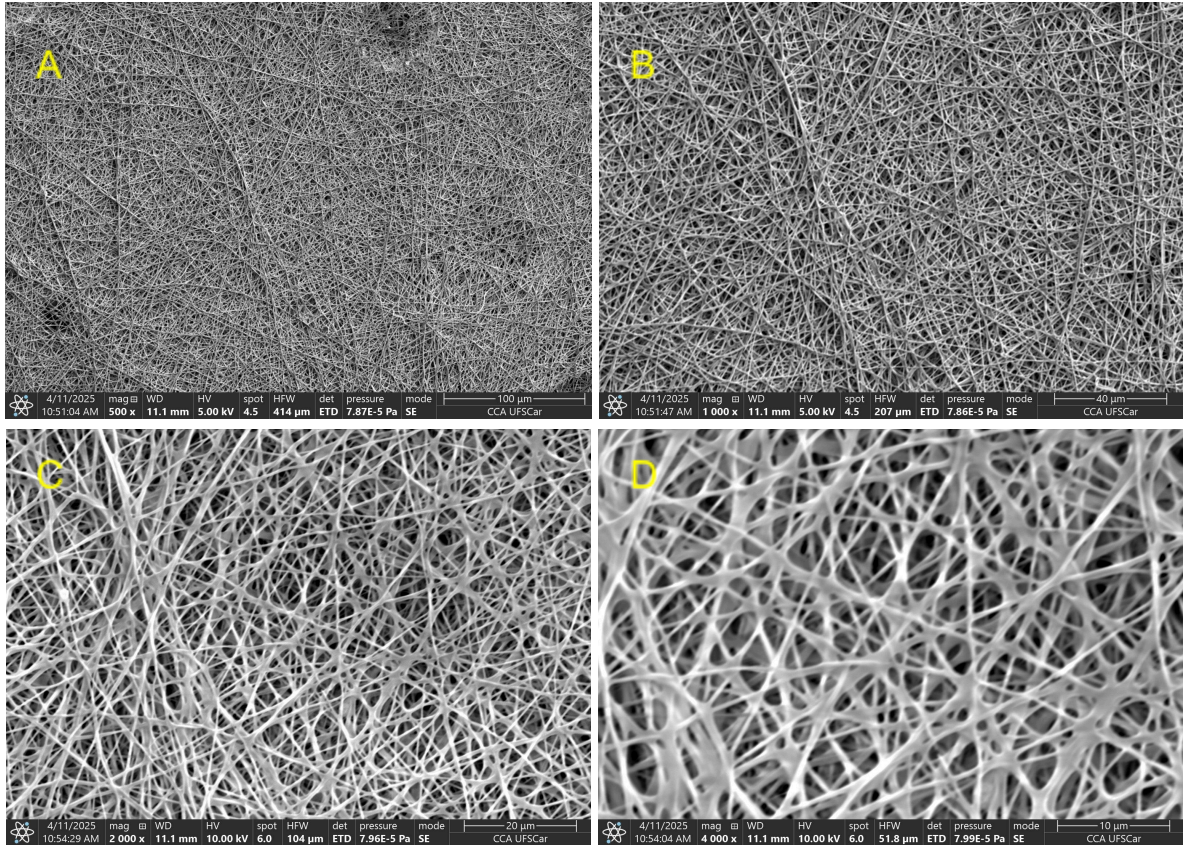


Figura 40. Micrografias da amostra 5P (1% Pectina; 5% HPC; 2,5% PEO; 10% Ureia) com ampliação de (A)500x; (B)1000x; (C)2000x; (D)4000x.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

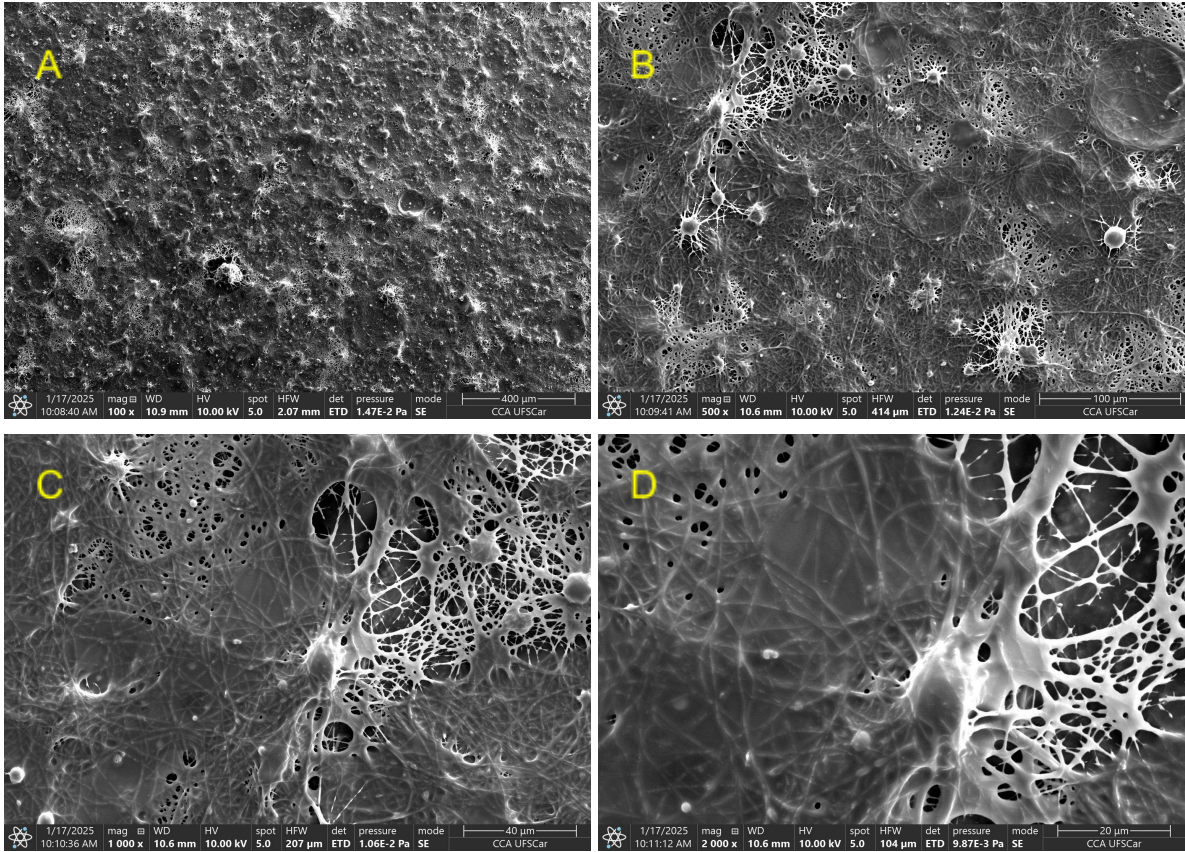


Figura 41. Micrografias da amostra 1G (1% Gelatina; 5% HPC; 2,5% PEO) com ampliação de (A)100x; (B)500x; (C)1000x; (D)2000x.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

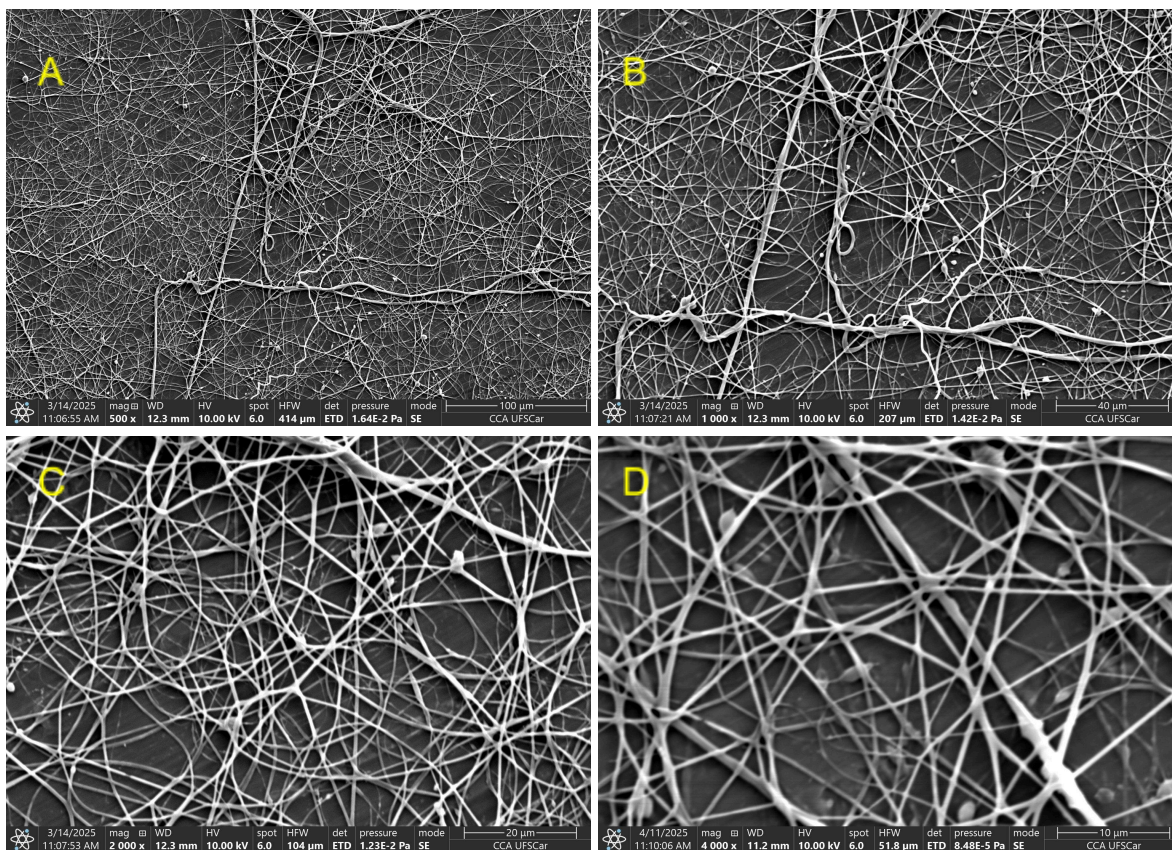


Figura 42. Micrografias da amostra 2G (1% Gelatina; 5% HPC; 5% PEO) com ampliação de (A)500x; (B)1000x; (C)2000x; (D)4000x.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

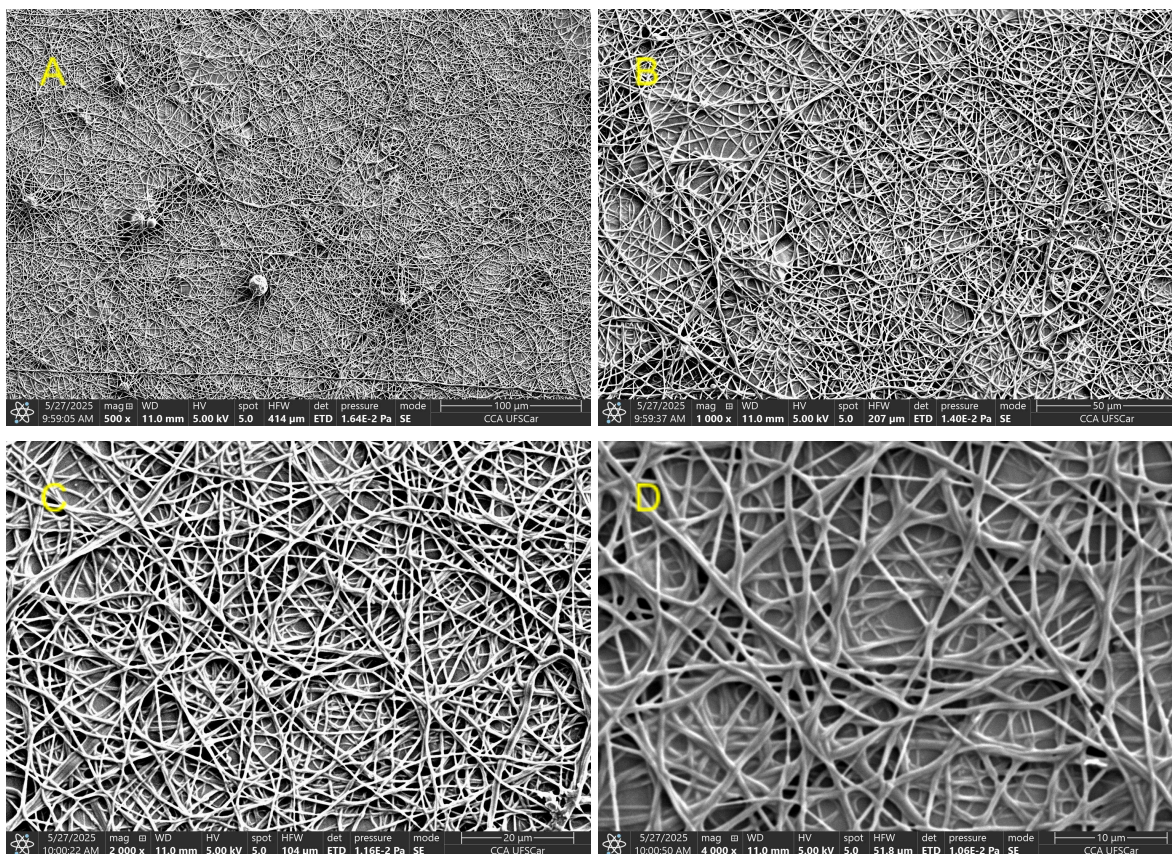


Figura 43. Micrografias da amostra 4G (1% Gelatina; 5% HPC; 4% PEO) com ampliação de (A)500x; (B)1000x; (C)2000x; (D)4000x.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

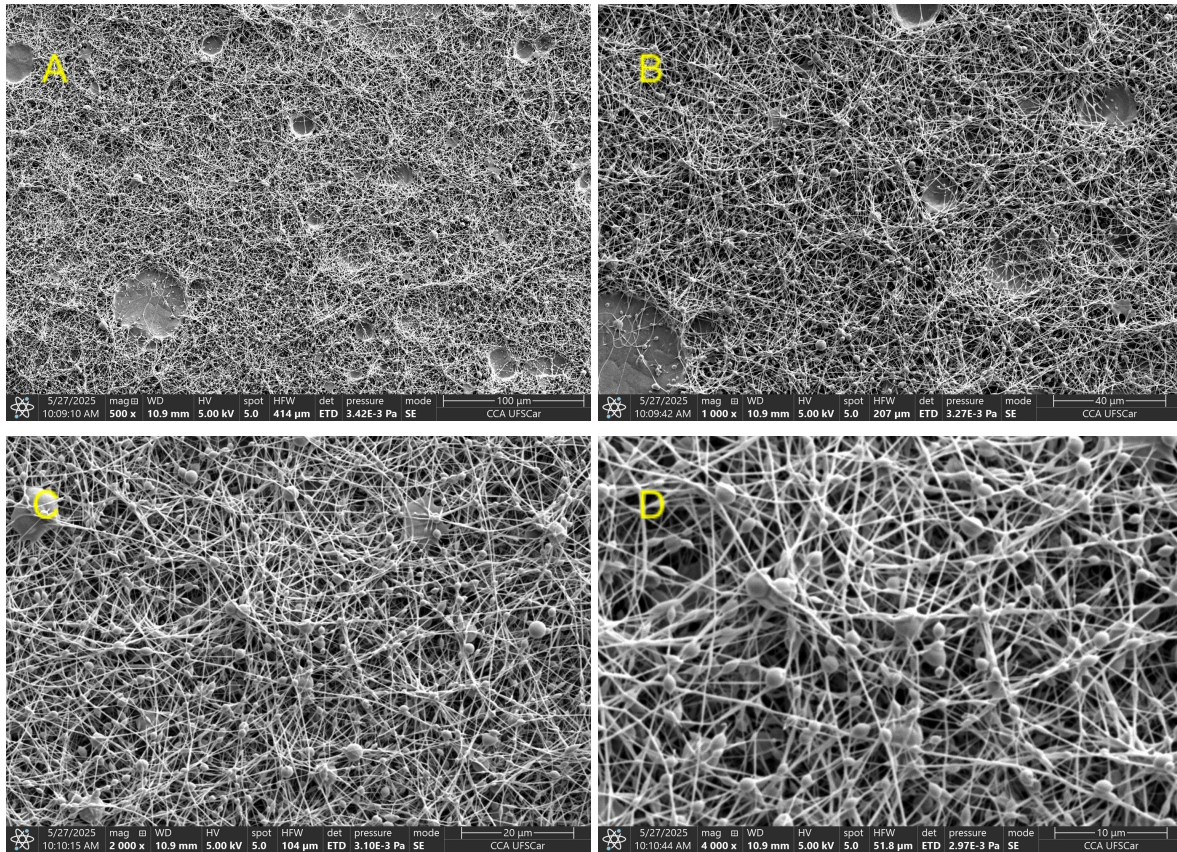


Figura 44. Micrografias da amostra 5G (1% Gelatina; 5% HPC; 2,5% PEO; 10% Ureia) com ampliação de (A)500x; (B)1000x; (C)2000x; (D)4000x.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

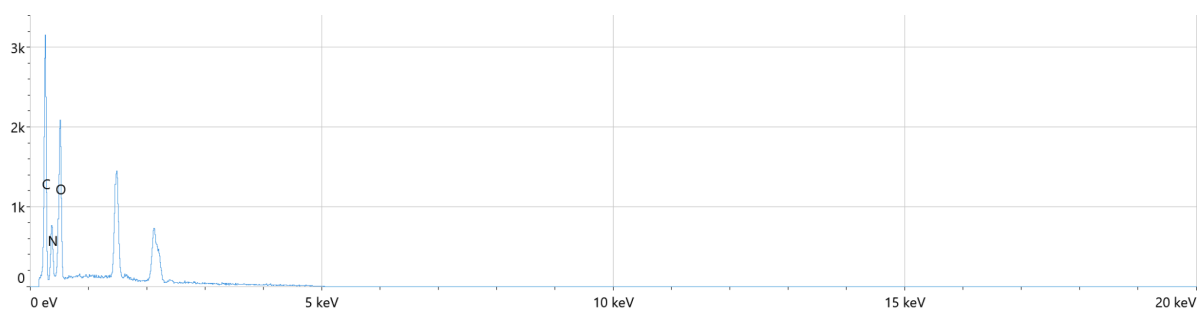
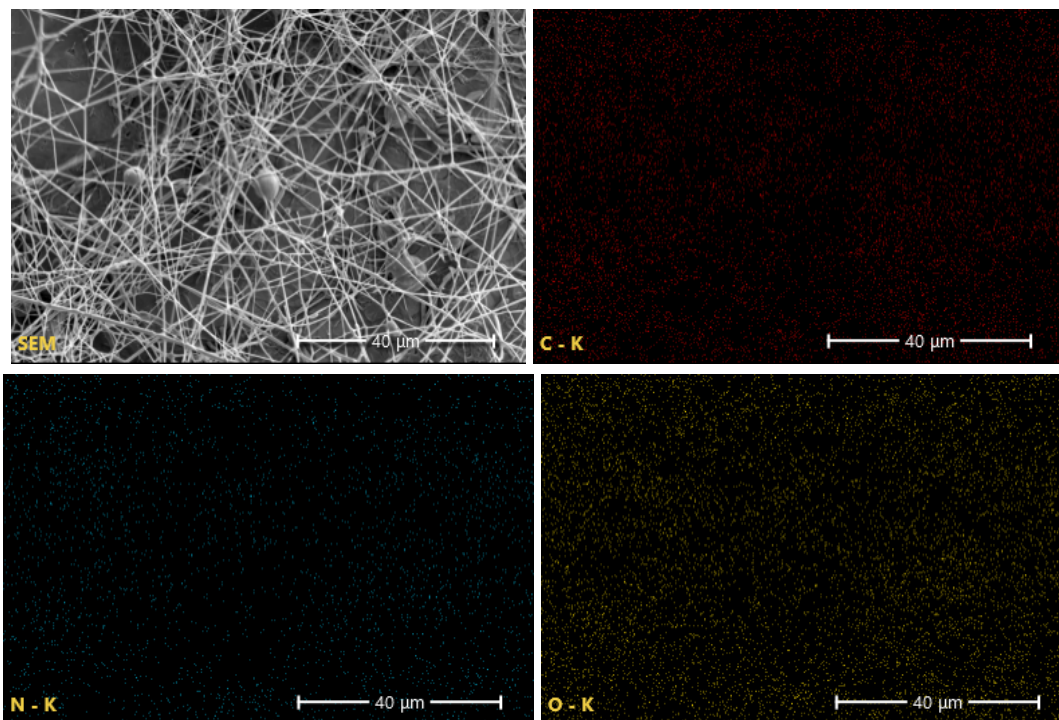


Figura 45. Análise EDS amostra 5P.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

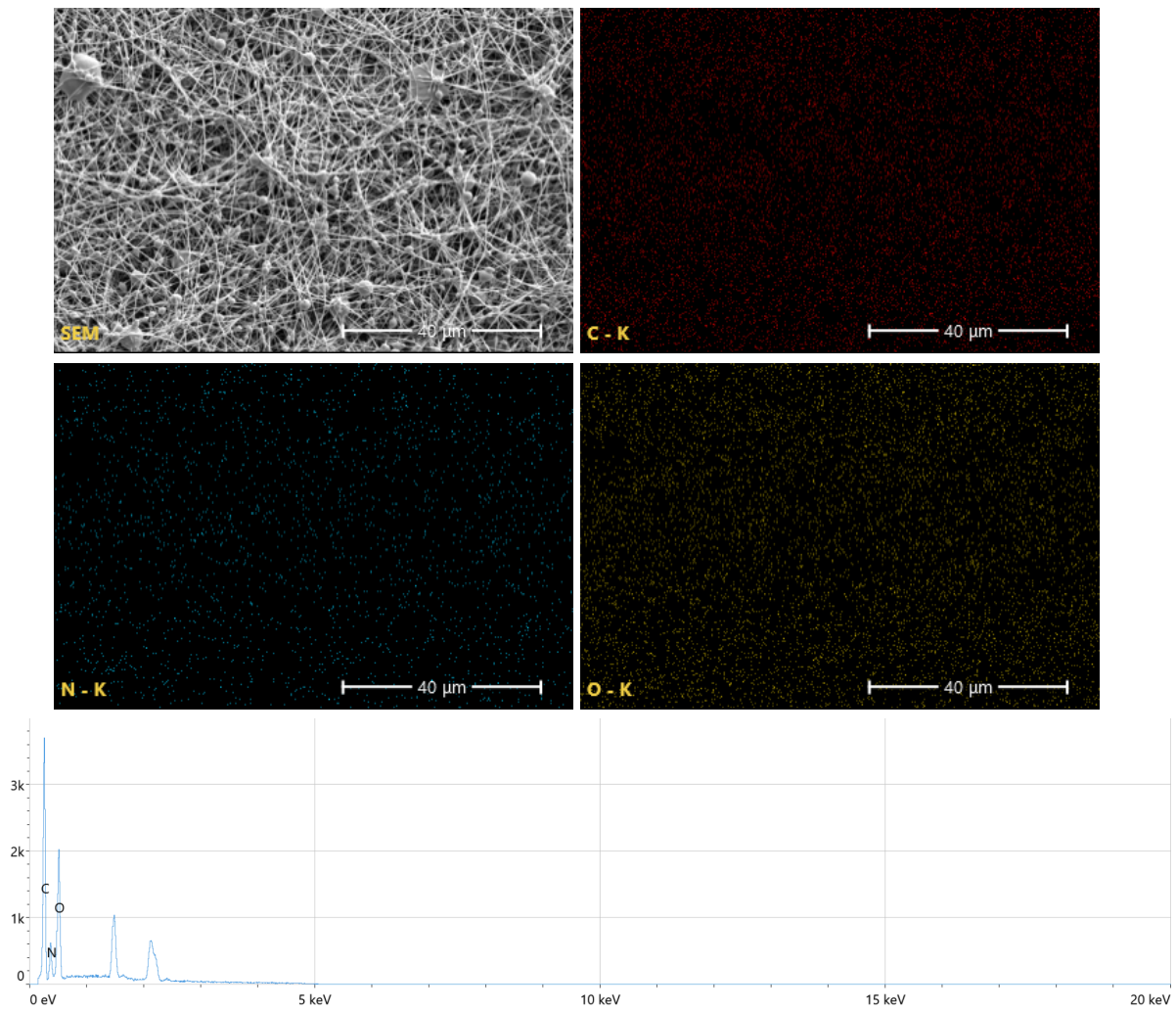


Figura 46. Análise EDS amostra 5G.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

ANEXO III - RESULTADOS FTIR

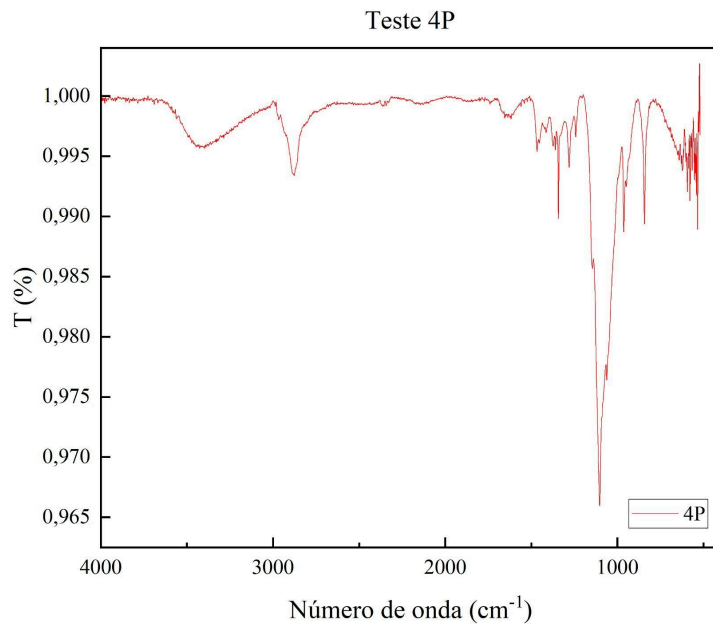


Figura 47. Espectro FTIR da amostra 4P.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

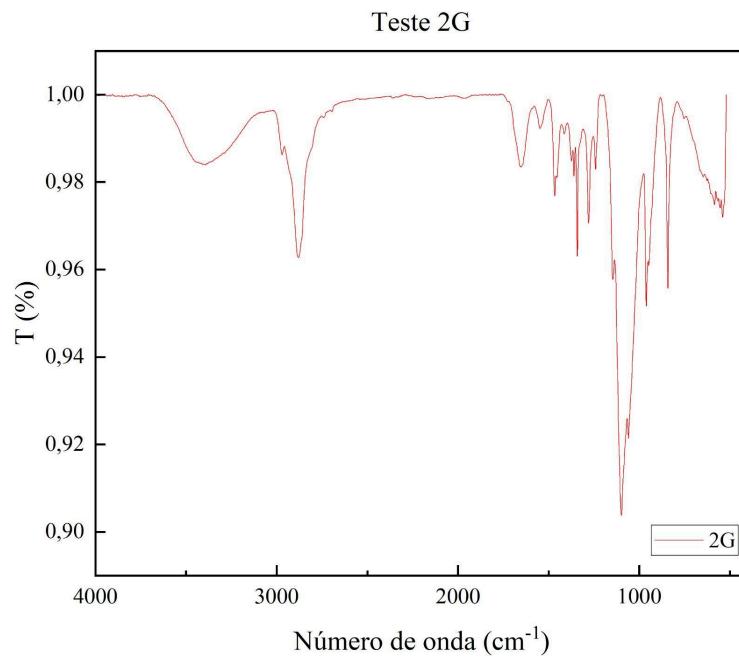


Figura 48. Espectro FTIR da amostra 2G.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

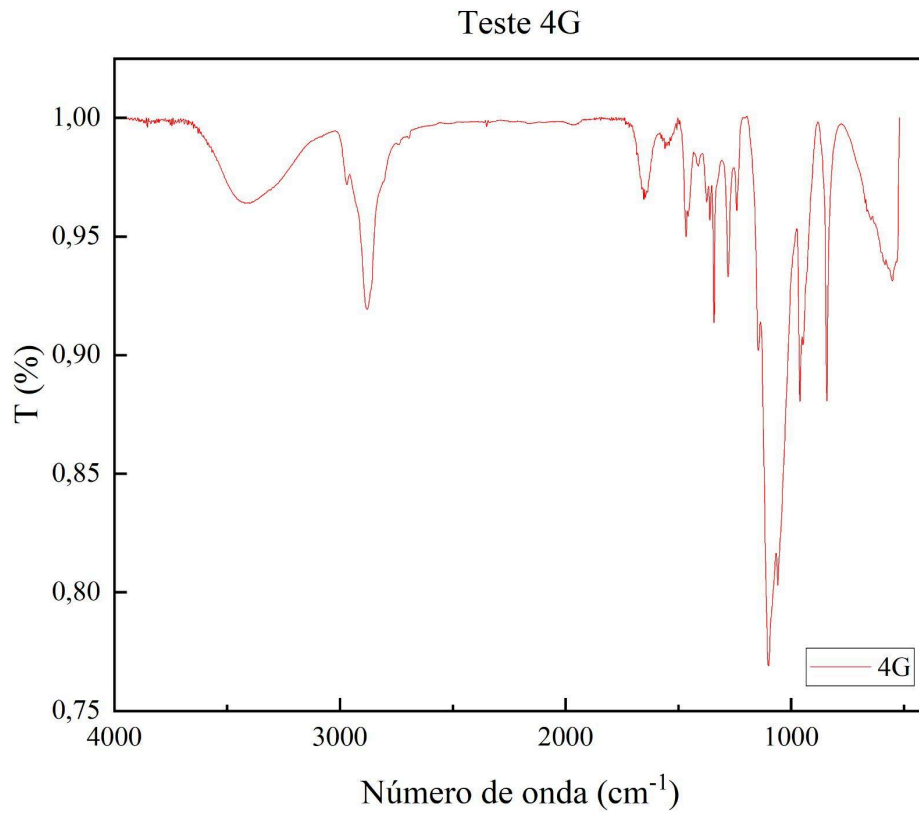


Figura 49. Espectro FTIR da amostra 4G.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

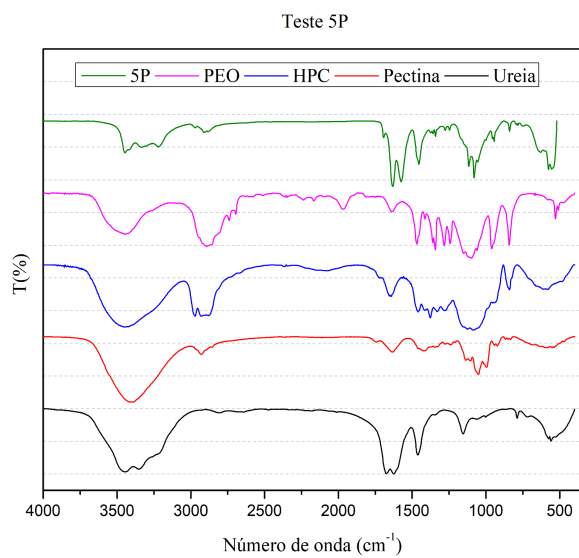


Figura 50. Espectro FTIR da amostra 5P e reagentes.
 Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

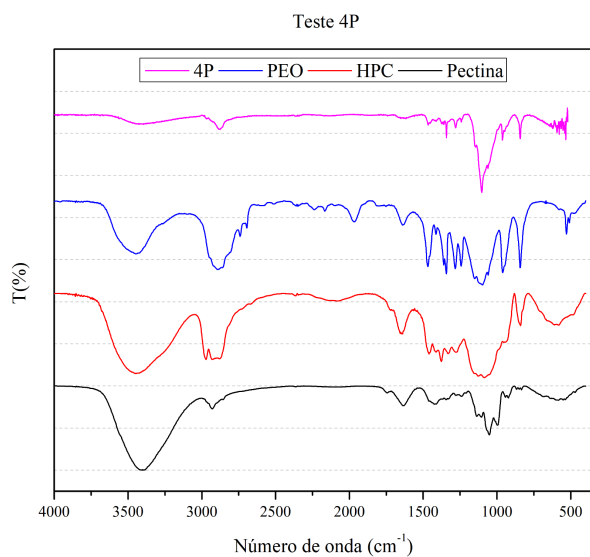


Figura 51. Espectro FTIR da amostra 4P e reagentes.
 Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

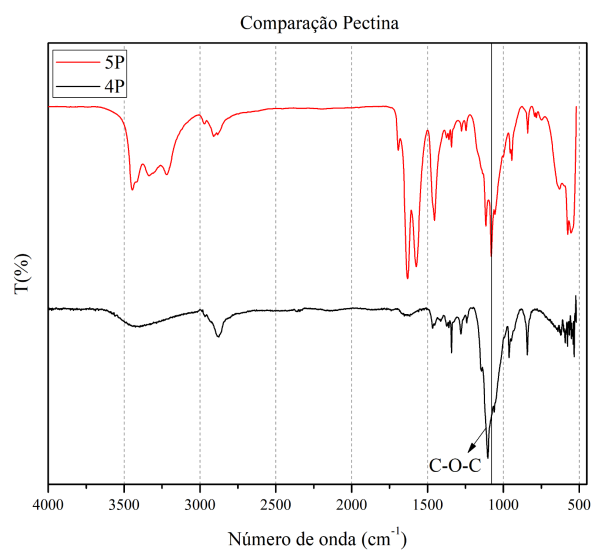


Figura 52. Comparação espectro FTIR das amostras 4P e 5P.
 Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

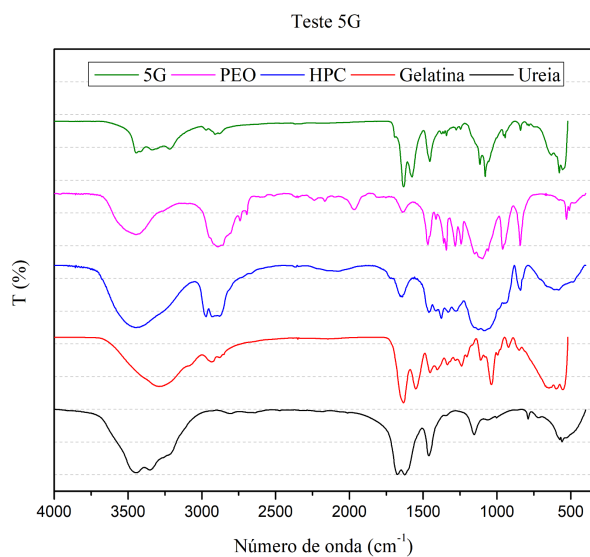


Figura 53. Espectro FTIR da amostra 5G e reagentes.
 Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).[

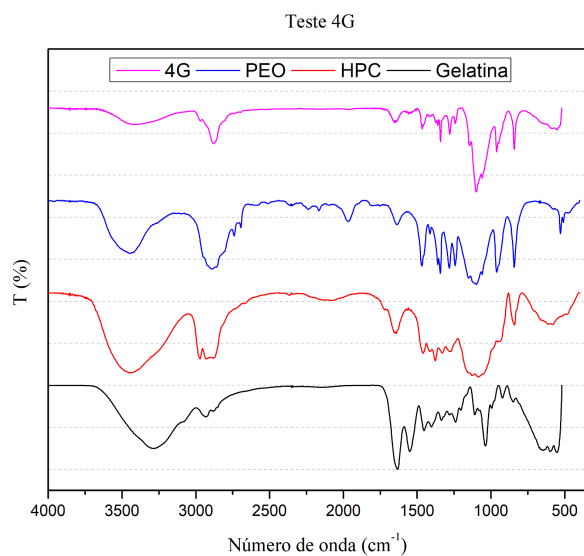


Figura 54. Espectro FTIR da amostra 4G e reagentes
 Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

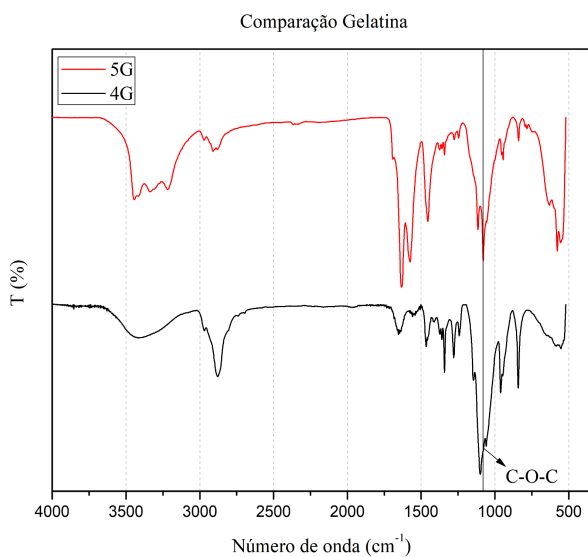


Figura 55. Comparação espectros FTIR das amostras 4G e 5G.
 Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).

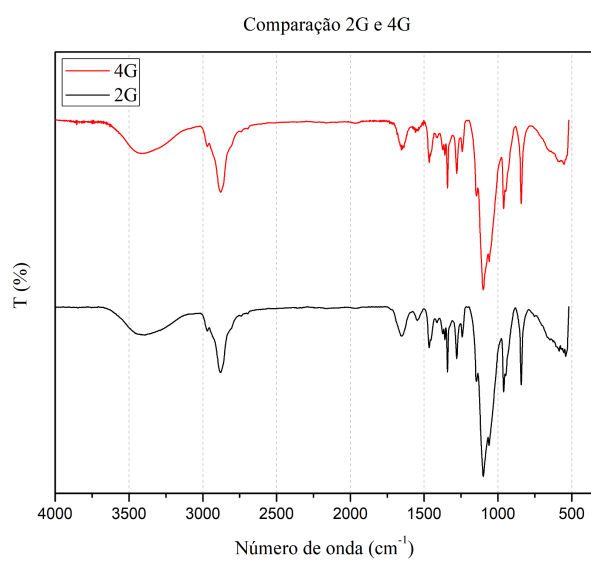


Figura 56. Comparação espectros FTIR das amostras 2G e 4G.
Fonte: Elaborado pelo próprio autor (2025).