

**CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS  
CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

ESTER MARIA COSTA BARROS

**AVALIAÇÃO DOS PARÂMETROS DE ELETROFIAÇÃO NA PRODUÇÃO DE  
NANOFIBRAS DE POLICAPROLACTONA**

BELO HORIZONTE

2025

ESTER MARIA COSTA BARROS

**AVALIAÇÃO DOS PARÂMETROS DE ELETROFIAÇÃO NA PRODUÇÃO DE  
NANOFIBRAS DE POLICAPROLACTONA**

Trabalho de conclusão de curso apresentado no Curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientadora: Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Priscila Pereira Silva  
Caldeira

Coorientador: Prof<sup>a</sup> Dr<sup>o</sup> João Paulo Santos  
Ferreira

BELO HORIZONTE

2025

ESTER MARIA COSTA BARROS

**AVALIAÇÃO DOS PARÂMETROS DE ELETROFIAÇÃO NA PRODUÇÃO DE  
NANOFIBRAS DE POLICAPROLACTONA**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Resultado: \_\_\_\_\_, em 14 de agosto de 2025.

**BANCA EXAMINADORA**

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Aline Silva Magalhães (CEFET-MG)

---

Prof. Dr. João Paulo Ferreira Santos (CEFET-MG)

---

Prof. Dr. Flávio Santos Freitas (CEFET-MG)

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Priscila Pereira Silva Caldeira (CEFET-MG)

BELO HORIZONTE

2025

## **AGRADECIMENTOS**

Em primeiro lugar, agradeço a Deus, que me sustentou com fé, força e esperança em cada dia dessa jornada acadêmica, iluminando meu caminho e me mostrando que nada é impossível quando confiamos.

Agradeço profundamente aos meus pais, Vicente e Cláudia, por todo amor, incentivo, paciência e por serem meu maior exemplo de determinação e honestidade. Aos meus irmãos Rafael e Mateus, por cada palavra de apoio e por me lembrarem diariamente a importância da família. À minha cunhada Bárbara, pelo carinho e cuidado de sempre, e às minhas afilhadas Júlia e Helena, que me enchem de alegria e renovam minhas forças mesmo nos dias mais difíceis.

Ao meu noivo Douglas, meu companheiro, que esteve ao meu lado em cada desafio, acreditou em mim nos momentos em que eu mesma duvidei e me mostrou que juntos podemos superar qualquer obstáculo. À minha sogra Alzenir, pelo apoio, acolhimento e palavras de incentivo ao longo dessa caminhada, e à minha madrinha Suzana, que sempre acreditou no meu potencial e me acompanhou em tantas conquistas.

Sou grata também aos meus colegas de curso, que tornaram essa trajetória mais leve, em especial ao Anderson e ao André, pelo companheirismo, amizade e ajuda em todas as horas. À minha orientadora, pelo direcionamento, paciência e dedicação, essenciais para a realização deste trabalho. Agradeço ao curso de Engenharia de Materiais do CEFET-MG e à FAPEMIG (APQ-05012-23) pelo suporte financeiro para desenvolvimento deste trabalho.

A cada pessoa que fez parte dessa jornada, meu sincero agradecimento. Sem vocês, nada disso seria possível.

## RESUMO

As nanofibras poliméricas possuem elevado potencial para aplicações biomédicas devido à sua alta área superficial, porosidade e semelhança com a matriz extracelular. Entretanto, apesar da versatilidade da eletrofiação para produção de nanofibras, os parâmetros de processo apresentam alta variabilidade e impactam diretamente as propriedades finais das fibras produzidas, o que limita sua reprodutibilidade e aplicação. Neste trabalho, investigou-se a influência de parâmetros de eletrofiação na produção de nanofibras de policaprolactona (PCL), visando aplicações em engenharia de tecidos e sistemas de liberação controlada. Foram preparadas soluções de PCL nas concentrações de 10% e 13% (m/v) utilizando diclorometano e dimetilformamida como solventes (7:3 v/v). A eletrofiação foi realizada variando vazões (1,0 e 2,0 mL/h), tensões elétricas (21 e 25 kV) e rotações do coletor (600 e 1000 rpm), totalizando 16 condições experimentais. As amostras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) para análise morfológica e ensaios de análise mecânica dinâmica (DMA) para avaliação das propriedades mecânicas. Os resultados mostraram que soluções a 13% (m/v) promoveram maior estabilidade do jato, redução na quantidade de *beads* e formação de fibras mais finas e uniformes, enquanto soluções de 10% apresentaram maior presença de defeitos globulares. O aumento da tensão elétrica de 21 kV para 25 kV reduziu o diâmetro das fibras, e a maior rotação do coletor tendeu a melhorar o alinhamento e a uniformidade, embora efeitos combinados com outros parâmetros tenham influenciado os resultados. Nos ensaios mecânicos, as tensões variaram de  $0,63 \pm 0,15$  MPa a  $4,83 \pm 3,17$  MPa e as deformações entre  $6,1 \pm 1,5\%$  e  $44,1 \pm 22,3\%$ , valores consistentes com os reportados na literatura para nanofibras de PCL. Concluiu-se que a combinação de maior concentração, maior tensão elétrica e rotação otimizada favoreceu a formação de nanofibras com propriedades morfológicas e mecânicas adequadas às aplicações pretendidas, evidenciando a importância do controle multivariado dos parâmetros de processo.

Palavras-chave: eletrofiação; policaprolactona; nanofibras; morfologia; propriedades mecânicas.

## ABSTRACT

Polymeric nanofibers have great potential for biomedical applications due to their high surface area, porosity, and similarity to the extracellular matrix. However, despite the versatility of electrospinning for nanofiber production, process parameters exhibit high variability and directly impact the final properties of the produced fibers, limiting their reproducibility and application. This study investigated the influence of electrospinning parameters on the production of polycaprolactone (PCL) nanofibers for applications in tissue engineering and controlled release systems. PCL solutions were prepared at concentrations of 10% and 13% (w/v) using dichloromethane and dimethylformamide as solvents (7:3 v/v). Electrospinning was carried out with varying flow rates (1.0 and 2.0 mL/h), applied voltages (21 and 25 kV), and collector rotation speeds (600 and 1000 rpm), resulting in a total of 16 experimental conditions. The samples were characterized by scanning electron microscopy (SEM) for morphological analysis and dynamic mechanical analysis (DMA) for evaluation of mechanical properties. Results showed that 13% (w/v) solutions promoted greater jet stability, reduced bead formation, and produced finer and more uniform fibers, while 10% solutions showed a higher presence of globular defects. Increasing the applied voltage from 21 kV to 25 kV reduced fiber diameters, and higher collector rotation speeds tended to improve alignment and uniformity, although combined effects with other parameters influenced the results. Mechanical tests showed tensile strengths ranging from  $0.63 \pm 0.15$  MPa to  $4.83 \pm 3.17$  MPa and elongations between  $6.1 \pm 1.5\%$  and  $44.1 \pm 22.3\%$ , values consistent with those reported in the literature for PCL nanofibers. It is concluded that the combination of higher concentration, higher applied voltage, and optimized rotation speed favored the formation of nanofibers with morphological and mechanical properties suitable for the intended applications, highlighting the importance of multivariate control of process parameters.

Keywords: electrospinning; polycaprolactone; nanofibers; morphology; mechanical Properties.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Representação esquemática de eletrofiação .....	14
Figura 2 – Esquema do processo de eletrofiação para geração de nanofibras no cone de Taylor. ....	16
Figura 3 – Movimento do chicote e formação do cone de Taylor na ponta da agulha .....	17
Figura 4 – Estrutura química e reação de polimerização da policaprolactona (PCL) .....	28
Figura 5 – Arquitetura de nanofibras de PCL. ....	30
Figura 6 - Fluxograma do processo de eletrofiação .....	33
Figura 7 – Coletor fabricado para o processo .....	35
Figura 8 – Representação do processo de mantas de PCL eletrofiadas .....	36
Figura 9 – Amostra posicionada para o ensaio de DMA .....	39
Figura 10 – MEV e histograma da Amostra 1.....	42
Figura 11 – MEV e histograma da Amostra 2 e 3.....	43
Figura 12 – MEV e histograma da Amostra 4.....	44
Figura 13 – MEV das amostras com vazão de 1,0 mL/h em 21 kV.....	45
Figura 14 – MEV e histograma da Amostra 5.....	47
Figura 15 – MEV e histograma da Amostra 6 e 7, respectivamente .....	48
Figura 16 – MEV das amostras com vazão de 1,0 mL/h em 25 kV .....	49
Figura 17 – MEV e histograma da Amostra 9.....	52
Figura 18 – MEV e histograma da Amostra 10.....	53
Figura 19 – MEV e histograma da Amostra 11.....	53
Figura 20 – MEV e histograma da Amostra 12.....	54
Figura 21 – MEV e histograma das amostras 13 e 14, respectivamente .....	54
Figura 22 – MEV e histograma da amostra 16 .....	55
Figura 23 – MEV das amostras com vazão de 2,0 mL/h em 25 kV .....	56
Figura 24 – Foto da amostra 2 que não foi possível destacar da fita de alumínio.....	59
Figura 25 – Fotos das amostras 3 e 15 mostrando apenas duas tiras viáveis para DMA .....	60
Figura 26 – Gráfico de coluna de tensão e de deformação.....	61

## LISTA DE TABELA

Tabela 1 – Efeitos do processamento e parâmetros de nanofibra eletrofiada. ....	19
Tabela 2 – Propriedades da policaprolactona (PCL).....	29
Tabela 3 – Parâmetros de eletrofiação para as 16 amostras de PCL. ....	34
Tabela 4 – Tabela dos resultados de tensão e de deformação.....	61

## LISTA DE ABREVIATURA E SIGLAS

CEFET-MG	Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais
PCL	Poli( $\epsilon$ -caprolactona)
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
DMA	Análise Mecânica Dinâmica
DCM	Diclorometano
DMF	Dimetilformamida
PLA	Ácido Polilático
PVA	Álcool Polivinílico
PVP	Polivinilpirrolidona
THF	Tetrafluoroetileno
PBS	Phosphate Buffered Saline (Solução Tampão de Fosfato)
MPa	Megapascal
nm	Nanômetro
kV	Quilovolt
mV	Milivolt
RPM	Rotações por minuto
mL/h	Mililitros por hora
v/v	Volume por volume
m/v	Massa por volume

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b>	<b>11</b>
<b>2 OBJETIVOS</b>	<b>13</b>
<b>2.1 Objetivo Geral</b>	<b>13</b>
<b>2.2 Objetivos Específicos</b>	<b>13</b>
<b>3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	<b>14</b>
<b>3.1 Eletrofiação</b>	<b>14</b>
<b>3.2 Mecanismo de formação das nanofibras</b>	<b>15</b>
<b>3.2 Aplicações de nanofibras poliméricas na área biomédica</b>	<b>17</b>
<b>3.3 Fatores que influenciam a eletrofiação</b>	<b>18</b>
3.3.1 Fatores da solução	19
3.3.2 Fatores do processo	22
3.3.3 Fatores ambientais	27
<b>3.4 Poli(<math>\epsilon</math>-caprolactona) (PCL)</b>	<b>28</b>
3.4.1 Eletrofiação da PCL	30
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS</b>	<b>32</b>
<b>4.1 Materiais</b>	<b>32</b>
<b>4.2 Metodologia</b>	<b>32</b>
4.2.1 Definição dos parâmetros	33
4.2.2 Preparo das soluções	34
4.2.3 Criação do suporte de coletor de eletrofiação	35
4.2.4 Processo de eletrofiação	35
<b>4.3 Caracterizações</b>	<b>37</b>
4.3.1 Preparação das amostras para caracterização do MEV	37
4.3.2 Preparação das amostras para caracterização do DMA	37
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	<b>40</b>
<b>5.1 Análise morfológicas das fibras eletrofiadas por MEV</b>	<b>40</b>
5.1.1 Produção de PCL para a vazão de 1,0 mL/h	41
5.1.2 Produção de PCL para a vazão de 2,0 mL/h	46
5.1.3 Considerações sobre demais parâmetros analisados	57
<b>5.2 Análise das propriedades mecânicas das fibras eletrofiadas</b>	<b>58</b>
5.2.1 Avaliação da tensão e da deformação das fibras de PCL	60
<b>6 CONCLUSÕES</b>	<b>65</b>



## 1 INTRODUÇÃO

O avanço das tecnologias baseadas em materiais com estrutura nanométrica tem motivado pesquisas voltadas à fabricação de fibras ultrafinas, que oferecem propriedades físicas, químicas e funcionais únicas (Li; Xia, 2003; Xue *et al.*, 2019). Nesse contexto, destaca-se a técnica de eletrofiação (electrospinning), um processo de fabricação versátil, eficiente e relativamente simples que permite a produção de nanofibras a partir de soluções ou fusões poliméricas (Thakkar; Misra, 2017; Ramakrishna *et al.*, 2005).

As nanofibras poliméricas apresentam elevada área superficial, alta porosidade e capacidade de funcionalização, sendo promissoras para aplicações biomédicas, como engenharia de tecidos, sistemas de liberação controlada de fármacos, curativos bioativos e dispositivos vasculares (Huang *et al.*, 2003; Sharma *et al.*, 2015; Asghari *et al.*, 2017; Zhai *et al.*, 2019). Entre os polímeros utilizados destaca-se a poli( $\epsilon$ -caprolactona) (PCL), um poliéster alifático semicristalino, biocompatível, biodegradável e de baixa toxicidade, com ampla aplicabilidade na regeneração de tecidos e liberação de fármacos (Woodruff; Hutmacher, 2010; Cipitria, 2011; Abedalwafa *et al.*, 2013).

O desempenho da eletrofiação para PCL depende fortemente da escolha dos solventes, concentração e demais parâmetros de processo, que influenciam na formação de *beads*, no diâmetro e na uniformidade das fibras (Schueren *et al.*, 2011; Bhardwaj; Kundu, 2010). Além disso, estudos demonstram que variações na tensão aplicada, vazão da solução e rotação do coletor alteram significativamente as propriedades morfológicas e mecânicas das nanofibras, sendo necessário definir condições específicas para cada sistema polímero-solvente (Agarwal *et al.*, 2013; Qin; Wu, 2011; Feng, 2002).

Diante disso, o presente trabalho teve como objetivo avaliar a influência dos parâmetros de eletrofiação na produção de nanofibras de PCL, analisando sua morfologia e propriedades mecânicas, visando aplicações em engenharia de tecidos e sistemas de liberação controlada. Para tanto, foram produzidas 16 amostras variando-se a concentração da solução, vazão, tensão elétrica e rotação do coletor, seguidas de análises por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Análise Mecânica Dinâmica (DMA), com o intuito de identificar as condições mais favoráveis

para obtenção de fibras contínuas, uniformes e com propriedades adequadas às aplicações biomédicas propostas.

## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo Geral**

Avaliar a influência de alguns parâmetros de eletrospinning na morfologia, resistência mecânica e qualidade das nanofibras produzidas a partir de poli( $\epsilon$ -caprolactona).

### **2.2 Objetivos Específicos**

- Preparar as soluções de PCL nas concentrações definidas e verificar sua solubilidade na mistura de solventes diclorometano (DCM) e dimetilformamida (DMF);
- Analisar a influência dos parâmetros de eletrospinning na morfologia das fibras obtidas por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- Analisar a influência dos parâmetros de eletrospinning nas propriedades mecânicas das amostras de fibras por meio de ensaios de resistência à tração.

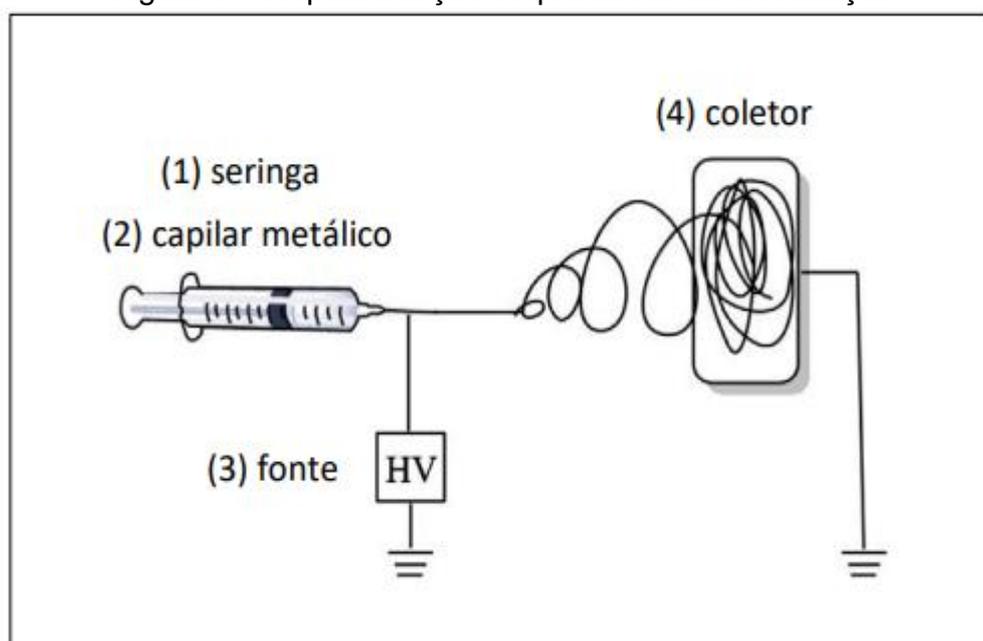
### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Eletrofiação

O avanço das tecnologias baseadas em materiais com estrutura nanométrica tem motivado pesquisas voltadas à fabricação de fibras ultrafinas, que oferecem propriedades físicas, químicas e funcionais únicas (Li; Xia, 2003; Xue *et al.*, 2019). Nesse contexto, destaca-se a técnica de eletrofiação (*electrospinning*), um processo de fabricação versátil, eficiente e relativamente simples que permite a produção de nanofibras a partir de soluções ou fusões poliméricas (Thakkar; Misra, 2017; Ramakrishna *et al.*, 2005).

A eletrofiação consiste na aplicação de um campo elétrico de alta tensão sobre uma solução polimérica, promovendo o estiramento da gota localizada na ponta do capilar. Quando a força eletrostática supera a tensão superficial da solução, forma-se o cone de Taylor e, a partir dele, um jato fino é lançado em direção ao coletor aterrado, solidificando-se durante o trajeto por evaporação do solvente (Feng, 2002; Thenmozhi *et al.*, 2017; Andrady, 2008). A Figura 1 trata-se de uma representação esquemática do processo de eletrofiação, destacando o sistema completo com seringa, agulha, fonte de alta tensão e coletor.

Figura 1 – Representação esquemática de eletrofiação



Fonte: Adaptado de Xiuli Hu (2014).

Historicamente, a base teórica da eletrofiação teve início com os estudos de Zeleny (1914) sobre o comportamento de líquidos sob campos elétricos, e foi posteriormente formalizada por Taylor (1964), ao descrever matematicamente a formação cônica da gota submetida a tensão elétrica (Papenburg *et al.*, 2011). No entanto, a técnica só ganhou destaque industrial e acadêmico a partir da década de 1990, com os trabalhos de Doshi e Reneker (1995), que evidenciaram sua aplicabilidade na fabricação de nanofibras com controle sobre diâmetro, orientação e porosidade (Reneker E Chun, 1996; Papenburg *et al.*, 2011).

A simplicidade da montagem experimental é uma das razões para a disseminação da técnica. Segundo Ji *et al.* (2010), o sistema básico é composto por quatro elementos: uma seringa para conter a solução polimérica, uma agulha metálica conectada a uma fonte de alta tensão elétrica, o sistema de alimentação controlado por bomba, e o coletor aterrado, onde as fibras se acumulam. A depender da geometria e movimentação do coletor, é possível obter mantas de fibras aleatórias ou alinhadas, com aplicação específica em engenharia de tecidos, sensores, sistemas filtrantes e liberação controlada de fármacos (Wendorff *et al.*, 2012; Agarwal *et al.*, 2013).

Por sua flexibilidade, a técnica de eletrofiação pode empregar uma ampla variedade de polímeros sintéticos e naturais, incluindo polivinilpirrolidona (PVP), ácido polilático (PLA), policaprolactona (PCL), álcool polivinílico (PVA), entre outros (McCann *et al.*, 2005; Picciani *et al.*, 2009; Costa *et al.*, 2010). Cada material exige ajustes finos nos parâmetros operacionais, como vazão, distância entre agulha e coletor, tensão aplicada e características físico-químicas da solução. A compreensão e o controle preciso dessas variáveis são fundamentais para garantir a produção de fibras com morfologia adequada à aplicação desejada (Putti *et al.*, 2015; Agarwal *et al.*, 2008).

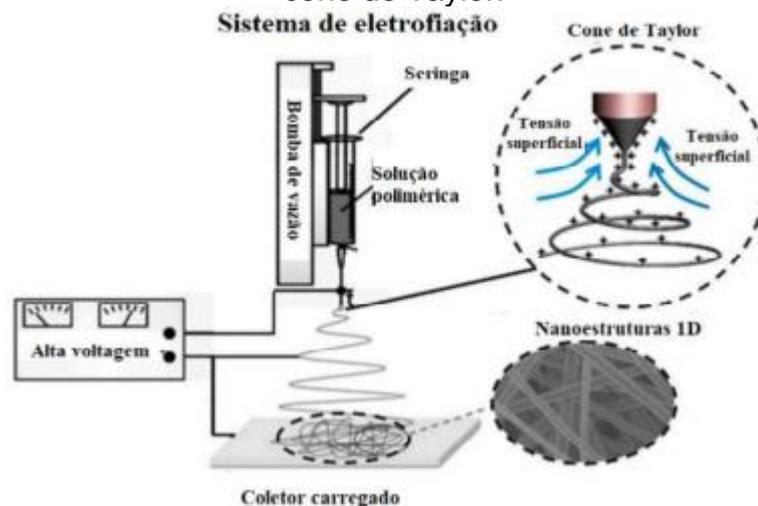
Por fim, a eletrofiação destaca-se como uma ferramenta promissora para o desenvolvimento de soluções tecnológicas em áreas como a biomedicina, engenharia ambiental, nanotecnologia e materiais funcionais, consolidando-se como um dos métodos mais relevantes na fabricação de nanofibras atualmente.

### **3.2 Mecanismo de formação das nanofibras**

As nanofibras poliméricas são estruturas com diâmetro na escala nanométrica, com propriedades únicas como alta razão entre área superficial e volume, porosidade elevada, capacidade de funcionalização da superfície e desempenho mecânico ajustável (Huang *et al.*, 2003). Essas características fazem com que as nanofibras se destaquem como matrizes promissoras para aplicações biomédicas, como encapsulamento e liberação de fármacos.

Entre os métodos disponíveis para a produção de nanofibras, a eletrospinação é o mais amplamente utilizado. Trata-se de uma técnica baseada na aplicação de uma diferença de potencial elevada sobre uma solução polimérica, o que provoca o estiramento das cadeias e a formação de fibras com diâmetro variando da escala micrométrica à nanométrica. A Figura 2 ilustra o funcionamento do equipamento e a formação do cone de Taylor. Esse cone é gerado a partir do acúmulo de cargas na gota posicionada na ponta da agulha, o que leva à repulsão entre as cargas e ao vencimento da tensão superficial, resultando na ejeção de um jato de polímero na forma de fibra. Diversos parâmetros influenciam diretamente a qualidade das fibras formadas, como o tipo de polímero e solvente, vazão da solução, tensão elétrica aplicada, distância entre a agulha e o coletor, além das condições ambientais como temperatura e umidade do ar (Eatemadi *et al.*, 2016).

Figura 2 – Esquema do processo de eletrospinação para geração de nanofibras no cone de Taylor.

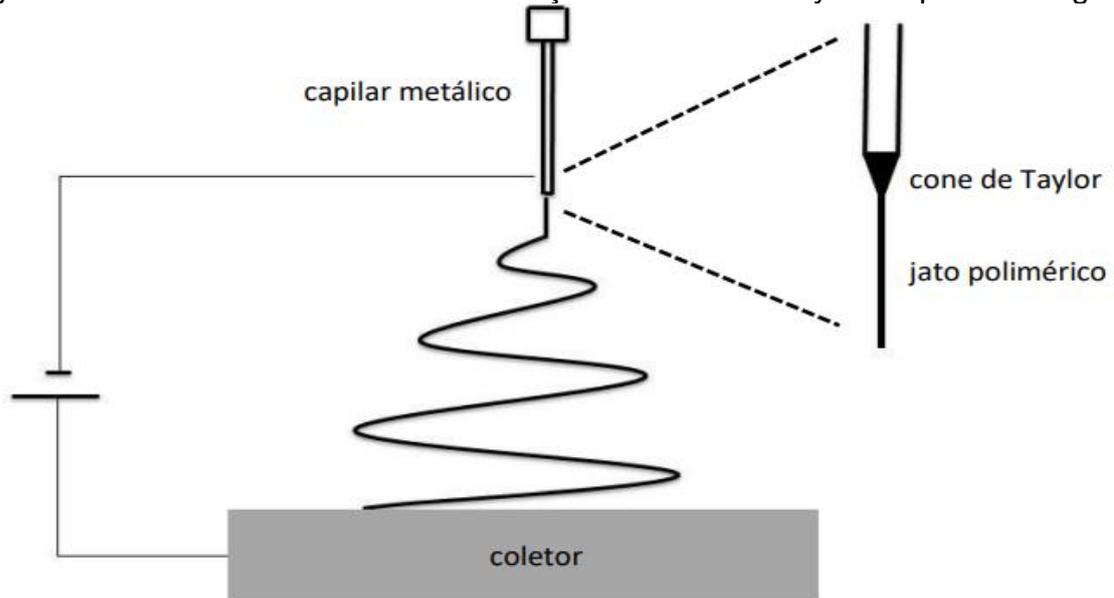


Fonte: Adaptado de Ziliang (2023).

Durante a formação do jato (Figura 3), diversas forças atuam simultaneamente, como a força gravitacional, a força eletrostática aplicada, as repulsões coulombianas

e as tensões viscoelásticas internas da solução (Andrady, 2008). Essas forças determinam o comportamento do jato no espaço, podendo gerar instabilidades que afetam diretamente a morfologia das fibras. Quando o campo elétrico é muito intenso, há maior chance de formação de múltiplos jatos a partir de uma única gota, mas somente um deles tende a permanecer estável até o coletor (Qin; Wu, 2011).

Figura 3 – Movimento do chicote e formação do cone de Taylor na ponta da agulha



Fonte: adaptado de Golin (2014).

### 3.2 Aplicações de nanofibras poliméricas na área biomédica

As nanofibras poliméricas têm se destacado como materiais promissores para aplicações biomédicas devido à sua elevada área superficial, porosidade controlada, biocompatibilidade e capacidade de mimetizar a matriz extracelular dos tecidos humanos. Essas características estruturais e funcionais tornam as nanofibras especialmente adequadas para diversas aplicações médicas.

Na engenharia de tecidos, as nanofibras atuam como *scaffolds* que oferecem suporte mecânico e bioquímico para o crescimento celular, promovendo a regeneração de tecidos danificados. Sua estrutura tridimensional favorece a adesão, proliferação e diferenciação celular, simulando o ambiente natural encontrado nos tecidos (Sharma *et al.*, 2015).

Como sistemas de liberação de fármacos, as nanofibras possibilitam estratégias de liberação controlada e sustentada de compostos ativos. A incorporação

de fármacos em sua matriz permite a liberação prolongada e localizada, aumentando a eficácia terapêutica e reduzindo efeitos colaterais.

No desenvolvimento de curativos bioativos e inteligentes, destaca-se a flexibilidade e porosidade das nanofibras, que facilitam a troca gasosa, a absorção de exsudatos e a proteção da ferida. Além disso, sua biodegradabilidade elimina a necessidade de remoção após a cicatrização, contribuindo para um processo mais eficiente (Asghari *et al.*, 2017).

Aplicações mais recentes envolvem o uso de nanofibras em dispositivos vasculares, como enxertos biodegradáveis contendo heparina, obtidos por eletrofiação coaxial, e a funcionalização de *stents* com nanofibras carregadas com fármacos como a rosuvastatina, promovendo melhor integração e desempenho terapêutico (Zhai *et al.*, 2019; Janjic *et al.*, 2017). Essas aplicações evidenciam o grande potencial das nanofibras poliméricas na área biomédica, com perspectivas promissoras para terapias regenerativas, tratamentos localizados e desenvolvimento de dispositivos médicos avançados.

### **3.3 Fatores que influenciam a eletrofiação**

Embora seja reconhecida por sua praticidade, custo acessível e aplicabilidade versátil, a técnica de eletrofiação exige o controle preciso de uma série de variáveis operacionais que impactam diretamente na qualidade morfológica e estrutural das nanofibras obtidas. Esses parâmetros envolvem desde as propriedades físico-químicas da solução polimérica utilizada até os aspectos técnicos do equipamento e as condições ambientais no momento da produção.

Cada sistema polimérico, no entanto, apresenta comportamento único frente ao processo, de modo que a combinação ideal de parâmetros não é universal. Mudanças na proporção entre o polímero e o solvente, por exemplo, demandam ajustes específicos nas configurações de processo para garantir a formação estável de fibras contínuas e sem defeitos.

De acordo com Sill e Recum (2008), embora haja particularidades em cada formulação, é possível identificar padrões de resposta entre os ajustes operacionais e as características finais das nanofibras produzidas. Essa relação é frequentemente sistematizada por meio de tabelas comparativas, como a apresentada a seguir

(Tabela 1), que indicam os efeitos esperados na morfologia das fibras conforme os parâmetros empregados.

Tabela 1 – Efeitos do processamento e parâmetros de nanofibra eletrofiada.

<b>Parâmetros do processo</b>	<b>Efeitos na morfologia da nanofibra</b>
Tensão aplicada	O aumento do parâmetro resulta em: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Formação de defeitos estruturais (<i>beads</i>).</li> <li>• Redução do diâmetro das nanofibras,</li> </ul>
Distância entre o capilar e o coletor	O aumento do parâmetro resulta em: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Redução do diâmetro da nanofibra.</li> </ul>
Taxa de vazão	O aumento do parâmetro resulta em: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Aumento do diâmetro da nanofibra.</li> <li>• Formação de defeitos estruturais (<i>beads</i>).</li> </ul>
<b>Parâmetros da Solução</b>	<b>Efeitos na morfologia da nanofibra</b>
Massa molecular do polímero	O aumento do parâmetro resulta em: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Redução de problemas estruturais (<i>beads</i>).</li> </ul>
Concentração do polímero	O aumento do parâmetro resulta em: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Redução de problemas estruturais (<i>beads</i>).</li> <li>• Aumento do diâmetro da nanofibra.</li> </ul>
Condutividade da solução	O aumento do parâmetro resulta em: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Obtenção de fibras sem defeitos.</li> <li>• Redução do diâmetro da nanofibra.</li> </ul>
Volatilidade do solvente	O aumento do parâmetro resulta em: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Redução de problemas estruturais (<i>beads</i>).</li> <li>• Aumento do diâmetro da nanofibra.</li> </ul>
<b>Parâmetros ambientais</b>	<b>Efeitos na morfologia da nanofibra</b>
Umidade relativa do ar	O aumento do parâmetro resulta em: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Redução do diâmetro da nanofibra.</li> <li>• Provoca a eletropulverização.</li> </ul>
Temperatura ambiente	O aumento do parâmetro resulta em: <ul style="list-style-type: none"> <li>• Redução do diâmetro da nanofibra</li> </ul>

Fonte: Adaptado de Sill e Recum (2008) e Nezarati et al. (2013)

### 3.3.1 Fatores da solução

As características dos polímeros quando dissolvidos em solução representam o fator de maior impacto sobre o desempenho da eletrofiação e sobre a forma final das fibras obtidas no processo. Para este estudo os parâmetros mais relevantes são descritos abaixo.

### 3.3.1.1 *Peso Molecular*

A massa molar de um polímero está diretamente associada ao comprimento de suas cadeias e exerce influência significativa na viscosidade da solução polimérica preparada. Esse fator, por sua vez, impacta diretamente a estrutura e a organização das fibras formadas por eletrofiação. Cadeias poliméricas com maior peso molecular tendem a apresentar maior capacidade de entrelaçamento, o que favorece o alinhamento e a estabilidade durante a formação do jato eletrofiado (Gil-Castell *et al.* 2017). Conforme apontado por Gil-Castell *et al.* (2017), o uso de soluções com viscosidade apropriada, resultante de uma massa molar adequada, é essencial para minimizar a ocorrência de imperfeições como a presença de gotas (*beads*) e rupturas nas fibras, possibilitando a obtenção de nanofibras mais contínuas e uniformes.

### 3.3.1.2 *Concentração*

A formação de fibras por eletrofiação depende diretamente da concentração mínima de polímero presente na solução. Caso essa concentração esteja abaixo do necessário para promover o emaranhamento entre as cadeias poliméricas, o jato formado durante o processo não será suficientemente contínuo, impedindo a obtenção de fibras adequadas. Mesmo quando há certo alongamento do jato, a baixa densidade de cadeias poliméricas pode levar à formação de imperfeições morfológicas como a presença de gotas ao longo das fibras (Costa *et al.*, 2012).

À medida que a concentração do polímero é elevada, ocorre um aumento no grau de interação entre as cadeias, o que favorece a formação de fibras mais contínuas e com menor presença de esferas, resultando em estruturas mais homogêneas (Adomavičiūtė; Milašius, 2007). No entanto, essa elevação também leva a um aumento da viscosidade da solução, o que, por sua vez, contribui para a formação de fibras com maiores diâmetros (Bhardwaj; Kundu, 2010).

Dessa forma, para alcançar nanofibras com morfologia regular e diâmetros reduzidos, é essencial identificar a concentração ideal para cada tipo de sistema polímero-solvente, seja por meio de testes experimentais ou com base em referências científicas já estabelecidas.

### 3.3.1.3 Viscosidade da Solução

A viscosidade de uma solução polimérica está diretamente relacionada à concentração do polímero dissolvido e ao seu peso molecular. Conforme destacado por Cerbino Pedro (2013), soluções mais viscosas tendem a originar fibras com maiores diâmetros, quando comparadas àquelas obtidas a partir de soluções mais diluídas. No entanto, esse aumento de viscosidade também pode gerar desafios, como o risco de a solução secar na ponta da agulha antes de ser processada, comprometendo a continuidade da eletrofiação.

Por outro lado, quando a viscosidade está abaixo do ideal, a baixa quantidade de polímero na solução aumenta a predominância da tensão superficial do solvente, o que pode resultar em fibras com defeitos estruturais. De acordo com Nista *et al.* (2012), nessas condições também pode surgir um jato secundário instável, derivado do jato principal, que prejudica a uniformidade das fibras e reduz sua qualidade. Quando a solução apresenta viscosidade adequada, esse jato secundário tende a não se formar, o que favorece a produção de fibras com maior regularidade e diâmetro uniforme.

### 3.3.1.4 Tensão superficial

A tensão superficial atua sobre os fluidos como uma força que busca minimizar sua área superficial por unidade de massa. No contexto da eletrofiação, essa tensão representa uma barreira inicial a ser vencida para que o jato de solução polimérica seja efetivamente ejetado da ponta da agulha. Para que o processo ocorra de forma eficiente, é necessário que a carga elétrica acumulada na gota consiga superar essa força superficial.

Sua influência no processo de eletrofiação está diretamente relacionada às características físico-químicas do solvente utilizado na formulação da solução

polimérica. Solventes com menor tensão superficial tendem a favorecer a formação de mantas mais uniformes, com baixa incidência ou até mesmo ausência de defeitos como *beads* ao longo das fibras. Em contrapartida, quando se empregam solventes que conferem maior tensão superficial à solução, pode ser necessário aplicar uma diferença de potencial mais elevada durante a eletrofiação para compensar esse efeito e evitar a formação de gotas e imperfeições nas fibras (Bhardwaj; Kundu, 2010; Haghi; Akbari, 2007).

Adicionalmente, o aumento da tensão superficial pode tornar o jato instável, favorecendo a ocorrência do fenômeno conhecido como *electrospray*, em que a solução é fragmentada em gotículas depositadas no coletor, impedindo a formação contínua das nanofibras (Moses; Gregory; Michael, 2001). Por isso, é fundamental que as cargas acumuladas na solução durante o processo sejam suficientemente intensas para vencer a barreira imposta pela tensão superficial e garantir o estiramento adequado das cadeias poliméricas (Bhardwaj; Kundu, 2010).

À medida que a viscosidade da solução se altera, modifica-se também a interação entre as moléculas do polímero e do solvente. Quando submetida a um campo elétrico, a solução é alongada, promovendo a dispersão do solvente sobre a rede de cadeias poliméricas emaranhadas. Esse comportamento reduz a capacidade de coesão entre as moléculas e, por consequência, diminui a influência da tensão superficial no sistema (Zhu *et al.*, 2017).

Essa interação aprimorada entre os componentes da solução contribui para a estabilidade do jato durante a eletrofiação. Caso essa estabilidade não seja atingida, o processo pode evoluir para o modo chamado *electrospray*. Alternativamente, podem ser produzidas nanofibras com imperfeições, como a presença de gotas ao longo de sua extensão. (Zhu *et al.*, 2017).

### 3.3.2 Fatores do processo

A técnica de eletrofiação baseia-se na aplicação de um campo elétrico intenso entre a extremidade da agulha, por onde a solução polimérica é dispensada, e o coletor, sendo essa diferença de potencial essencial para a formação e o estiramento do jato que origina as fibras. No entanto, o desempenho do processo não depende apenas da tensão aplicada, diversos fatores operacionais devem ser cuidadosamente considerados para compreender como cada um influencia a morfologia, a

continuidade e a qualidade estrutural das nanofibras produzidas (Bhardwaj; Kundu, 2010). Entre os principais parâmetros associados ao equipamento e à configuração experimental destacam-se a vazão da solução, a distância de trabalho, a geometria e a rotação do coletor, além da própria tensão elétrica. Todos esses parâmetros possuem impacto direto sobre a estabilidade do jato e as características finais das fibras obtidas.

### 3.3.2.1 Vazão

A vazão refere-se à taxa com que a solução polimérica é dispensada pela seringa durante o processo de eletrofiação, normalmente expressa em mililitros por hora (mL/h). Esse parâmetro define o volume de fluido conduzido até a agulha por unidade de tempo, sendo um dos fatores mais críticos para a formação estável do jato eletrohidrodinâmico.

O controle da vazão da solução durante o processo é fundamental para garantir a continuidade e qualidade da eletrofiação. Segundo Bhardwaj e Kundu (2010), quando a taxa de alimentação é superior ao que o processo comporta, a solução tende a se acumular na ponta da agulha, dificultando a formação do jato e favorecendo a produção de fibras mal-formadas, ainda úmidas ou contendo defeitos, como a formação de esferas intercaladas, conhecidas como *beads*.

Por outro lado, se a vazão for insuficiente, a continuidade do jato é comprometida. Isso pode causar a formação de fibras com espessuras variadas ou, em casos extremos, a interrupção completa do processo, como também destacado por Sill e von Recum (2008). Dessa forma, o ajuste da vazão deve ser realizado em consonância com a tensão aplicada e a viscosidade da solução, permitindo que o jato mantenha sua estabilidade até o completo depósito das fibras no coletor, como reforçado por Zhang *et al.* (2005).

### 3.3.2.2 Distância

A distância de trabalho, ou distância entre a extremidade da agulha (ou capilar) e o coletor, representa um parâmetro fundamental no processo de eletrofiação, pois afeta diretamente a trajetória do jato polimérico, o tempo de voo da solução e,

consequentemente, a evaporação do solvente. Essa variável influencia a formação do jato, a morfologia das fibras e a eficiência do processo de deposição.

De acordo com Ramakrishna *et al.* (2005), uma distância adequada permite que o solvente evapore completamente antes que as fibras atinjam o coletor, favorecendo a formação de estruturas contínuas, secas e bem definidas. Quando a distância está dentro da faixa típica de 5 a 15 cm, como observado por Pham *et al.* (2006), o tempo de voo é geralmente suficiente para garantir a secagem da solução e evitar a deposição de fibras ainda úmidas.

Do ponto de vista eletrostático, a intensidade do campo elétrico gerado entre a agulha e o coletor é inversamente proporcional à distância entre os eletrodos. A redução da distância, mantendo-se a tensão constante, aumenta a intensidade do campo, podendo antecipar a formação do cone de Taylor uma estrutura cônica que surge na extremidade da gota e marca o início do jato eletrofiado. Esse fenômeno está associado à superação de uma tensão crítica  $V_c$ , que pode ser estimada pela seguinte Equação 1:

$$V_c^2 = \frac{4H^2}{L^2} \left( \left( \ln \frac{2L}{R} \right) - \frac{2}{3} \right) (0,117\pi\gamma)R_0 \quad (1)$$

Na qual, H é a distância entre o capilar e o coletor, L é o comprimento do capilar, R é o raio externo do capilar,  $\gamma$  é a tensão superficial da solução,  $R_0$  é o raio da gota na extremidade do capilar.

Essa expressão demonstra que o valor de  $V_c$  está diretamente relacionado à geometria do sistema e às propriedades físico-químicas da solução. Em sistemas com alta viscosidade, o campo elétrico precisa exercer uma força mais intensa para superar a tensão superficial e a resistência viscoelástica do fluido. Quando a força eletrostática se torna dominante, o jato é expelido a partir do vértice do cone de Taylor, iniciando a formação das fibras (Xue *et al.*, 2019).

Por outro lado, quando a distância é excessivamente reduzida, o tempo de voo do jato se torna insuficiente para a evaporação completa do solvente. Nessa condição, como destacado por Sill e von Recum (2008), as fibras podem ser depositadas ainda úmidas, resultando em estruturas achatadas, coalescidas ou até mesmo em filmes contínuos, comprometendo a porosidade e a funcionalidade do material final.

Adicionalmente, existe uma modalidade específica chamada eletrofiação de campo próximo (*near-field electrospinning*), na qual a distância entre a agulha e o coletor é inferior a 10 mm. De acordo com Bhardwaj e Kundu (2010), essa técnica utiliza capilares com diâmetros reduzidos e permite maior controle sobre a deposição das fibras. Mesmo em distâncias curtas, a evaporação pode ser favorecida devido à menor vazão e à geometria adaptada do sistema, sendo uma abordagem útil em aplicações que exigem alta resolução e posicionamento preciso das fibras.

### 3.3.2.3 Tensão elétrica

A tensão elétrica é um dos parâmetros mais relevantes para viabilizar o processo de eletrofiação, uma vez que ela atua na formação e ejeção do jato polimérico a partir da gota na ponta do capilar. Para que o jato seja efetivamente formado, é necessário que a força eletrostática gerada pela tensão aplicada seja suficientemente intensa para superar a tensão superficial da solução. Conforme apontado por Ramakrishna *et al.* (2005), esse equilíbrio entre forças define o início do fenômeno de estiramento da gota.

A literatura especializada, no entanto, apresenta diferentes observações quanto ao impacto da tensão na morfologia das fibras formadas. Zhang *et al.* (2005) observaram que o aumento da tensão elétrica tende a reduzir o diâmetro das fibras, já que o jato sofre maior estiramento devido à maior carga superficial. Em contrapartida, Pham *et al.* (2006) indicam que tensões elevadas também podem acelerar demais a ejeção da solução, resultando em fibras com maior espessura. Além disso, Bhardwaj e Kundu (2010) relatam que, acima de um determinado valor crítico, a instabilidade do cone de Taylor se intensifica, podendo inclusive recuar para o interior da agulha e comprometer a estabilidade do jato. Isso pode resultar em fibras ramificadas ou com distribuição de diâmetro não uniforme, o que evidencia a importância de ajustes finos nesse parâmetro.

### 3.3.2.4 Geometria do coletor

A escolha do coletor, também chamado de anteparo, é um fator determinante na morfologia final das fibras obtidas por eletrofiação. Diversas configurações e

materiais para coletores são descritos na literatura, sendo cada um deles associado a diferentes características no alinhamento e organização das nanofibras formadas.

Por exemplo, Sadatmousavi, Mamo e Chen (2012) descrevem a utilização de um coletor fixo recoberto com papel alumínio, o que resulta na deposição aleatória das fibras. Em contrapartida, estudos como o de Feng *et al.* (2002) buscaram orientar as nanofibras ao longo de uma direção preferencial, observando que pequenas variações no campo elétrico podem interferir significativamente na trajetória do jato e, conseqüentemente, na orientação das fibras.

Porter, Henson e Popat (2009) exploraram o uso de coletores condutores com superfícies texturizadas, como grades metálicas ou telas de arame, possibilitando a obtenção de fibras com padrões morfológicos específicos. Outro recurso utilizado com sucesso para produzir fibras alinhadas foi o coletor em formato de disco rotatório. Neste caso, verificou-se que o grau de alinhamento das fibras aumenta proporcionalmente à velocidade de rotação do disco.

Costa (2009), por sua vez, apresentou um modelo de coletor de alumínio em forma de disco, acoplado a um motor de alta rotação (cerca de 3000 rpm), o qual possibilitou a produção eficiente de nanofibras orientadas uniaxialmente, adequadas para aplicações tecnológicas específicas.

#### 3.3.2.5 Rotação do coletor

A movimentação do coletor é fundamental na definição do diâmetro, da morfologia das fibras formadas e, principalmente, a orientação das fibras formadas. Durante a eletrofiação, o coletor fixo tende a gerar fibras com orientação aleatória, enquanto a utilização de um coletor giratório promove o alinhamento das fibras ao longo do eixo de rotação, resultado do estiramento mecânico gerado pelo movimento rotacional.

A velocidade de rotação deve ser criteriosamente ajustada. Em baixas velocidades, a deposição das fibras ocorre de forma desorganizada, comprometendo o alinhamento. Já em velocidades elevadas, o alinhamento das fibras é favorecido, o que é desejável para aplicações que exigem propriedades mecânicas anisotrópicas, como em scaffolds para engenharia de tecidos e em fios de sutura. No entanto, esse aumento de velocidade deve respeitar um limite seguro.

Segundo Zheng *et al.* (2025) e Yan (2012), até certo ponto, o aumento da rotação pode reduzir a interferência das cargas residuais no jato eletrofiado, permitindo maior controle sobre o direcionamento das fibras. Entretanto, quando a rotação ultrapassa um determinado limiar, efeitos adversos podem surgir, como a descontinuidade do jato e falhas na coleta eficiente das fibras.

Dessa forma, existe uma faixa ideal de velocidade de rotação que promove o alinhamento adequado das fibras, a qual deve ser determinada em função de outras variáveis do processo, como a viscosidade da solução polimérica, a condutividade elétrica e a distância entre o bico de fiação e o coletor.

### 3.3.3 Fatores ambientais

As condições do ambiente onde ocorre a eletrofiação exercem influência direta sobre a morfologia e a qualidade das fibras formadas, sendo a temperatura e a umidade relativa os fatores mais relevantes. Segundo Pham, Sharma e Mikos (2006), a elevação da temperatura ambiente está associada à redução da viscosidade da solução polimérica e ao aumento da taxa de evaporação do solvente, o que favorece a produção de fibras com menor diâmetro. Esse comportamento é especialmente útil quando se trabalha com soluções aquosas, pois a evaporação eficiente permite a solidificação mais rápida das fibras (Costa *et al.*, 2012). No entanto, se o solvente for altamente volátil, temperaturas muito altas podem causar a solidificação prematura do polímero na extremidade do capilar, comprometendo a continuidade do processo (Merlini, 2014).

No caso da técnica de eletrofiação por fusão, o aumento da temperatura ambiente também pode ser vantajoso. A elevação térmica retarda a solidificação do polímero fundido, proporcionando maior tempo para o estiramento do jato, o que contribui para a obtenção de fibras mais finas (Merlini, 2014).

Já a umidade relativa do ar afeta principalmente a superfície das fibras. Em ambientes úmidos, sobretudo com umidade superior a 60%, é comum a formação de poros nas fibras, conforme relatado por Chronakis (2010) e confirmado por Merlini (2014). Essa formação de poros está relacionada à condensação de água na superfície da fibra, o que resulta em porosidade acentuada após a evaporação da água. O efeito é amplificado à medida que a umidade aumenta, impactando tanto o número quanto o tamanho dos poros.

Por outro lado, ambientes muito secos aceleram a evaporação do solvente. Se essa taxa de evaporação superar o ritmo de alimentação da solução, pode ocorrer o ressecamento da solução na ponta da agulha e conseqüente obstrução do sistema, interrompendo o processo de eletrofiação (Bhardwaj; Kundu, 2010; Merlini, 2014).

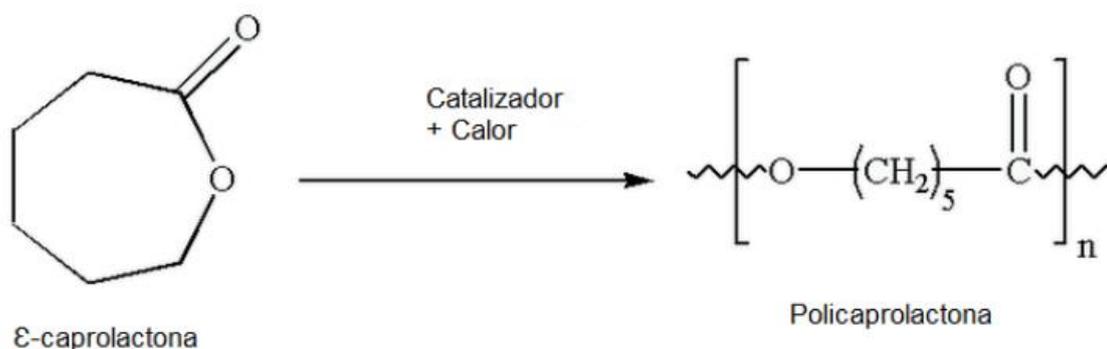
Ainda segundo Costa *et al.* (2012), polímeros hidrofóbicos em ambientes úmidos podem formar uma camada de condensação na interface entre o ar e o jato polimérico, o que também pode interromper o processo. No entanto, esse mesmo fenômeno não se aplica da mesma forma a polímeros hidrofílicos, que interagem de maneira diferente com a umidade do ambiente.

Considerando esses fatores, recomenda-se que a eletrofiação seja realizada em ambientes com controle climático, como laboratórios climatizados, a fim de minimizar a influência das variações externas e garantir maior reprodutibilidade dos resultados.

### 3.4 Poli( $\epsilon$ -caprolactona) (PCL)

A poli( $\epsilon$ -caprolactona) (PCL) é um polímero sintético pertencente ao grupo dos poliésteres alifáticos, obtido principalmente por polimerização por abertura de anel da  $\epsilon$ -caprolactona (Figura 4), seu monômero precursor (Amass, 1998; Jones, 2004). Trata-se de um termoplástico com estrutura linear, conhecido por sua biocompatibilidade, natureza hidrofóbica e baixa toxicidade, características que o tornam particularmente atrativo para aplicações biomédicas.

Figura 4 – Estrutura química e reação de polimerização da policaprolactona (PCL)



Fonte: Amaya (2019).

Esse polímero apresenta propriedades térmicas importantes, como ponto de fusão entre 55 e 60 °C e temperatura de transição vítrea (T<sub>g</sub>) inferior à temperatura ambiente, em torno de -60 °C. Sua estrutura semicristalina possui cristalinidade em torno de 50%, e a massa molar pode variar entre 5.000 e 80.000 g/mol, a depender das condições de síntese. Possui ainda baixa viscosidade, densidade de aproximadamente 1,13 g/cm<sup>3</sup> e boa solubilidade em diversos solventes orgânicos (Sinha, 2004; Alves, 2008; Bordes *et al.*, 2010). As principais propriedades da PCL estão reunidas na Tabela 2.

Tabela 2 – Propriedades da policaprolactona (PCL)

Propriedades	Valor
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	1,11 a 1,14
Temperatura de fusão (°C)	59 a 64
Temperatura de transição vítrea (°C)	-60
Força (MPa)	20,7 a 42
Alongamento (%)	300 a 1000
Massa molar média (g/mol)	3000 a 80.000
Método de processamento	Extrusão; Moldagem por injeção; Moldagem por compressão; Fundição solvente (casting); Eletrofiação. Clorofórmio; Diclorometano;
Solubilidade	Tetracloroeto de Carbono; Benzeno; Tolueno; Ciclohexanona; 2-nitropropano

Fonte: Woodruff e Hutmacher (2010), Grumezescu e Grumezescu (2019).

Devido a essas características, a PCL tem sido amplamente empregada na fabricação de sistemas de liberação controlada de fármacos, recobrimentos de dispositivos médicos e estruturas para engenharia de tecidos, abrangendo aplicações em tecidos epidérmicos, musculares, ósseos e cartilagosos (Jellinek; Kachi, 1989; Sasmazel, 2008). Um de seus diferenciais, em comparação com outros poliésteres sintéticos, é a degradação hidrolítica lenta, atribuída à presença de cinco grupos metileno consecutivos que dificultam a clivagem dos grupos ésteres (Abedalwafa *et al.*, 2013).

Além disso, a PCL apresenta excelente compatibilidade com outros polímeros, sendo frequentemente utilizada em blendas com materiais de origem natural, como a quitosana. Tais combinações conferem ao material final maior rigidez, melhor

interação com água e propriedades biológicas aprimoradas, como a maior afinidade com células-tronco mesenquimais (Hong; Kim, 2011).

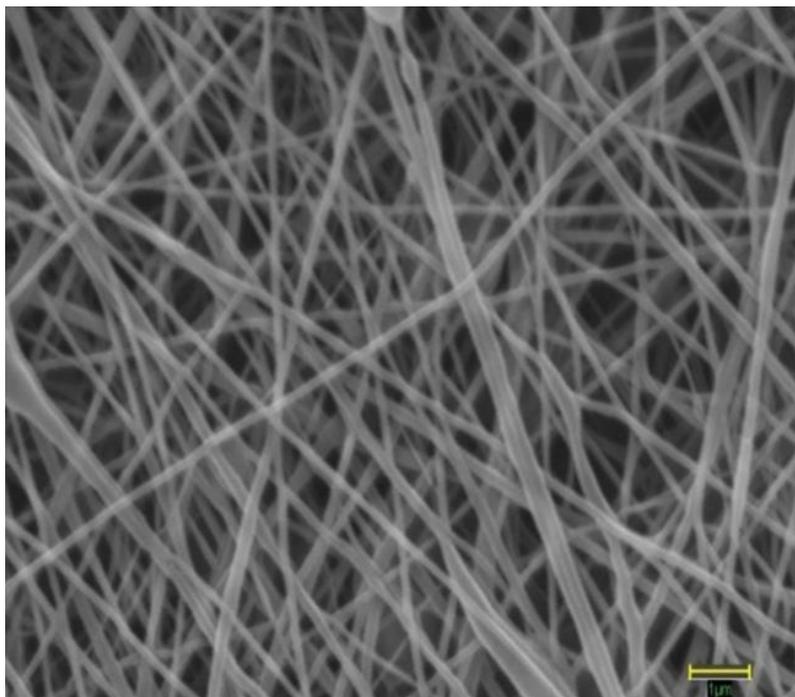
### 3.4.1 Eletrofiação da PCL

A PCL apresenta comportamento reológico e viscoelástico favorável, permitindo sua conformação por diversas técnicas de processamento, como extrusão, moldagem por injeção ou compressão, casting e, especialmente, eletrofiação (Cipitria, 2011; Woodruff; Hutmacher, 2010). A eletrofiação, por sua vez, tem se destacado como método eficiente para produção de nanofibras de PCL com potencial em aplicações biomédicas, principalmente na engenharia de tecidos.

O desempenho da eletrofiação depende fortemente do sistema polímero-solvente. Para a PCL, a escolha dos solventes afeta diretamente a morfologia das fibras formadas, já que parâmetros como condutividade elétrica e volatilidade influenciam o comportamento da solução durante o processo (Schueren *et al.*, 2011; Cipitria *et al.*, 2011). Solventes comumente utilizados incluem dimetilformamida (DMF), tetrafluoroetileno (THF), diclorometano (DCM) e dicloroetano (XUE *et al.*, 2019). A adição de álcoois como metanol ou etanol pode ser empregada para melhorar a estabilidade do jato e a uniformidade das fibras.

Nos últimos anos, nanofibras eletrofiadas de PCL (Figura 5), bem como suas blendas e compósitos, têm sido desenvolvidas com sucesso para regeneração de tecidos, especialmente o ósseo. Um estudo demonstrou que fibras revestidas com cálcio e fósforo por imersão em fluido corporal simulado (PBS) apresentaram propriedades osteocondutivas promissoras. Ensaio *in vivo* em coelhos mostraram que, após três meses, cerca de 70% da matriz polimérica havia sido preenchida com novo tecido ósseo (Nguyen *et al.*, 2012), evidenciando o potencial da técnica e do material.

Figura 5 – Arquitetura de nanofibras de PCL.



Fonte: Sharma et al 2021

### 3.5 Defeito “beads”

Os “beads”, também chamados de contas ou pérolas, são imperfeições estruturais que podem surgir nas nanofibras em decorrência de instabilidades no jato polimérico durante o percurso entre o capilar e o coletor. Essas instabilidades provocam variações no diâmetro das fibras formadas. A presença de beads reduz a área superficial da manta eletrofiada e compromete significativamente as propriedades físicas das nanofibras (COSTA et al., 2012). A ocorrência dessas estruturas está relacionada a diversos fatores, como a tensão elétrica aplicada, a viscoelasticidade da solução, a densidade de cargas elétricas e a tensão superficial da solução (COSTA et al., 2012).

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão apresentados os materiais utilizados e a descrição da metodologia adotada para obtenção e caracterização das nanofibras de PCL

### 4.1 Materiais

As matérias-primas empregadas no presente estudo incluíram a policaprolactona (PCL), adquirida na forma de pellets sólidos pela plataforma Aliexpress, apresentando massa molar na faixa de 70.000 a 90.000 g/mol, sendo armazenada em temperatura ambiente até sua utilização. Em relação aos solventes, foram utilizados o diclorometano ( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ), com massa molar de 84,93 g/mol, ponto de ebulição de 39,6°C e constante dielétrica igual a 8,93, e a N,N-dimetilformamida (DMF,  $\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}$ ), com massa molar de 73,09 g/mol, ponto de ebulição de 153,5°C e constante dielétrica de 37. Ambos os solventes foram adquiridos da marca Synth e disponibilizados pelo Laboratório de Biomateriais.

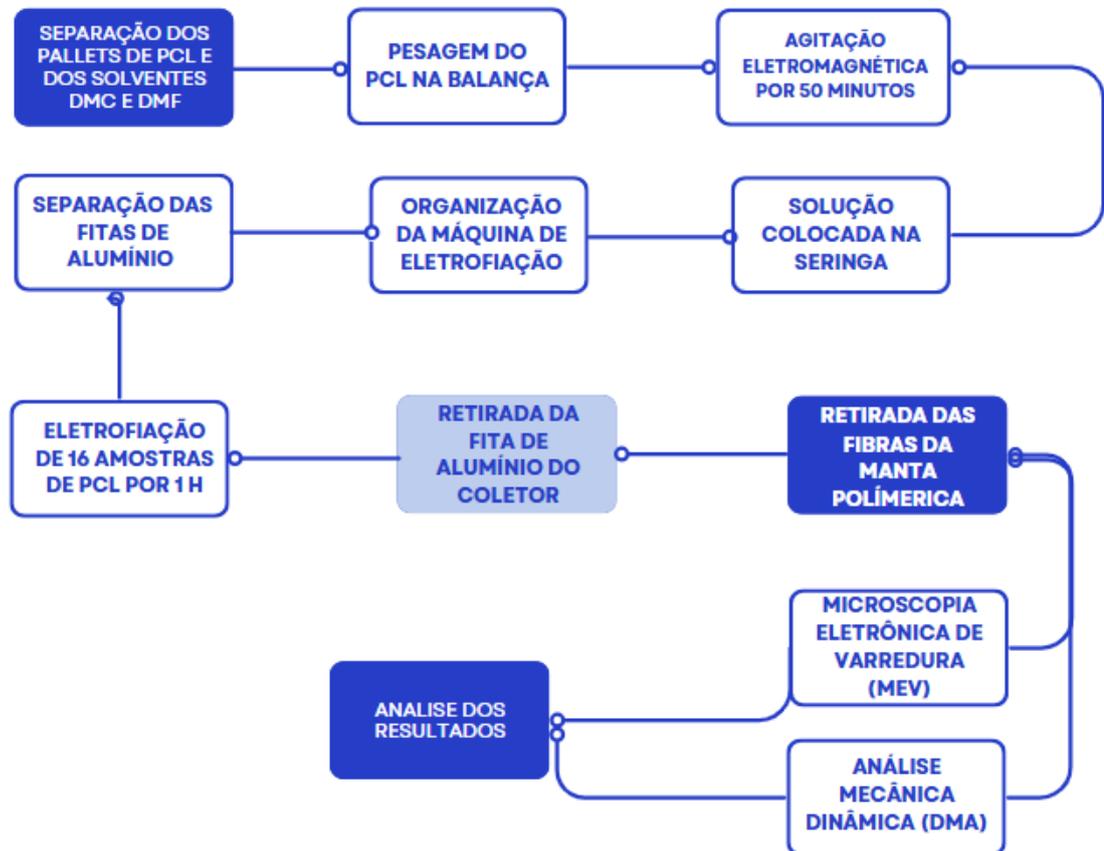
Para a preparação das soluções poliméricas, utilizou-se um agitador magnético com aquecimento LineLab modelo HS-12, enquanto a pesagem dos reagentes foi realizada em balança analítica Shimadzu modelo ATX224. O processo de eletrofiação foi conduzido utilizando o equipamento 3DBS Electrospinning Triple acoplado à impressora 3D Creality Ender 3 V3 KE. A caracterização morfológica das amostras foi realizada em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) Hitachi modelo TM4000Plus, sendo as amostras previamente metalizadas utilizando metalizadora da marca Quick Coater Sanyu Electron em uma corrente de 4mA por 1 minuto e 19 segundos. Para análise das propriedades dinâmico-mecânicas, empregou-se o analisador dinâmico-mecânico TA Instruments modelo DMA 850. Além disso, folhas de alumínio foram utilizadas como substrato para a coleta das nanofibras obtidas a partir das soluções poliméricas de PCL.

### 4.2 Metodologia

A metodologia de caracterização adotada foi dividida em duas partes, sendo elas: (i) a caracterização morfológica e físico-químicas das mantas de nanofibras de PCL obtidas por eletrofiação por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV),

(ii) a caracterização da resistência mecânica pela técnica de Análise Dinâmico-Mecânica (DMA). A Figura 6 ilustra o fluxograma do processo de eletrofiação.

Figura 6 - Fluxograma do processo de eletrofiação



Fonte: Própria da autora (2025).

#### 4.2.1 Definição dos parâmetros

Os parâmetros processuais empregados apresentaram variações em função da vazão, tensão elétrica, velocidade de rotação do coletor e concentração da solução polimérica, sendo que cada variável foi testada em dois níveis. As vazões avaliadas foram de 1 mL/h e 2 mL/h, enquanto as tensões aplicadas corresponderam a 21 kV e 25 kV. A velocidade de rotação do coletor foi ajustada para 600 RPM e 1000 RPM. Por fim, as concentrações das soluções de PCL utilizadas foram de 10% e 13% (m/v).

Na Tabela 3 são apresentados os parâmetros experimentais usados para a eletrofiação do PCL, com o intuito de verificar os melhores parâmetros para a sua

eletrofiação. As soluções de PCL foram submetidas a testes preliminares de eletrofiação com 10 minutos de duração.

Tabela 3 – Parâmetros de eletrofiação para as 16 amostras de PCL.

<b>Amostra</b>	<b>Vazão (mL/h)</b>	<b>Tensão (KV)</b>	<b>Rotação (rpm)</b>	<b>Concentração de PCL (%m/v)</b>
1	1	21	600	10
2	1	21	600	13
3	1	21	1000	10
4	1	21	1000	13
5	1	25	600	10
6	1	25	600	13
7	1	25	1000	10
8	1	25	1000	13
9	2	21	600	10
10	2	21	600	13
11	2	21	1000	10
12	2	21	1000	13
13	2	25	600	10
14	2	25	600	13
15	2	25	1000	10
16	2	25	1000	13

Fonte: Própria da autora (2025).

#### 4.2.2 Preparo das soluções

Com o objetivo de determinar a concentração adequada de PCL para os experimentos de eletrofiação, foram preparadas soluções poliméricas com concentrações de 10% e 13% (m/v), utilizando como sistema solvente a mistura de DCM e DMF na proporção volumétrica de 7:3 (v/v), conforme metodologia descrita por Goes *et al.* (2012).

Para o preparo da solução a 10% (m/v), foram pesados 2,5 g de PCL em um béquer, utilizando-se uma balança de precisão Shimadzu modelo ATX224. Em seguida, um volume aproximado de DCM foi transferido para outro béquer, visando minimizar perdas por evaporação, sendo posteriormente medido com precisão em proveta e transferido para um balão volumétrico de 25 mL. Nessa solução, foram adicionados 17,5 mL de DCM e 7,5 mL de DMF.

No caso da solução a 13% (m/v), foram pesados 3,25 g de PCL, seguindo o mesmo procedimento descrito anteriormente para a adição dos solventes. Após a medição em proveta, foram adicionados 17,5 mL de DCM e, em seguida, 7,5 mL de

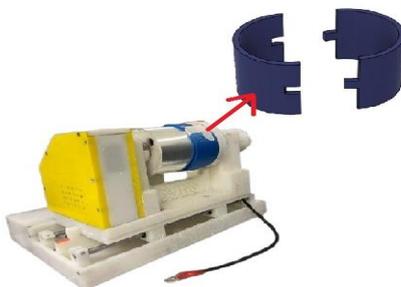
DMF no balão volumétrico, completando o volume final da solução. Ambas as soluções foram submetidas à agitação magnética constante em agitador LineLab modelo HS-12, durante 50 minutos, à temperatura ambiente, até a completa solubilização do polímero.

#### 4.2.3 Criação do suporte de coletor de eletrofição

Com o objetivo de reduzir a área útil de deposição das fibras eletrofiadas, foi desenvolvido um coletor auxiliar específico para o equipamento de eletrofição 3DBS (Figura 7). Esse novo coletor foi projetado para ser acoplado diretamente sobre a superfície do coletor metálico cilíndrico já existente no equipamento. O coletor original apresenta dimensões de 90 mm de diâmetro por 150 mm de largura, enquanto o coletor auxiliar, fabricado por impressão 3D, possui as mesmas dimensões de diâmetro (90 mm), porém com largura reduzida para 65 mm, limitando assim a área de deposição das fibras geradas no processo.

A confecção do coletor auxiliar foi realizada por meio de manufatura aditiva, utilizando filamento de ácido polilático (PLA) como material de impressão. As configurações empregadas durante a impressão 3D foram: altura de camada de 0,2 mm, velocidade de impressão de 200 mm/s, densidade de preenchimento de 20% e temperatura da mesa aquecida ajustada para 60°C. O processo foi conduzido na impressora Creality Ender 3 V3 KE.

Figura 7 – Coletor fabricado para o processo



Fonte: Própria autora.

#### 4.2.4 Processo de eletrofição

Para o processo de eletrofição, ambas as soluções poliméricas foram processadas em um sistema horizontal composto por uma fonte de alta tensão, uma

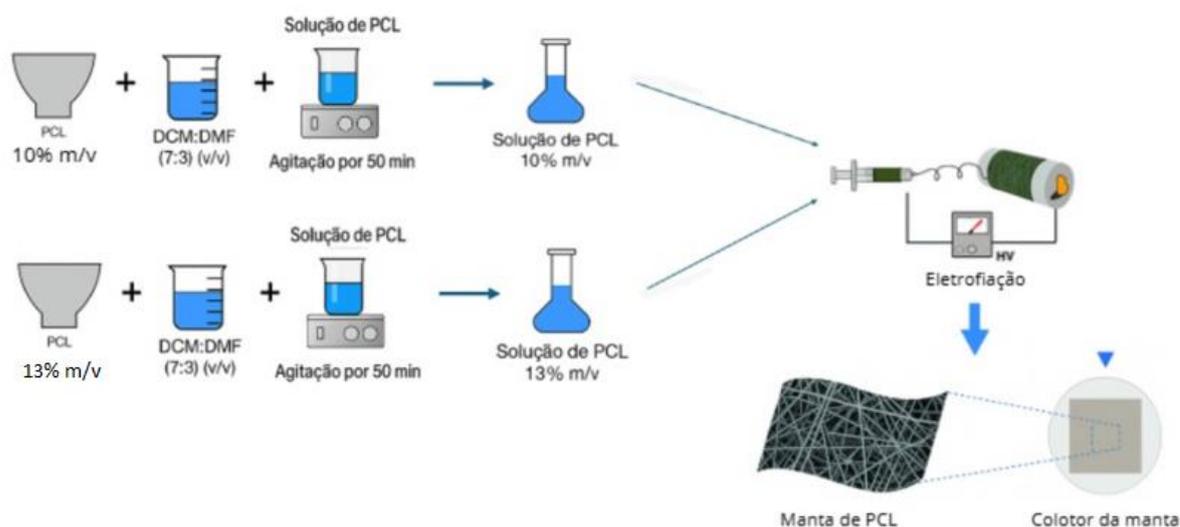
bomba injetora para seringas e um coletor cilíndrico metálico rotativo aterrado, todos pertencentes ao equipamento de eletrofiação *Triple Electrospinning* (modelo 3DBS, marca 3DBS). Antes do início da eletrofiação, foi fixada uma folha de papel alumínio sobre a superfície do coletor com o objetivo de facilitar a posterior remoção e coleta das fibras depositadas.

As soluções de PCL a 13% e 10% (m/v) foram eletrofiadas por 1 hora, utilizando seringas plásticas descartáveis (marca BD) com capacidade de 10 mL, acopladas a agulhas metálicas do tipo 21G (diâmetro interno de 0,8 mm e comprimento de 25 mm), que funcionaram como eletrodos condutores. Cada seringa foi carregada com aproximadamente 10 mL da solução polimérica correspondente.

As condições operacionais adotadas incluíram uma distância fixa de 10 cm entre a ponta da agulha e o coletor, diferença de potencial variando entre 21 e 25 kV, vazão controlada entre 1,0 e 2,0 mL/h e velocidade de rotação do coletor entre 600 rpm e 1200 rpm, conforme a amostra.

Ao término da eletrofiação, as 16 amostras de nanofibras obtidas foram cuidadosamente separadas, armazenadas e mantidas em temperatura ambiente por um período de 48 horas para secagem natural. Após esse período, as amostras foram destinadas ao preparo para as análises de caracterização. A Figura 8 ilustra o esquema da metodologia empregada para a produção das mantas de PCL desenvolvidas neste trabalho.

Figura 8 – Representação do processo de mantas de PCL eletrofiadas



Fonte: Própria autora.

## 4.3 Caracterizações

### 4.3.1 Preparação das amostras para caracterização do MEV

As mantas de PCL foram seccionadas em dimensões adequadas e fixadas com fita de carbono sobre stubs metálicos. Em seguida, as amostras foram submetidas ao processo de metalização com uma fina camada de ouro, utilizando o equipamento Quick Coater SC-701. A deposição foi realizada sob corrente de 4,0 mA durante 79 segundos.

#### 4.3.1.1 Caracterização por microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Para cada amostra analisada, foram obtidas duas micrografias: uma com ampliação de 500 vezes e outra com ampliação de 3.000 vezes. A análise dos diâmetros das nanofibras foi realizada exclusivamente nas imagens obtidas com ampliação de 3.000 vezes, realizando-se 50 medições aleatórias por amostra com o auxílio do *software ImageJ*.

Os dados obtidos foram posteriormente processados e analisados no software Origin 8.5®, onde foram calculados o diâmetro médio das nanofibras, o desvio padrão e ajustada a curva de distribuição Gaussiana, visando caracterizar a variabilidade dimensional e a distribuição dos diâmetros das fibras obtidas.

### 4.3.2 Preparação das amostras para caracterização do DMA

Inicialmente, as amostras foram obtidas a partir das mantas de nanofibras de PCL eletrofiadas, que foram cuidadosamente destacadas das lâminas de alumínio utilizadas como substrato no coletor rotativo. Para cada amostra, foram empilhadas dez camadas de fibras alinhadas no mesmo sentido longitudinal. Essa etapa de empilhamento foi realizada com o objetivo de garantir espessura, coesão e resistência mecânica suficientes para suportar o ensaio dinâmico-mecânico, além de assegurar a orientação unidirecional das fibras, fator essencial para avaliar adequadamente o comportamento mecânico anisotrópico característico das mantas eletrofiadas.

Considerando todas as combinações dos parâmetros avaliados durante o processo de eletrofiação, foram produzidas 16 amostras distintas. Cada amostra

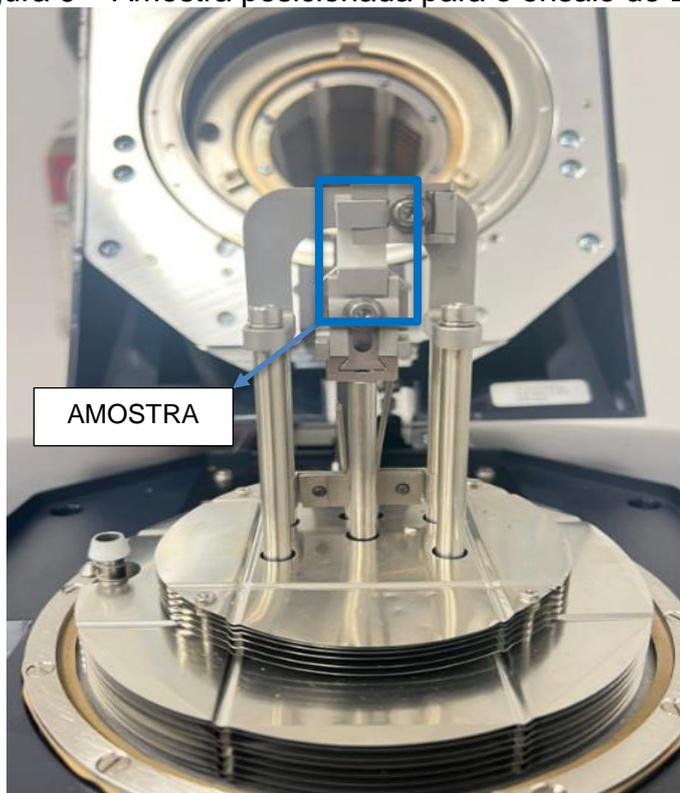
contou, em média, com três triplicatas para os ensaios, totalizando 48 corpos de prova preparados. Após o empilhamento das camadas, as amostras foram submetidas ao processo de prensagem hidráulica, realizado na máquina Prensa Hidráulica com Aquecimento modelo SL-12, da marca Solab, localizada no Laboratório de Cerâmicas Finas do Departamento de Materiais do CEFET-MG. A prensagem foi conduzida aplicando-se uma carga de 5 toneladas durante 1 minuto, com a finalidade de compactar as camadas de fibras, promovendo maior aderência entre elas e garantindo estabilidade dimensional adequada para os ensaios mecânicos subsequentes.

Posteriormente, foi realizada a padronização dos corpos de prova para análise dinâmico-mecânica. As amostras prensadas (triplicatas) foram cortadas de modo a apresentar dimensões uniformes, com comprimento de 15 mm e largura de 8 mm. Essa padronização dimensional é fundamental para a correta fixação dos corpos de prova no equipamento e para a obtenção de resultados confiáveis e reprodutíveis nas análises de propriedades viscoelásticas das mantas de PCL.

#### *4.3.2.1 Análise Mecânica Dinâmica (DMA)*

Após toda a preparação descrita, as amostras foram submetidas ao ensaio dinâmico-mecânico, realizado no analisador dinâmico-mecânico TA Instruments modelo DMA 850. O ensaio foi conduzido utilizando uma taxa de deformação de 3 mm/min, adequada para avaliação das propriedades mecânicas de materiais poliméricos submetidos à tração uniaxial. As amostras foram posicionadas cuidadosamente no suporte de fixação do equipamento (Figura 9), garantindo alinhamento adequado para obtenção de resultados confiáveis e reprodutíveis

Figura 9 – Amostra posicionada para o ensaio de DMA



Fonte: Própria autora

Durante o ensaio, foram obtidas as curvas tensão-deformação de cada corpo de prova, permitindo a determinação de propriedades mecânicas fundamentais, como módulo de elasticidade, tensão máxima suportada e alongamento na ruptura. Esses parâmetros fornecem informações cruciais sobre a resistência, rigidez e capacidade de deformação das mantas de PCL, possibilitando a compreensão de seu desempenho mecânico frente a esforços aplicados, além de indicar sua viabilidade para aplicações específicas em engenharia de biomateriais.

As análises também possibilitaram a avaliação do comportamento viscoelástico das mantas eletrofiadas, contribuindo para a caracterização detalhada do material, especialmente no que se refere à influência dos diferentes parâmetros de eletrofiação sobre suas propriedades finais. Dessa forma, os resultados obtidos no ensaio DMA foram essenciais para correlacionar as condições de processamento com a resposta mecânica das nanofibras produzidas, fundamentando discussões acerca de sua aplicação potencial em dispositivos biomédicos, engenharia de tecidos e sistemas de liberação controlada.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Com o objetivo de apresentar e discutir os resultados obtidos de forma clara e didática, esta seção foi subdividida em duas etapas principais. A primeira etapa aborda a caracterização morfológica das amostras produzidas, por meio dos ensaios de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), visando a análise qualitativa e quantitativa das fibras quanto à formação, diâmetro médio e distribuição. Já a segunda etapa contempla os resultados obtidos nos ensaios de Análise Mecânica Dinâmica (DMA), realizados com foco na avaliação das propriedades mecânicas das mantas de PCL, analisadas a partir das curvas tensão x deformação.

Cabe ressaltar que, inicialmente, foi planejada a preparação de soluções poliméricas em duas concentrações distintas, sendo 10% e 15% (m/v). Entretanto, durante o processo de solubilização, constatou-se que a solução de 15% não apresentou dissolução completa do polímero, resultando em presença de resíduos sólidos e inviabilizando sua utilização nos ensaios subsequentes. Dessa forma, optou-se pela preparação de uma solução intermediária com concentração de 13% (m/v), que apresentou completa solubilização, garantindo viabilidade para o processo de eletrofição e continuidade das análises experimentais.

### 5.1 Análise morfológicas das fibras eletrofiadas por MEV

A análise qualitativa demonstrou que a morfologia das nanofibras de PCL depende fortemente dos parâmetros de processamento. As melhores fibras foram obtidas com menor vazão (1,0 mL/h), maior concentração (13% m/v) e maior tensão (25 kV), apresentando uniformidade, continuidade e poucos beads. Em contraste, alta vazão (2,0 mL/h) resultou em morfologias deficientes, com muitos beads e fusões poliméricas, especialmente nas soluções menos concentradas (10% m/v). O aumento da tensão de 21 kV para 25 kV melhorou a definição das fibras, enquanto a rotação do coletor não reduziu beads, mas favoreceu seu alinhamento. Assim, a combinação de menor vazão, maior concentração e maior tensão foi a mais eficaz para produzir fibras de qualidade superior. Resultados semelhantes sobre a influência da vazão, concentração e tensão na morfologia e uniformidade das fibras de PCL também foram observados por Adomavičiūtė e Milašius (2007), Bhardwaj e Kundu (2010) e Schueren

et al. (2011). Também foi realizado o cálculo do diâmetro médio e dos desvios padrão de cada amostra, que serão discutidos abaixo.

#### 5.1.1 Produção de PCL para a vazão de 1,0 mL/h

Para a vazão de 1,0 mL/h é necessário considerar as duas concentrações avaliadas. As amostras na concentração de 10% m/v apresentaram fibras finas e presença significativa de beads ao longo da estrutura. Visualmente, observou-se formação de fibras interligadas por redes, mas com grande quantidade de gotículas poliméricas esféricas e fusões localizadas. Essa morfologia indica que a baixa concentração, mesmo com vazão controlada, não foi suficiente para garantir estabilidade total do jato, resultando em frequentes instabilidades e formação de defeitos globulares, como também apontado por Adomavičiūtė e Milašius (2007) e Bhardwaj e Kundu (2010).

Para a solução com maior concentração, houve redução visível na quantidade de beads e aumento na uniformidade das fibras. As imagens revelaram fibras mais contínuas, com menor frequência de gotículas isoladas. Essa melhora qualitativa decorre da maior viscosidade da solução, que confere maior estabilidade ao jato durante a eletrofiação, permitindo formação de fibras com maior integridade estrutural, comportamento também descrito por Agarwal et al. (2013) e Zhang et al. (2005).

Os diâmetros médios das amostras produzidas com vazão de 1,0 mL/h variaram aproximadamente entre 254 nm e 598 nm, com desvios padrão que oscilaram de 61 nm até cerca de 253 nm. Observando os histogramas, colocados abaixo, nota-se que as distribuições foram predominantemente concentradas, com formatos tendendo à normalidade em parte significativa das amostras, refletindo um processo relativamente estável nesta vazão, como também descrito por Schueren et al. (2011).

Em termos de concentração, as amostras produzidas com solução a 10% apresentaram diâmetros médios mais elevados em comparação às amostras produzidas com 13%, sugerindo que o aumento de concentração promove maior alongamento do jato, resultando em fibras mais finas e uniformes, como demonstrado em estudos como o de Pham et al. (2006) e Xue et al. (2019). As amostras 2, 3, 5 e 6 se destacaram por apresentarem distribuições mais simétricas e picos bem definidos,

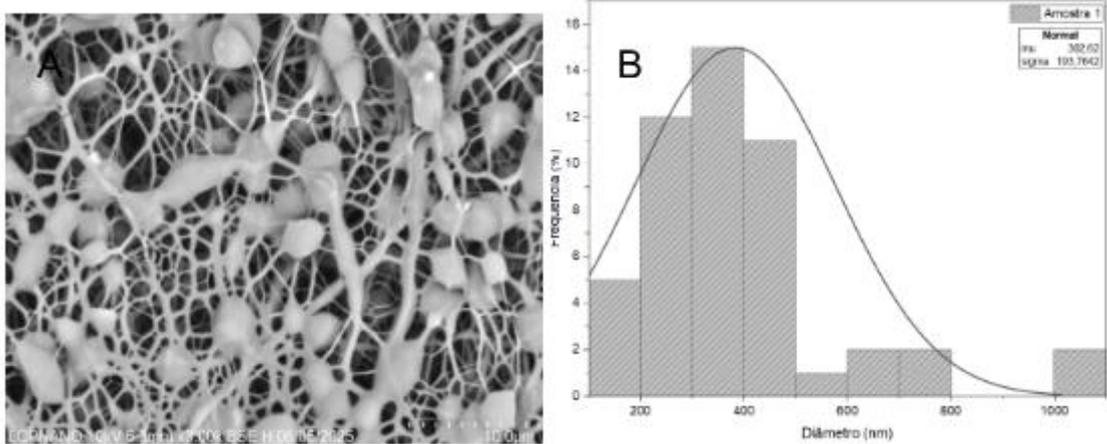
enquanto as amostras 4 e 7 demonstraram distribuições mais assimétricas, com caudas largas, indicando maior heterogeneidade na formação das fibras.

No geral, os resultados indicam que a vazão de 1,0 mL/h permitiu a produção de fibras com diâmetros na faixa desejada para nanofibras poliméricas e com distribuições adequadas para aplicações que exigem maior homogeneidade, sendo o desvio padrão um indicador claro de regularidade ou dispersão, como visto na amostra 5, que obteve o menor desvio e maior uniformidade entre as fibras produzidas. Essa relação entre distribuição, diâmetro e estabilidade já foi destacada por Reneker e Chun (1996) e Wong et al. (2008) em seus trabalhos sobre controle morfológico na eletrofiação.

#### 5.1.1.1 Produção de PCL para a vazão de 1,0 mL/h com tensão em 21 kV

Ao avaliar as amostras produzidas com tensão de 21 kV e vazão de 1,0 mL/h (Figura 13), observa-se um comportamento interessante em relação aos diâmetros médios e à distribuição dos mesmos. A amostra 1 (Figura 10), produzida com solução de 10% e rotação de 600 rpm, apresentou diâmetro médio de aproximadamente 382 nm, com desvio padrão elevado de 193 nm, evidenciando alta variabilidade e menor uniformidade na formação das fibras. Observando sua morfologia, pode-se analisar que ela apresentou elevada quantidade de *beads* e bolhas, com fibras mal formadas e distribuição desorganizada. Esses defeitos estão associados à baixa viscosidade da solução, que dificulta a formação de jatos poliméricos estáveis e favorece a instabilidade durante o processo de estiramento elétrico, como também discutido por Bhardwaj e Kundu (2010), Huang et al. (2003) e Agarwal et al. (2013), que relacionam diretamente a viscosidade da solução com a estabilidade do jato e a ocorrência de defeitos morfológicos como os *beads*.

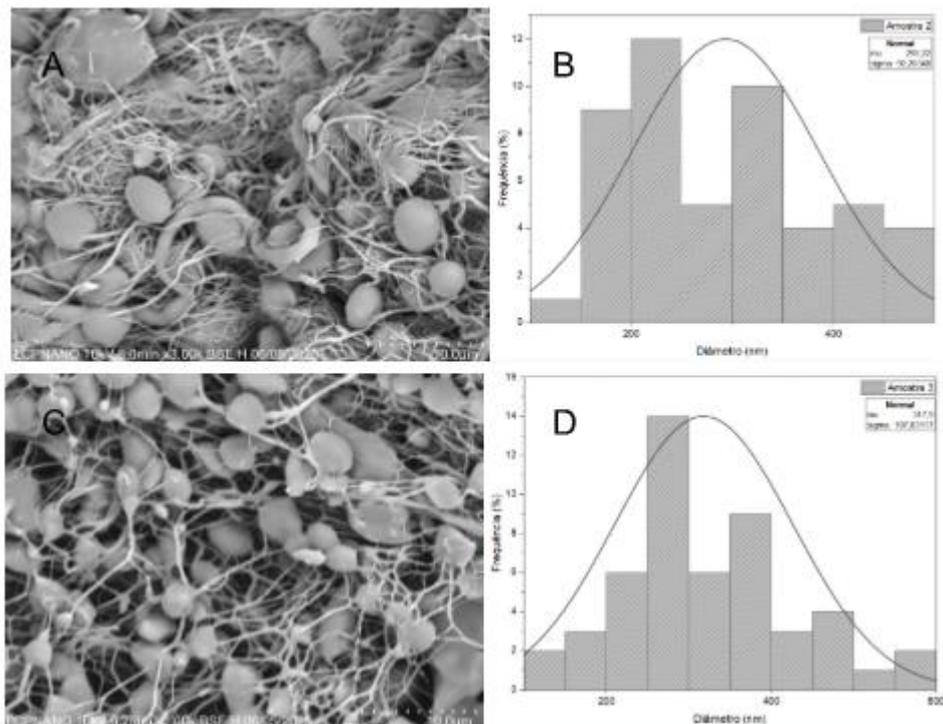
Figura 10 – MEV e histograma da Amostra 1



Fonte: própria autora

Quando a concentração foi aumentada para 13%, como nas amostras 2 e 3, representadas pela Figura 11, houve uma redução considerável no diâmetro médio, sendo 293 nm para a amostra 2 com desvio padrão de 92 nm e 317 nm para a amostra 3 com desvio padrão de 107 nm, ambas com distribuições mais concentradas, o que indica melhora significativa na uniformidade das fibras obtidas.

Figura 11 – MEV e histograma da Amostra 2 e 3



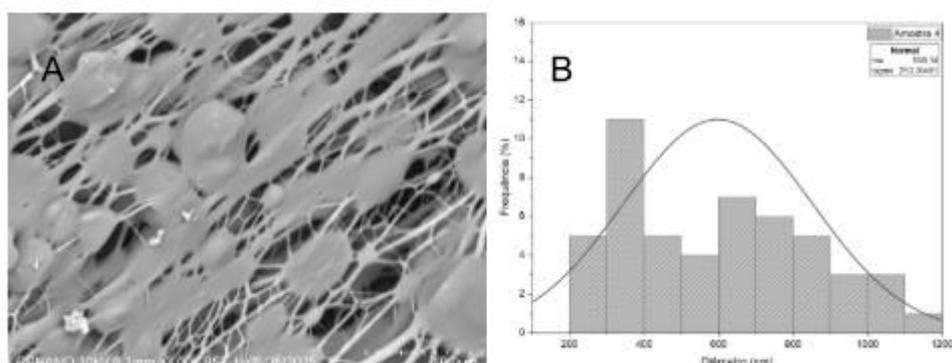
Fonte: própria autora

Analisando a morfologia dessas amostras, a amostra 2, com concentração de 13%, manteve os demais parâmetros iguais à amostra anterior, mas exibiu fibras mais bem formadas e com menor incidência de beads, indicando que o aumento da viscosidade da solução melhora a estabilidade do jato e favorece a formação de fibras contínuas. Essa relação entre viscosidade e qualidade morfológica também é destacada por Bhardwaj e Kundu (2010), além de Wong et al. (2008), que apontam a viscosidade como um fator essencial para evitar instabilidades e defeitos como gotas e bolhas.

Na amostra 3, foi mantida a concentração de 10%, mas apesar de apresentar algumas fibras mais alongadas, a presença de beads ainda foi significativa, o que confirma que a baixa viscosidade da solução continua sendo um fator limitante, mesmo com o aumento da rotação que favorece o alinhamento. Essa combinação de parâmetros também foi discutida por Xue et al. (2019), que observaram que a rotação elevada pode melhorar o alinhamento das fibras, mas não elimina defeitos causados por propriedades insuficientes da solução.

Já a Figura 12 representa a amostra 4, na qual também se utilizou solução de 13%, mas com rotação aumentada para 1000 rpm. Essa amostra apresentou o maior diâmetro médio dentre estas condições, chegando a 598 nm, além de um desvio padrão elevado de 253 nm, revelando distribuição bastante dispersa. Resultados como esse foram observados por Beachely e Wen (2009), que associaram rotações elevadas a uma possível instabilidade adicional no processo, ampliando a dispersão do diâmetro das fibras mesmo quando a viscosidade da solução é considerada adequada.

Figura 12 – MEV e histograma da Amostra 4

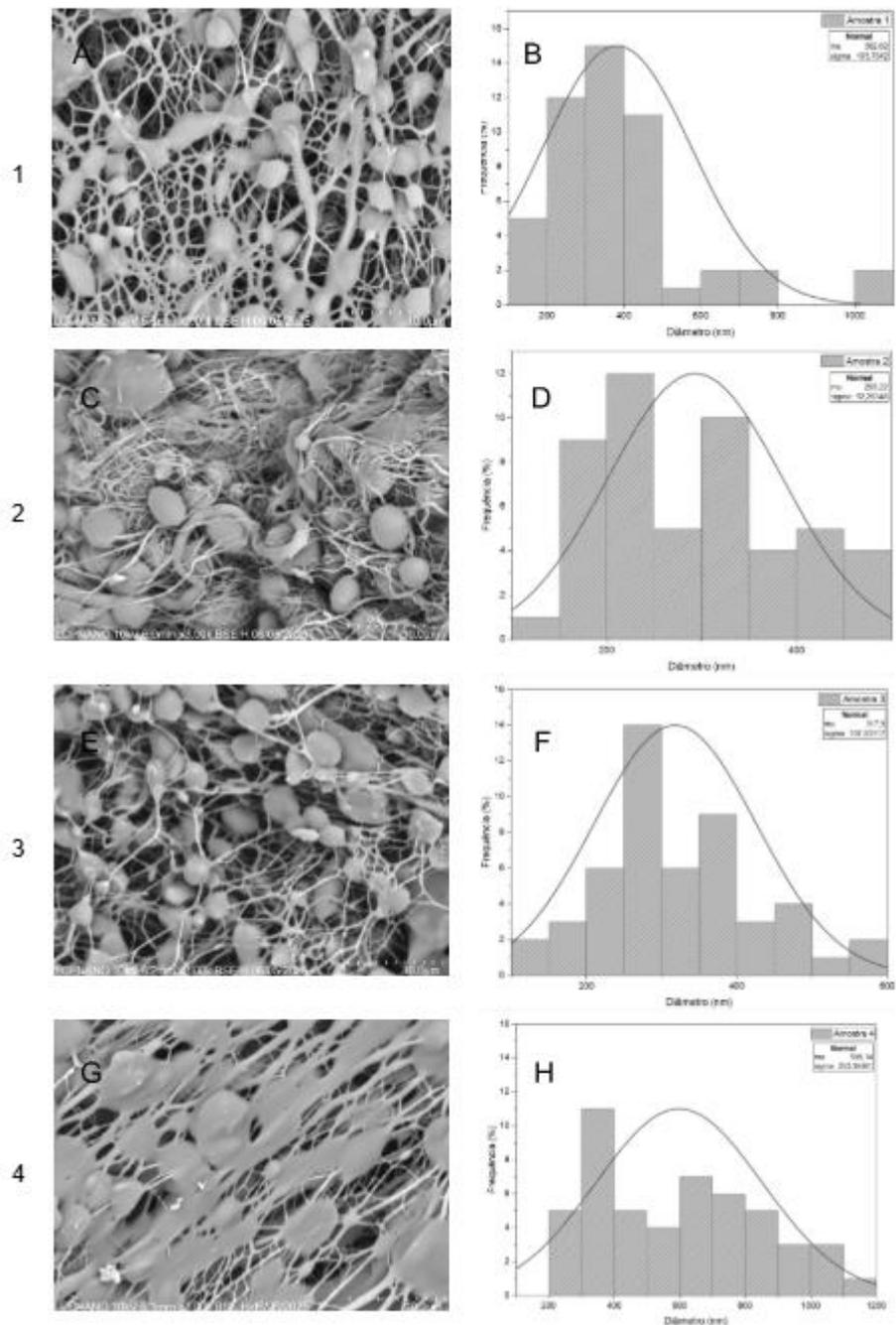


Fonte: própria autora

Esse resultado sugere que, embora o aumento da concentração para 13% tenha promovido redução no diâmetro e maior regularidade nas amostras 2 e 3, o aumento da rotação na amostra 4 acabou impactando negativamente, possivelmente por gerar instabilidades no processo, resultando em fibras mais espessas e heterogêneas. Estudos como os de Beachely e Wen (2009) e Xue et al. (2019) mostram que rotações muito elevadas podem alterar o estiramento do jato, provocando instabilidade e interferindo na deposição controlada das fibras. Em relação à sua morfologia, a amostra 4 apresentou resultado superior em termos visuais em comparação às demais, com fibras mais finas, alinhadas e distribuição mais homogênea, reforçando que a combinação entre concentração adequada e parâmetros ajustados pode favorecer a formação de fibras com maior qualidade estrutural (Agarwal et al., 2013).

Para a tensão de 21 kV com vazão de 1,0 mL/h, observou-se que o aumento da concentração de 10% para 13% promoveu redução nos diâmetros médios e nos desvios padrão, indicando formação de fibras mais finas e uniformes. Esse comportamento já foi descrito por Huang et al. (2003) e Bhardwaj e Kundu (2010), que identificaram a concentração como um dos fatores mais relevantes para estabilizar o jato polimérico e controlar o diâmetro das fibras. Entretanto, alterações na rotação podem influenciar de forma adversa a distribuição dos diâmetros, como evidenciado pela amostra 4, destacando que, mesmo sob condições de tensão e vazão constantes, a interação entre concentração e rotação exerce papel crítico na morfologia final obtida. Esse tipo de interação complexa entre variáveis de processo também foi relatado por Schueren et al. (2011), reforçando a necessidade de ajustes multivariados para controle preciso da qualidade das nanofibras.

Figura 13 – MEV das amostras com vazão de 1,0 mL/h em 21 kV



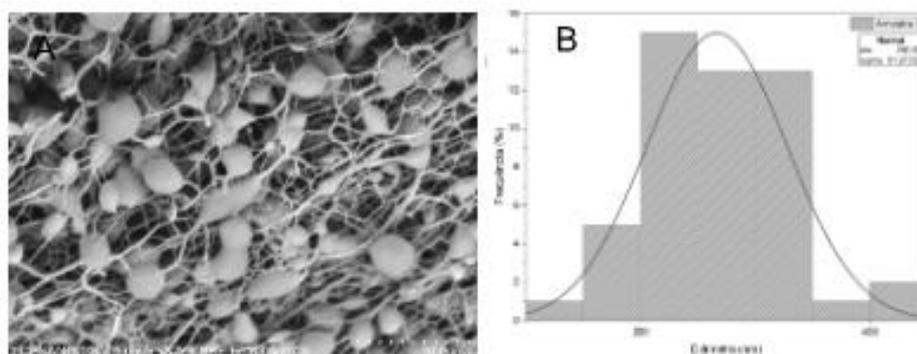
Fonte: Própria autora.

### 5.1.1.2 Produção de PCL para a vazão de 1,0 mL/h com tensão em 25 kV

Ao analisar as amostras produzidas com vazão de 1,0 mL/h e tensão de 25 kV (Figura 16), observa-se uma tendência geral de formação de fibras mais uniformes e com menor variabilidade em comparação às amostras produzidas com 21 kV. A amostra 5, evidenciada abaixo pela Figura 14, produzida com solução de 10% e rotação de 600 rpm, apresentou diâmetro médio de aproximadamente 378 nm, com o

menor desvio padrão dentre todas as amostras analisadas até então, de apenas 61 nm, evidenciando alta uniformidade e distribuição muito concentrada, indicando excelente estabilidade do jato eletrofiado nessas condições.

Figura 14 – MEV e histograma da Amostra 5



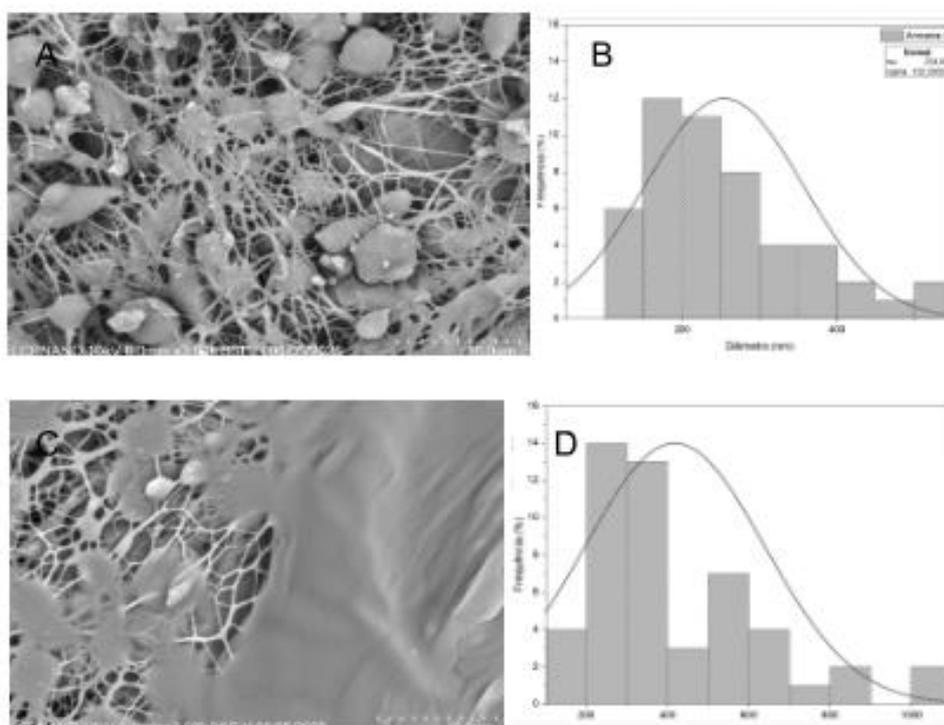
Fonte: própria autora

Para as amostras produzidas com solução de 13%, como a amostra 6, o diâmetro médio foi de 254 nm, também com baixo desvio padrão de 80 nm, resultando em fibras mais finas e com distribuição relativamente concentrada, demonstrando que o aumento de concentração promoveu redução no diâmetro médio das fibras, mesmo mantendo baixa variabilidade. Esse comportamento está de acordo com os achados de Bhardwaj e Kundu (2010) e Pham et al. (2006), que associam a maior viscosidade da solução polimérica ao melhor controle do jato durante a eletrofiação e à produção de fibras mais finas e uniformes. Sua estrutura morfológica apresenta fibras mais contínuas e com menor número de beads, com um histograma de diâmetro concentrado em torno de 250 nm. Isso evidencia que a combinação de maior viscosidade e alta tensão favoreceu a formação de fibras mais uniformes, mesmo com rotação moderada do coletor, como também apontado por Huang et al. (2003).

Já a amostra 7 apresentou diâmetro médio de 367 nm e desvio padrão de 134 nm, enquanto a amostra 8 apresentou diâmetro médio de 383 nm e desvio padrão de 134 nm, ambas com valores de desvio superiores aos das amostras 5 e 6, indicando maior dispersão nos diâmetros medidos, embora ainda com distribuições consideradas aceitáveis para aplicações que demandam uniformidade moderada. Em relação à morfologia dessa amostra, embora tenha sido beneficiada pelo aumento da rotação — fator que normalmente melhora o alinhamento das fibras —, ainda apresentou regiões com falhas, áreas colapsadas e aglomerados mal formados. A

persistência desses defeitos indica que a concentração da solução foi insuficiente para sustentar o efeito positivo da alta tensão e da rotação, resultando em fibras com morfologia comprometida. Estudos como os de Adomavičiūtė e Milašius (2007) e Beachely e Wen (2009) também relataram que, mesmo com ajustes em tensão e rotação, a baixa viscosidade da solução limita a formação de fibras estáveis e contínuas, levando à presença de falhas estruturais e beads.

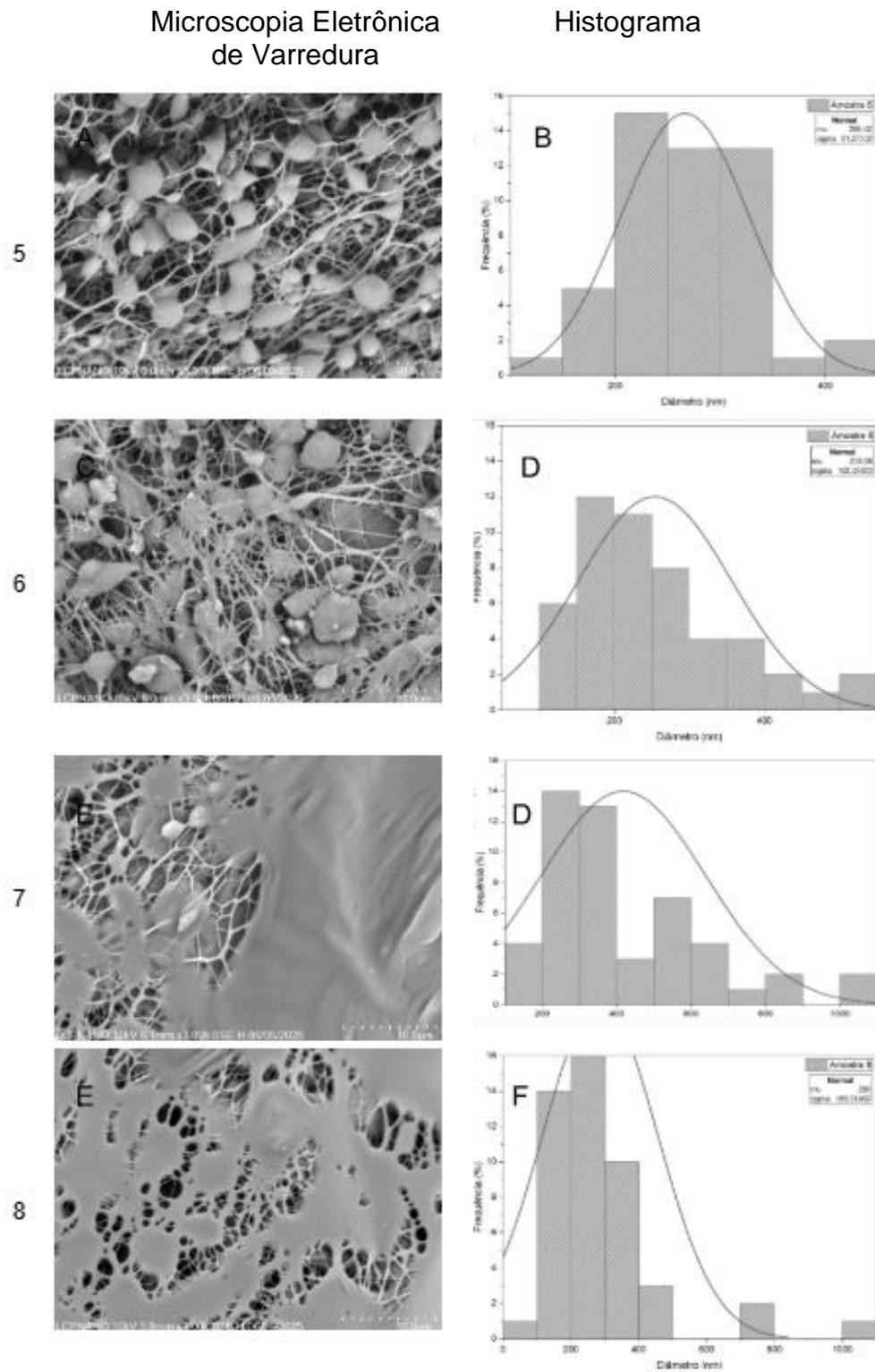
Figura 15 – MEV e histograma da Amostra 6 e 7, respectivamente



Fonte: Própria autora (2025).

As amostras produzidas com tensão de 25 kV apresentaram mais bem resultados em termos de regularidade e menor desvio padrão quando comparadas às produzidas com 21 kV, principalmente para soluções de maior concentração. A redução no diâmetro médio das fibras com o aumento da concentração de 10% para 13% foi novamente confirmada, como visto na amostra 6 em relação à amostra 5. Estes resultados indicam que, sob tensão de 25 kV e vazão de 1,0 mL/h, a combinação de maior concentração com tensão elevada favoreceu a formação de fibras mais finas e uniformes, potencializando as condições ideais para produção de mantas de PCL de qualidade superior.

Figura 16 – MEV das amostras com vazão de 1,0 mL/h em 25 kV



Fonte: Própria autora (2025).

### 5.1.2 Produção de PCL para a vazão de 2,0 mL/h

Na vazão de 2,0 mL/h, as diferenças qualitativas observadas entre as concentrações avaliadas foram acentuadas. Para a solução com concentração de 10% (m/v), as amostras apresentaram fibras com quantidade extremamente alta de beads, além de regiões com fusões poliméricas extensas. Visualmente, percebe-se a formação de placas poliméricas, com áreas em que as fibras se aglomeram, indicando que a combinação de alta vazão com baixa concentração foi desfavorável ao processo. Essa condição resultou em evaporação incompleta dos solventes, ocasionando a deposição de grandes massas poliméricas. Esse tipo de falha está relacionado ao tempo insuficiente para secagem do jato antes da deposição, conforme descrito por Reneker e Chun (1996) e Xue et al. (2019), que destacam que vazões elevadas dificultam a evaporação eficiente dos solventes, aumentando a probabilidade de fusões e aglomerados.

Já para a concentração de 13% (m/v), apesar de ainda serem observadas beads ao longo das fibras, houve redução na formação de fusões extensas. As fibras obtidas nessa condição apresentaram-se mais definidas em comparação à solução de 10% (m/v) sob a mesma vazão, embora ainda tenham sido identificados defeitos estruturais significativos. Esses resultados demonstram que, embora o aumento na concentração melhore a morfologia, a alta vazão prejudica a estabilidade do jato, limitando a formação de redes fibrilares contínuas e uniformes, como também apontado por Huang et al. (2003) e Bhardwaj e Kundu (2010).

Os diâmetros médios variavam entre aproximadamente 241 nm e 375 nm, com desvios padrão que oscilaram de 97 nm até cerca de 177 nm. As amostras produzidas com concentração de 10% m/v apresentaram fibras com maiores diâmetros médios e distribuições mais dispersas, evidenciando instabilidades significativas no processo. Visualmente, essas amostras demonstraram formação de beads em grande quantidade, além de regiões com fusões poliméricas e placas, indicando que a combinação de alta vazão com baixa concentração não foi adequada para garantir estabilidade ao jato eletrofiado, resultando em fibras heterogêneas e com ampla variação dimensional. Estudos como os de Adomavičiūtė e Milašius (2007) reforçam que a combinação de baixa viscosidade com alto fluxo gera deposição irregular e formação de defeitos morfológicos.

Nas amostras produzidas com solução de 13% m/v, foi possível notar redução nos diâmetros médios e nos desvios padrão em relação às de menor concentração, refletindo maior estabilidade proporcionada pela viscosidade mais elevada da solução.

Ainda assim, as imagens revelaram presença significativa de beads e fusões localizadas, embora em menor quantidade do que nas amostras de 10%, o que demonstra que, mesmo com aumento da concentração, a alta vazão comprometeu a formação de fibras completamente uniformes. De acordo com Agarwal et al. (2013) e Wong et al. (2008), a viscosidade mais elevada pode amenizar os efeitos negativos da vazão elevada, mas não anula completamente os impactos das condições de processo desfavoráveis.

Comparando-se os histogramas das amostras de 2,0 mL/h com os de 1,0 mL/h, nota-se que as distribuições de diâmetro para a maior vazão apresentaram caudas mais longas e assimétricas, refletindo ampla dispersão e heterogeneidade no processo, com desvios padrão consideravelmente elevados, como observado na amostra 8, que apresentou desvio padrão de 177 nm, e nas amostras 10 e 11, com desvios de 142 nm e 163 nm, respectivamente. Esse padrão indica que a alta taxa de fluxo de solução durante o processo não permitiu evaporação completa dos solventes antes da deposição, resultando em fibras com maior variação dimensional e qualidade inferior em comparação às produzidas com vazão de 1,0 mL/h, resultado também descrito por Eatemadi et al. (2016).

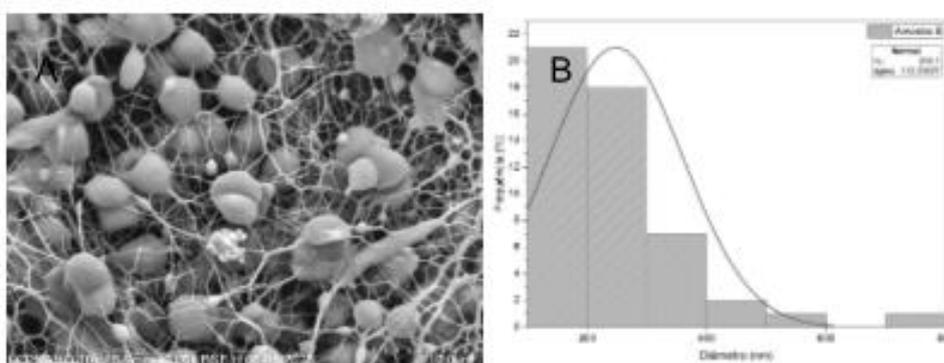
Os resultados demonstram que, para a vazão de 2,0 mL/h, o aumento da concentração de 10% para 13% foi capaz de melhorar a uniformidade e reduzir parcialmente os diâmetros médios, porém não foi suficiente para corrigir completamente as instabilidades geradas pelo excesso de vazão no processo de eletrofiação, como já observado na literatura por Schueren et al. (2011).

#### *5.1.2.1 Produção de PCL para a vazão de 2,0 mL/h com tensão em 21 kV*

Para a vazão de 2,0 mL/h com tensão de 21 kV (Figura 12), observa-se que as amostras apresentaram resultados distintos entre si, refletindo o impacto das condições de processamento na morfologia final. A amostra 9, representada pela Figura 17, apresentou o menor diâmetro médio entre essas condições, com valor aproximado de 248 nm e desvio padrão de 112 nm. O histograma desta amostra indica uma distribuição levemente assimétrica à direita, com maior frequência de fibras finas, mas com presença de cauda longa que denota ocorrência de fibras mais grossas pontuais. Essa distribuição revela certa heterogeneidade, apesar de concentrada na faixa de 150 a 300 nm. Comportamentos similares foram descritos por Huang et al. (2003) e Reneker e Chun (1996), que observaram que, mesmo em condições

aparentemente favoráveis como maior concentração e tensão moderada, a combinação com vazão elevada ainda pode gerar dispersões no diâmetro das fibras devido à evaporação incompleta do solvente ou flutuações instáveis do jato. Além disso, Xue et al. (2019) ressaltam que a cauda longa nos histogramas está frequentemente associada à formação intermitente de gotículas ou à fusão parcial entre filamentos adjacentes, reforçando a natureza crítica dos parâmetros de processo na eletrofiação.

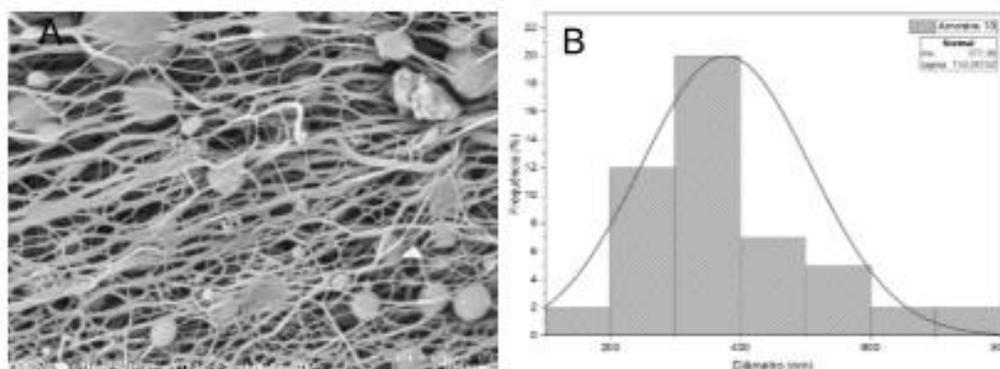
Figura 17 – MEV e histograma da Amostra 9



Fonte: Própria autora (2025).

A amostra 10 apresentou aumento no diâmetro médio, atingindo cerca de 377 nm e desvio padrão de 130 nm. Seu histograma demonstra uma distribuição mais próxima da normalidade, com pico bem definido, porém ainda há ocorrência de fibras com maiores diâmetros, chegando a 700 nm. Esse comportamento indica formação de fibras mais espessas, possivelmente devido à maior deposição polimérica promovida pelo aumento de vazão, aliada à concentração e tensão específicas. Segundo Adomavičiūtė e Milašius (2007), a elevação da vazão pode aumentar o volume de solução liberado por unidade de tempo, reduzindo o tempo disponível para a evaporação completa do solvente e promovendo o acúmulo de material no coletor, o que favorece a formação de fibras mais grossas. Esse efeito também é corroborado por Huang et al. (2003) e Bhardwaj e Kundu (2010), que apontam que o equilíbrio entre os parâmetros de tensão, vazão e viscosidade da solução é fundamental para evitar a produção de fibras com diâmetros excessivos e distribuição heterogênea.

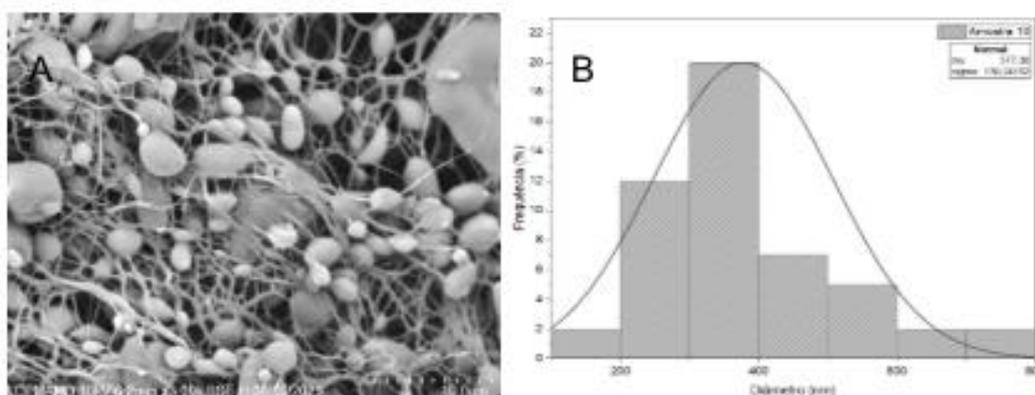
Figura 18 – MEV e histograma da Amostra 10



Fonte: Própria autora (2025).

Na amostra 11, o diâmetro médio foi de aproximadamente 368 nm, com desvio padrão de 160 nm, mostrando maior dispersão em comparação à amostra 10. O histograma demonstra distribuição assimétrica, com pico entre 250 e 350 nm, mas presença significativa de fibras acima de 600 nm, indicando heterogeneidade acentuada. Este resultado reforça a tendência de formação de fibras com maior variação dimensional, relacionada à instabilidade do jato em altas vazões.

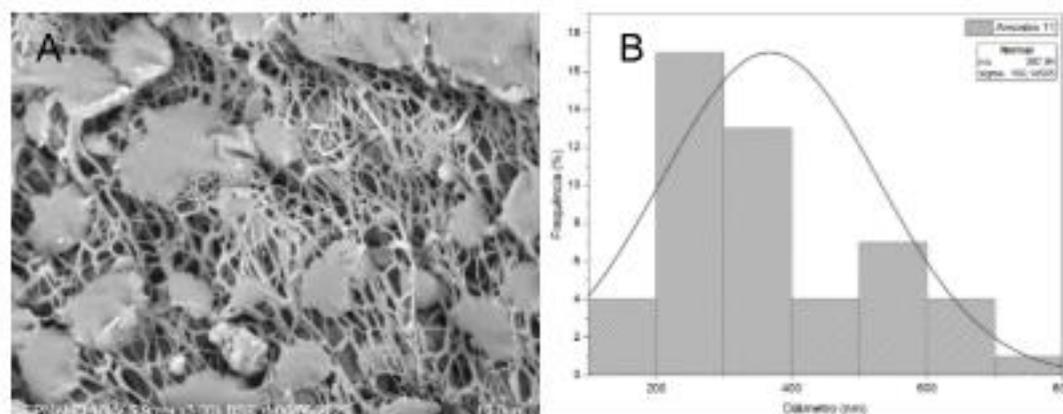
Figura 19 – MEV e histograma da Amostra 11



Fonte: Própria autora (2025).

Por fim, a amostra 12 apresentou diâmetro médio de cerca de 329 nm e desvio padrão de 91 nm, sendo a menor dispersão entre as amostras analisadas nesta condição. O histograma mostra distribuição quase normal, com pico centrado próximo ao valor médio e baixa presença de fibras muito espessas ou muito finas, caracterizando esta amostra como a mais uniforme entre as quatro na condição de 2,0 mL/h e 21 kV.

Figura 20 – MEV e histograma da Amostra 12



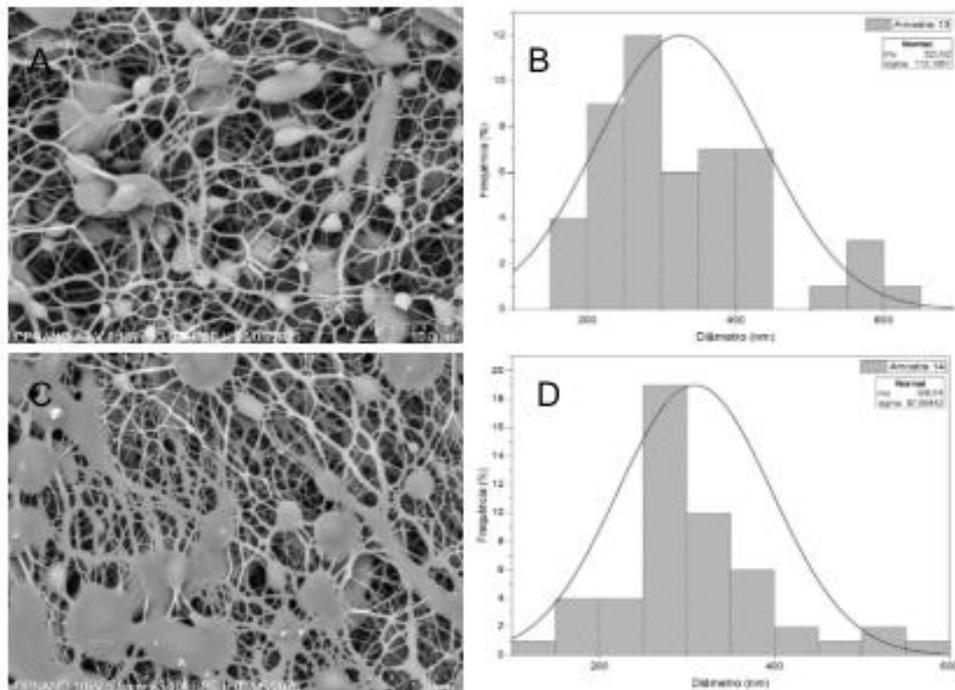
Fonte: Própria autora (2025).

A análise revela que o aumento da vazão para 2,0 mL/h, sob tensão de 21 kV, resultou em diâmetros médios mais elevados em comparação às amostras produzidas a 1,0 mL/h, além de maior dispersão nos diâmetros, especialmente em amostras como a 11. A exceção foi a amostra 12, que apresentou distribuição mais concentrada e desvio padrão reduzido, demonstrando que, embora a alta vazão tenda a gerar heterogeneidade, ajustes na concentração e rotação podem minimizar este efeito, promovendo fibras mais regulares e uniformes para aplicação como nanofibras de PCL.

#### 5.1.2.2 Produção de PCL para a vazão de 2,0 mL/h com tensão em 25 kV

Na produção de PCL com vazão de 2,0 mL/h sob tensão de 25 kV (Figura 13), observou-se variação considerável nos diâmetros médios das fibras formadas, que se situaram entre aproximadamente 288 nm e 384 nm. A amostra 13 apresentou diâmetro médio de 326 nm e desvio padrão de 113 nm, enquanto a amostra 14, com diâmetro médio de 309 nm, obteve menor desvio padrão, cerca de 88 nm, sugerindo distribuição mais homogênea das fibras. Já a amostra 15 exibiu diâmetro médio de 288 nm, associado a um desvio padrão de 83 nm, o menor entre todas as amostras desta condição, indicando maior uniformidade e controle na formação fibrilar.

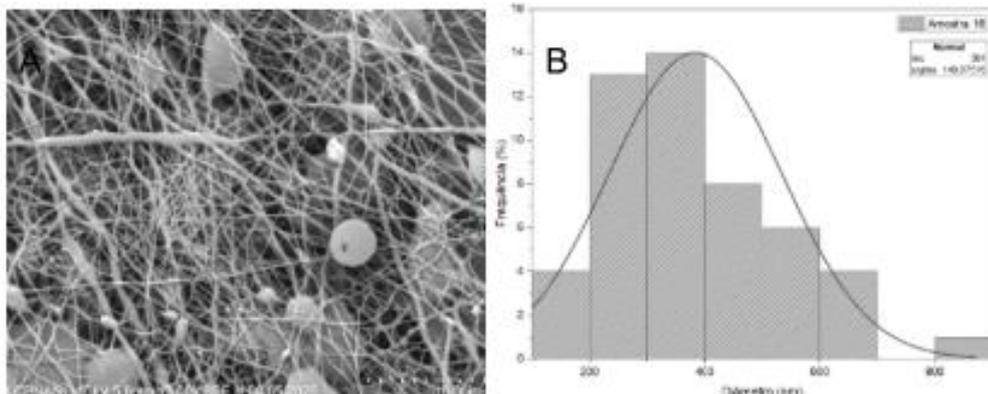
Figura 21 – MEV e histograma das amostras 13 e 14, respectivamente



Fonte: Própria autora (2025).

Por outro lado, a amostra 16 apresentou o maior diâmetro médio dentro desse grupo, de aproximadamente 384 nm, acompanhado de um desvio padrão elevado de cerca de 150 nm. Essa maior dispersão reflete maior heterogeneidade morfológica, evidenciada também pelo histograma, que apresenta distribuição menos simétrica, com caudas longas para maiores diâmetros.

Figura 22 – MEV e histograma da amostra 16



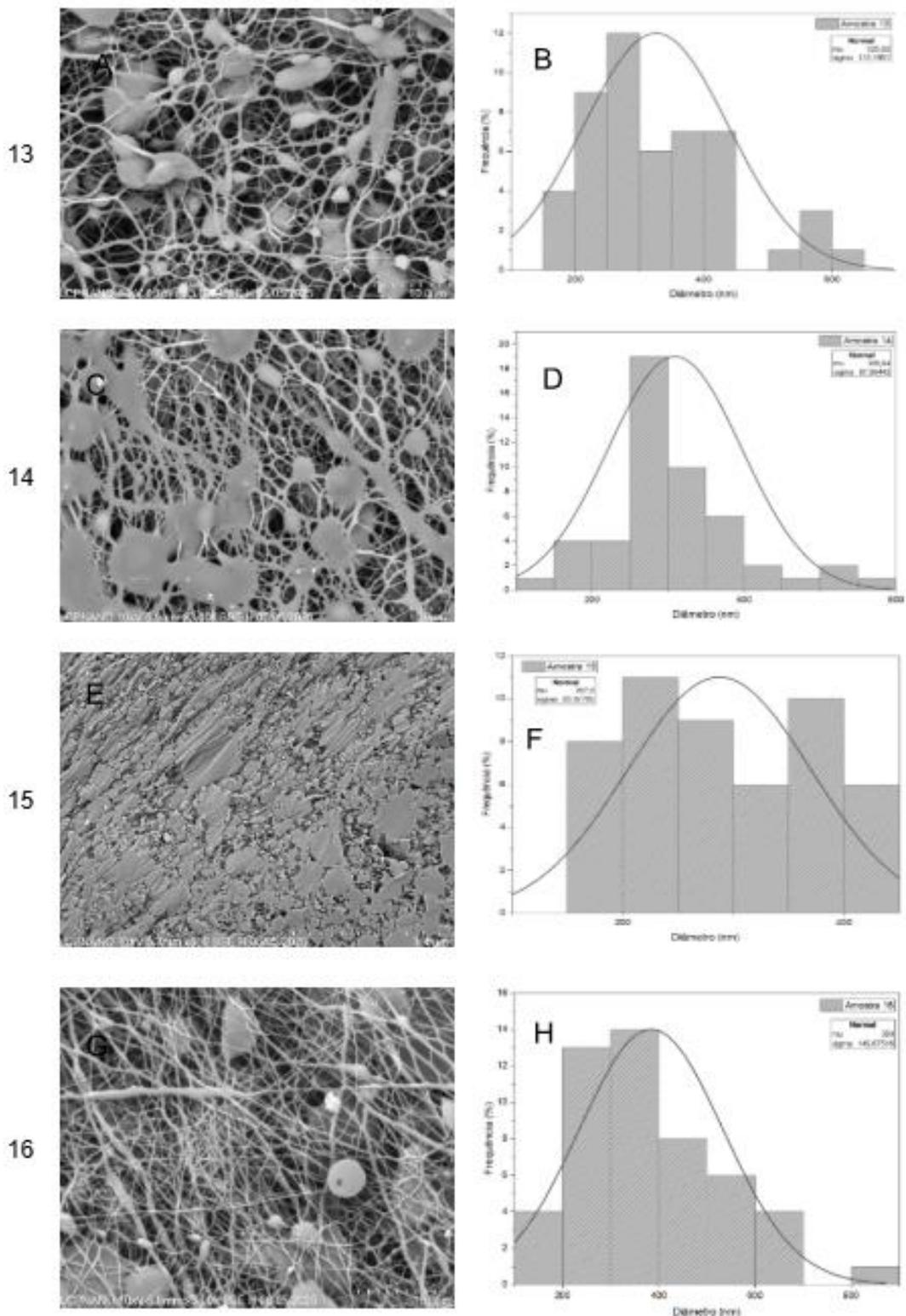
Fonte: Própria autora (2025).

No geral, as distribuições de frequência dos diâmetros das amostras 13, 14 e 15 apresentaram formas próximas da normalidade, com picos definidos e

concentrações principais em faixas estreitas de diâmetro, enquanto a amostra 16 se destacou pelo alargamento da curva e maior dispersão de dados.

Esses resultados indicam que, embora a tensão de 25 kV associada à alta vazão de 2,0 mL/h tenha permitido formação de fibras com diâmetros médios compatíveis com o processo de eletrofiação para produção de nanofibras, há clara influência das variações de outros parâmetros, como rotação e concentração, na estabilidade do jato. A tendência observada de diâmetros médios mais elevados na amostra 16 pode estar relacionada à combinação de parâmetros que favoreceram menor alongamento do jato, resultando em fibras mais grossas e menos uniformes em comparação às demais. Ainda assim, as amostras 14 e 15 apresentaram desempenho favorável, evidenciado pelos baixos desvios padrão e pela distribuição de fibras mais concentrada, fatores importantes para aplicações que exigem maior regularidade estrutural e controle morfológico no material produzido.

Figura 23 – MEV das amostras com vazão de 2,0 mL/h em 25 kV



Fonte: Própria autora.

### 5.1.3 Considerações sobre demais parâmetros analisados

Analisando o efeito da concentração, nota-se que as soluções a 10% m/v apresentaram tendência de produzir fibras com diâmetros médios mais elevados e

maior presença de *beads*, especialmente em condições de alta vazão. Isso se deve à menor viscosidade, que compromete a estabilidade do jato durante a eletrofiação, resultando em formação de gotículas poliméricas e fusões localizadas. Por outro lado, as soluções com 13% m/v, por apresentarem viscosidade mais alta, favoreceram maior alongamento e estiramento das fibras, reduzindo o diâmetro médio e aumentando a uniformidade estrutural das amostras, além de minimizarem a presença de *beads*, conforme identificado qualitativamente nas micrografias e quantitativamente nos histogramas.

No que diz respeito à rotação do coletor, verificou-se que o aumento de 600 rpm para 1000 rpm promoveu, de modo geral, redução dos diâmetros médios das fibras, embora esse efeito não tenha sido linear em todos os casos. Nas amostras produzidas com rotação de 1000 rpm, observou-se que o estiramento adicional proporcionado pelo aumento da velocidade favoreceu a formação de fibras mais finas, mais bem alinhadas e com menor desvio padrão, refletindo maior uniformidade dimensional. Isso é consistente com o princípio de que a maior rotação induz forças centrífugas e de estiramento mais intensas, alongando as fibras antes de sua deposição na superfície coletora.

É importante destacar que a interação entre rotação e concentração mostrou resultados dependentes das demais condições de processo, como tensão e vazão. Por exemplo, em vazão de 1,0 mL/h, a combinação de maior concentração (13%) e alta rotação (1000 rpm) foi favorável, gerando fibras de menor diâmetro e distribuição mais estreita. Já em vazão de 2,0 mL/h, houve casos em que mesmo a maior rotação não compensou os efeitos da vazão elevada, resultando em fibras mais grossas ou distribuição bimodal, como observado na amostra 16.

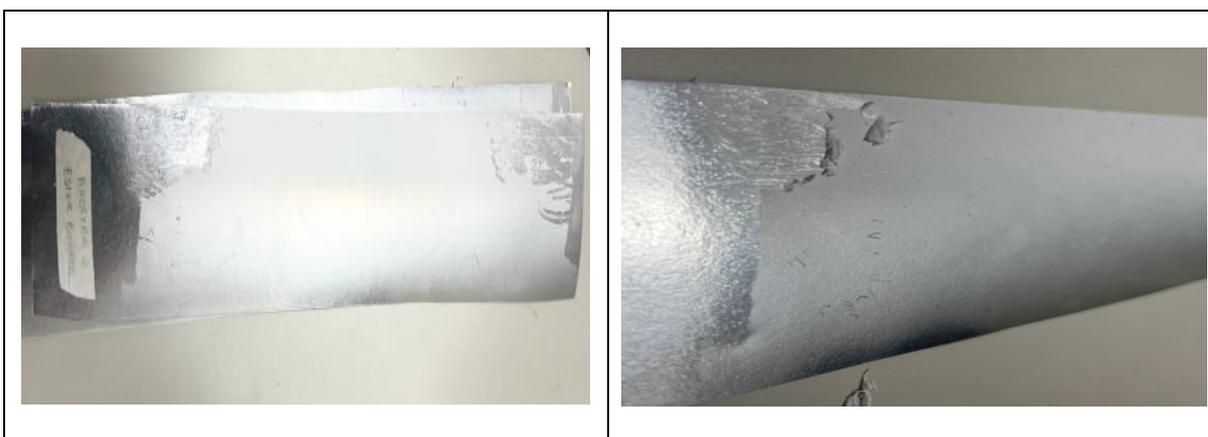
A análise conjunta evidencia que concentrações mais elevadas e rotações maiores tendem a favorecer a produção de fibras mais finas, uniformes e com menor presença de *beads*, desde que equilibradas com tensão e vazão adequadas. Esses resultados reforçam a necessidade de avaliação multivariada para otimização do processo de eletrofiação, pois pequenas variações em cada parâmetro podem gerar alterações significativas nas características finais das nanofibras produzidas.

## 5.2 Análise das propriedades mecânicas das fibras eletrofiadas

Os ensaios de Análise Mecânica Dinâmica (DMA) foram conduzidos com o objetivo de caracterizar as propriedades viscoelásticas e mecânicas das nanofibras produzidas, permitindo avaliar o comportamento estrutural do material a partir das curvas tensão x deformação obtidas. Essa análise possibilita compreender parâmetros essenciais, como rigidez, resistência à tração e deformação máxima, fundamentais para determinar a aplicabilidade das mantas poliméricas em diferentes contextos tecnológicos.

Para a realização dos testes, as amostras foram destacadas manualmente das lâminas de alumínio coletoras, formando tiras contínuas e uniformes adequadas para fixação no suporte do equipamento. Contudo, verificou-se que nem todas as fibras apresentaram coesão estrutural suficiente para serem removidas sem rupturas ou perdas significativas de massa, inviabilizando a preparação de alguns corpos de prova. Esse foi o caso da amostra 2, que não pôde ser destacada de forma adequada, impossibilitando a realização do ensaio. A Figura 14 apresenta a imagem desta amostra, evidenciando a dificuldade prática de remoção devido à alta aderência à superfície coletora ou baixa integridade mecânica.

Figura 24 – Foto da amostra 2 que não foi possível destacar da fita de alumínio



Fonte: Própria autora

Adicionalmente, para algumas amostras, não foi possível realizar o ensaio em triplicata, seja pela quantidade insuficiente de fibras destacadas ou pela dificuldade de obtenção de tiras com dimensões padronizadas. Essa limitação ocorreu, por exemplo, com as amostras 3 e 15, que apresentaram apenas duas replicatas viáveis

para teste. A Figura 15 apresenta exemplos visuais dessas amostras, evidenciando a limitação do número de corpos de prova obtidos.

Figura 25 – Fotos das amostras 3 e 15 mostrando apenas duas tiras viáveis para DMA



Fonte: Própria autora.

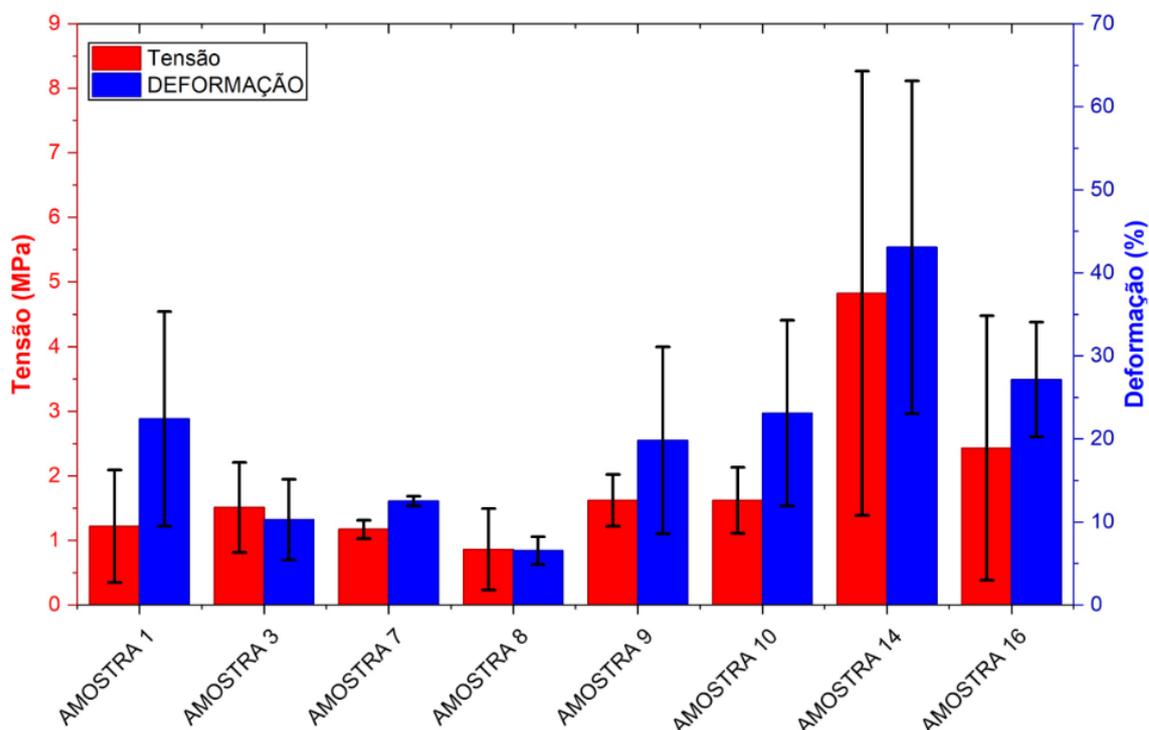
Diante dessas restrições experimentais, os resultados apresentados a seguir referem-se exclusivamente às amostras que puderam ser preparadas corretamente, com pelo menos duplicata, priorizando a análise das curvas tensão x deformação para comparação dos efeitos dos diferentes parâmetros de processamento sobre o desempenho mecânico das nanofibras de PCL.

### 5.2.1 Avaliação da tensão e da deformação das fibras de PCL

Conforme evidenciado na Figura 16 e na Tabela 4, as análises de tensão máxima e deformação das nanofibras de PCL eletrofiadas revelaram comportamentos mecânicos distintos entre as amostras, demonstrando a influência direta dos

parâmetros de processamento nas propriedades obtidas. Os valores de tensão variaram de  $0,63 \pm 0,15$  MPa (Amostra 8) até  $4,83 \pm 3,17$  MPa (Amostra 14), enquanto os de deformação oscilaram entre  $6,1 \pm 1,5\%$  (Amostra 8) e  $44,1 \pm 22,3\%$  (Amostra 14).

Figura 26 – Gráfico de coluna de tensão e de deformação



Fonte: Própria autora

Tabela 4 – Tabela dos resultados de tensão e de deformação

Amostr as	Vazão (mL/h)	Rotação (rpm)	Concentração (%)	Tensão (Mpa)	Deformação (%)
1	1	600	10	1,19 ± 0,55	28,9 ± 16,0
3	1	1000	13	1,47 ± 0,71	14,7 ± 6,5
7	1	600	13	1,06 ± 0,09	11,8 ± 1,0
8	1	1000	13	0,63 ± 0,15	6,1 ± 1,5
9	2	600	10	1,47 ± 0,83	21,4 ± 9,8
10	2	1000	10	1,40 ± 0,63	20,4 ± 9,6
14	2	600	13	4,83 ± 3,17	44,1 ± 22,3
16	2	1000	13	2,35 ± 1,17	27,3 ± 13,1

Fonte: Própria autora

Ressalta-se que as nanofibras de PCL apresentam propriedades mecânicas distintas dos materiais poliméricos convencionais, pois, devido à alta área superficial e à estrutura porosa, apresentam tensões máximas mais baixas, embora com

deformações relativamente elevadas, dependendo das condições de processamento (Agrawal *et al.*, 2018). Além disso, considerando que os ensaios foram conduzidos em temperatura ambiente, ou seja, acima da transição vítrea do PCL (-60°C) e abaixo de seu ponto de fusão (~60°C), as cadeias poliméricas estavam em fase amorfa flexível, apresentando maior mobilidade segmentar e, conseqüentemente, maior ductilidade (Wang *et al.*, 2013).

A Amostra 1, produzida com vazão de 1,0 mL/h, rotação de 600 rpm e concentração de 10%, apresentou tensão média de  $1,19 \pm 0,55$  MPa e deformação de  $28,9 \pm 16,0\%$ . Esses valores indicam comportamento moderado de resistência e ductilidade, possivelmente influenciados pela menor concentração da solução, que favorece menor viscosidade e reduz estabilidade do jato, originando fibras menos coesas (Levitt *et al.*, 2017; Feng *et al.*, 2002).

Já a Amostra 3, sob condições de 1,0 mL/h, 1000 rpm e 13%, apresentou tensão de  $1,47 \pm 0,71$  MPa e deformação de  $14,7 \pm 6,5\%$ , demonstrando leve incremento na tensão com menor deformação quando comparada à Amostra 1. O aumento da rotação pode ter favorecido o alinhamento parcial das fibras, resultando em maior rigidez, conforme relatado na literatura para fibras poliméricas eletrofiadas (Wong *et al.*, 2008; Beachley; Wen, 2009).

A Amostra 7, também com concentração de 13%, mas rotação de 600 rpm, obteve tensão de  $1,06 \pm 0,09$  MPa e deformação de  $11,8 \pm 1,0\%$ , apresentando baixo desvio padrão, o que indica uniformidade entre as triplicatas. Essa combinação de baixa tensão e deformação está associada à menor densidade de ligações interfibrilares e à estrutura menos compacta das mantas (Woodruff; Hutmacher, 2010).

A Amostra 8, com as mesmas condições de concentração (13%) e rotação aumentada para 1000 rpm, exibiu os menores valores de tensão ( $0,63 \pm 0,15$  MPa) e deformação ( $6,1 \pm 1,5\%$ ), possivelmente devido ao menor diâmetro das fibras formado nessa condição, como descrito em estudos que relacionam diâmetro extremamente reduzido à diminuição de propriedades mecânicas, devido à menor área de contato entre as fibras e menor densidade de empacotamento (WONG *et al.*, 2008).

No grupo de vazão 2,0 mL/h, a Amostra 9 apresentou tensão de  $1,47 \pm 0,83$  MPa e deformação de  $21,4 \pm 9,8\%$ , sugerindo bom desempenho, enquanto a Amostra 10, produzida sob condições similares, demonstrou valores ligeiramente menores, com tensão de  $1,40 \pm 0,63$  MPa e deformação de  $20,4 \pm 9,6\%$ . Ambas as amostras evidenciam resultados consistentes para este conjunto de parâmetros, com tensões

próximas de 1,5 MPa e deformações superiores a 20%, resultados que se alinham aos descritos por Levitt *et al.* (2017) para nanofibras de PCL/S.

A Amostra 14, com tensão máxima de  $4,83 \pm 3,17$  MPa e deformação de  $44,1 \pm 22,3\%$ , foi a que apresentou desempenho mecânico mais elevado. A combinação de maior tensão aplicada durante a eletrofiação (25 kV) e alta concentração (13%) pode ter favorecido a formação de fibras com maior orientação molecular, alinhamento interno e coesão entre as camadas, justificando os resultados superiores observados (Wong *et al.*, 2008; Beachley; Wen, 2009).

Por fim, a Amostra 16 apresentou tensão média de  $2,35 \pm 1,17$  MPa e deformação de  $27,3 \pm 13,1$  %, resultados que, embora inferiores aos da Amostra 14, ainda são considerados elevados dentro do conjunto avaliado, reforçando que parâmetros como concentração, rotação e tensão devem ser ajustados em combinação para otimizar o desempenho final.

Destaca-se que a elevada dispersão dos resultados em algumas amostras, evidenciada pelos erros padrão, indica heterogeneidade na estrutura das mantas, o que pode estar relacionado às instabilidades durante a eletrofiação, variações no diâmetro das fibras, falhas de deposição ou diferenças de coesão entre camadas fibrilares. Estes fatores devem ser considerados em estudos futuros visando à otimização dos parâmetros de produção, para garantir maior homogeneidade morfológica e, conseqüentemente, propriedades mecânicas mais previsíveis e adequadas às aplicações biomédicas e de engenharia de tecidos.

É importante ressaltar que nem todas as amostras conseguiram ser analisadas em triplicata devido a dificuldades de destacamento das mantas da superfície de coleta ou à fragilidade estrutural de algumas amostras, limitações também reportadas em outros estudos envolvendo nanofibras de PCL (Woodruff; Hutmacher, 2010).

Os resultados obtidos estão em consonância com a literatura sobre nanomateriais poliméricos, que apresenta tensões variando entre 1 a 5 MPa e deformações entre 10 a 50%, sendo estes valores adequados para aplicações em engenharia de tecidos e regeneração, em que a prioridade é a topografia e área superficial das nanofibras para interação celular, e não necessariamente elevada resistência mecânica como em filmes ou polímeros Moldados (Feng *et al.*, 2002; Zhu *et al.*, 2017; Wong *et al.*, 2008). Comparativamente, polímeros de PCL na forma convencional podem apresentar tensões na faixa de 20 a 40 MPa e deformações superiores a 400% (Woodruff; Hutmacher, 2010), demonstrando que, embora as

nanofibras apresentem valores menores, suas vantagens estruturais e funcionais compensam essas diferenças, reafirmando a relevância dos resultados obtidos neste estudo.

## 6 CONCLUSÕES

Este trabalho teve como objetivo investigar a influência dos parâmetros de eletrofiação na morfologia e nas propriedades mecânicas de nanofibras de PCL produzidas a partir de soluções poliméricas em diferentes concentrações, tensões elétricas, rotações de coletor e vazões de alimentação. A partir dos resultados obtidos, constatou-se que a concentração da solução exerce influência determinante na estabilidade do jato e na qualidade das fibras formadas. As soluções a 13% (m/v) apresentaram maior viscosidade, resultando em fibras mais contínuas, com menor presença de *beads* e diâmetros médios mais reduzidos, conforme relatado por Li e Xia (2004) e Qin e Wu (2011), enquanto soluções de 10% (m/v) apresentaram maior quantidade de defeitos globulares devido à baixa coesão molecular (Doshi; Reneker, 1995; Reneker; Chun, 1996).

Verificou-se também que o aumento da tensão elétrica de 21 kV para 25 kV promoveu maior alongamento do jato polimérico, originando fibras com menores diâmetros e maior uniformidade, corroborando os estudos clássicos de Taylor (1964) e Zeleny (1914), além de recentes revisões que associam tensões mais elevadas ao alongamento eficiente do jato (Sharma *et al.*, 2015; Bhardwaj; Kundu, 2010). Em relação à rotação do coletor, observou-se que o aumento de 600 rpm para 1000 rpm tendeu a reduzir os diâmetros médios das fibras, embora esse efeito tenha sido dependente das condições de concentração e vazão, evidenciando a necessidade de avaliação multivariada para otimização completa do processo (Ramakrishna *et al.*, 2005; Nezarati *et al.*, 2013).

Nas análises de propriedades mecânicas, os ensaios demonstraram tensões variando entre  $0,63 \pm 0,15$  MPa e  $4,83 \pm 3,17$  MPa, e deformações de  $6,1 \pm 1,5\%$  a  $44,1 \pm 22,3\%$ , compatíveis com valores descritos na literatura para nanofibras de PCL (Feng *et al.*, 2002; Zhu *et al.*, 2017; Wong *et al.*, 2008). Comparando-se aos valores de polímeros de PCL na forma convencional, que apresentam tensões de 20 a 40 MPa e alongamentos superiores a 400% (Woodruff; Hutmacher, 2010), verifica-se que as nanofibras possuem resistência menor, porém com vantagens estruturais e funcionais relevantes, como alta área superficial, porosidade e topografia favorável para interação celular (Agrawal *et al.*, 2018).

Os dados também indicaram que a maior concentração, combinada com tensão elétrica mais elevada, favoreceu o aumento de resistência e deformação das

mantas, como evidenciado nos resultados da amostra 14, sugerindo que essa combinação é promissora para aplicações que demandem maior desempenho estrutural (Wong *et al.*, 2008; Beachley; Wen, 2009). Ressalta-se, contudo, que algumas amostras não apresentaram coesão estrutural suficiente para serem analisadas em triplicata, limitação também apontada em estudos com nanofibras de PCL devido à sua alta fragilidade (Woodruff; Hutmacher, 2010).

Em síntese, os achados deste estudo confirmam que a otimização integrada dos parâmetros de concentração, tensão, vazão e rotação é essencial para produção de nanofibras de PCL com morfologia controlada, alta uniformidade e propriedades mecânicas compatíveis com aplicações biomédicas, especialmente em engenharia de tecidos e sistemas de liberação controlada. Futuras pesquisas devem explorar a interação multivariada completa desses fatores, além de investigar a incorporação de aditivos ou blendas que possam ampliar as propriedades funcionais e mecânicas das mantas produzidas, consolidando o potencial do PCL como biomaterial promissor.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABEDALWAFI, M. et al. **Review on polymeric, ceramic and composite materials for bone tissue engineering.** *Materials Science and Engineering: C*, v. 33, n. 8, p. 4398-4412, 2013.
- ADOMAVIČIŪTĖ, E.; MILAŠIUS, R. **Investigation on the morphology of electrospun PCL nanofibers.** *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, v. 15, n. 5-6, p. 63-65, 2007.
- AGARWAL, S. et al. **Functional materials by electrospinning of polymers.** *Progress in Polymer Science*, v. 38, n. 6, p. 963-991, 2013.
- AGRAWAL, P. et al. **Novel blowspun nanobioactive glass doped polycaprolactone/silk fibroin composite nanofibrous scaffold with enhanced osteogenic property for bone tissue engineering.** *Fibers and Polymers*, 19(12), 2465–2477, 2018.
- ALVES, N. M. et al. **Surface modification and characterization of biodegradable polyesters by alkaline hydrolysis.** *European Polymer Journal*, v. 44, n. 7, p. 2462-2472, 2008.
- AMASS, W. et al. **A review of biodegradable polymers: uses, current developments in the synthesis and characterization of biodegradable polyesters, blends of biodegradable polyesters and recent advances in biodegradation studies.** *Polymer International*, v. 47, n. 2, p. 89-144, 1998.
- AMAYA, C. A. et al. **Electrospinning of biodegradable nanofibers for drug delivery applications.** *International Journal of Nanomedicine*, v. 14, p. 10095-10117, 2019.
- ANDRADY, A. L. **Science and technology of polymer nanofibers.** John Wiley & Sons, 2008.
- ASGHARI, F. et al. **Electrospun polycaprolactone-based scaffolds for tissue engineering applications: A review.** *International Journal of Polymeric Materials and Polymeric Biomaterials*, v. 66, n. 2, p. 1-14, 2017.
- BEACHELY, B. L.; WEN, X. **Effect of electrospinning parameters on the nanofiber diameter and mechanical properties of electrospun polycaprolactone.** *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, 9999B, 1–8, 2009.
- BHARDWAJ, N.; KUNDU, S. C. **Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique.** *Biotechnology Advances*, v. 28, n. 3, p. 325-347, 2010.
- BHARDWAJ, N.; KUNDU, S. C. **Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique.** *Biotechnology Advances*, v. 28, n. 3, p. 325-347, 2010.
- BORDES, P. et al. **Polymer–clay nanocomposites: From fundamental research to specific applications.** *Materials Science and Engineering: R: Reports*, v. 63, n. 3,

p. 100-125, 2009.

CERBINO, R.; PEDRO, L. **Nanofibras poliméricas: obtenção e aplicações.** *Revista Virtual de Química*, v. 5, n. 6, p. 1229-1248, 2013.

CHRONAKIS, I. S. **Novel nanocomposites and nanoceramics based on polymer nanofibers using electrospinning process – A review.** *Journal of Materials Processing Technology*, v. 167, n. 2-3, p. 283-293, 2005.

CIPITRIA, A. et al. **Design, fabrication and characterization of PCL electrospun scaffolds—a review.** *Journal of Materials Chemistry*, v. 21, n. 26, p. 9419-9453, 2011.

COSTA, R. G. F. et al. **Eletrofição de Polímeros em Solução: Parte II: Aplicações e Perspectivas.** *Polímeros*, v. 22, n. 3, p. 178-185, 2012.

DOSHI, J.; RENEKER, D. H. **Electrospinning process and applications of electrospun fibers.** *Journal of Electrostatics*, v. 35, n. 2-3, p. 151-160, 1995.  
EATEMADI, A. et al. **Biomedical applications of polymeric nanofibers.** *Drug Research*, v. 66, n. 3, p. 111-121, 2016.

FENG, C. **Electrospun polymeric nanofibers and their applications in tissue engineering.** *Biotechnology Advances*, v. 28, n. 1, p. 20-25, 2002.

GIL-CASTELL, O. et al. **Electrospinning of poly( $\epsilon$ -caprolactone) nanofibers reinforced with sepiolite nanoclay.** *Composites Science and Technology*, v. 144, p. 75-82, 2017.

GOES, A. M. et al. **Nanotechnology in tissue engineering: From basic research to clinical applications.** *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine*, v. 8, n. 5, p. 803-814, 2012.

GRUMEZESCU, A. M.; GRUMEZESCU, V. **Nanostructures for Drug Delivery.** Elsevier, 2019.

HAGHI, A. K.; AKBARI, M. **Trends in electrospinning of natural nanofibers.** *Research Journal of Textile and Apparel*, v. 11, n. 1, p. 42-53, 2007.

HONG, K. H.; KIM, S. H. **Preparation and properties of electrospun poly( $\epsilon$ -caprolactone) nanofiber webs containing silver nanoparticles.** *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, v. 49, n. 22, p. 1555-1562, 2011.

HU, X. et al. **Electrospinning of polymeric nanofibers for drug delivery applications.** *Journal of Controlled Release*, v. 185, p. 12-21, 2014.

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

JANJIC, K. et al. **Electrospun nanofibers for different biomedical applications: A review.** *Nanomaterials*, v. 7, n. 10, p. 1-17, 2017.

JELLINEK, H. H. G.; KACHI, M. **Molecular structure and properties of polymers. VI. Thermal analysis of polycaprolactone.** *Journal of Macromolecular Science, Part B: Physics*, v. 26, n. 1, p. 45-56, 1989.

JI, W. et al. **Electrospun three-dimensional hyaluronic acid nanofibrous scaffolds.** *Biomaterials*, v. 31, n. 8, p. 2310-2317, 2010.

JONES, D. S. **Pharmaceutical applications of polymers for drug delivery.** *Drug Development and Industrial Pharmacy*, v. 30, n. 10, p. 1019-1031, 2004.

KUMAR, Abhishek; MISHRA, Ritesh; CHOUDHURY, Suprotik. **Electrospinning of polymeric nanofibers for drug delivery applications.** *International Journal of Pharmaceutics*, v. 475, n. 1-2, p. 324-341, 2014.

LEVITT, J. et al. **Fabrication of polymer nanofiber yarns and woven textiles for biomedical applications.** *Advanced Healthcare Materials*, 6(15), 1601010, 2017.  
LI, D.;

McCANN, J. T. et al. **Electrospinning of nanofibers with core-shell or hollow structures.** *Journal of the American Chemical Society*, v. 127, n. 19, p. 7128-7129, 2005.

MERCANTE, Luiza A. et al. **Eletrofiação: parâmetro e configurações de sistema, tipos de fibras e métodos de modificação.** In:

MERLINI, L. **Nanofibras poliméricas: tecnologias de produção, caracterização e aplicações.** Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2014.

MOSES, L. D.; GREGORY, L. N.; MICHAEL, B. **Electrospun nanofibers and their applications.** *Polymer Reviews*, v. 41, n. 2, p. 131-160, 2001.

**Nanofibras poliméricas: tecnologias de produção, caracterização e aplicações.** Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2014.

NGUYEN, T. U. et al. **Electrospun polycaprolactone microtube array membranes for tissue engineering applications.** *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, v. 101, n. 9, p. 2525-2535, 2013.

NISTA, S. V. et al. **Electrospun nanofibers for biomedical and healthcare applications.** *Journal of Biomedical Nanotechnology*, v. 8, n. 6, p. 1-15, 2012.

PAPENBURG, B. J. et al. **Electrospun scaffolds for small diameter blood vessels: development of a vascular graft.** *Tissue Engineering Part A*, v. 17, n. 1-2, p. 43-51, 2011.

- PAPENBURG, B. J. et al. **Electrospun scaffolds for small diameter blood vessels: development of a vascular graft.** *Tissue Engineering Part A*, v. 17, n. 1-2, p. 43-51, 2011.
- PHAM, Q. P.; SHARMA, U.; MIKOS, A. G. **Electrospinning of polymeric nanofibers for tissue engineering applications: A review.** *Tissue Engineering*, v. 12, n. 5, p. 1197-1211, 2006.
- PICCIANI, P. H. S. et al. **Preparation and characterization of biodegradable nanofibers of poly( $\epsilon$ -caprolactone) and poly(lactic acid) blends.** *Materials Research*, v. 12, n. 3, p. 373-376, 2009.
- Pokropivny, V. V.; Skorokhod, V. V. **Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures**, 2008, 40, 2521.
- PORTER, J. R.; HENSON, A.; POPAT, K. C. **Biodegradable polycaprolactone nanofibers with grafted hydroxyapatite nanoparticles for bone tissue engineering.** *Biomaterials*, v. 30, n. 15, p. 3094-3101, 2009.
- PUTTI, M. et al. **Electrospun polycaprolactone nanofiber scaffolds for tissue engineering applications.** *Journal of Applied Polymer Science*, v. 132, n. 24, p. 42135, 2015.
- QIN, X.; WU, D. **Effect of different solvents on polycaprolactone (PCL) electrospun nonwoven membranes.** *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, v. 24, n. 5, p. 623-635, 2011.
- RAMAKRISHNA, S. et al. **An introduction to electrospinning and nanofibers.** World Scientific, 2005.
- RENEKER, D. H.; CHUN, I. **Nanometre diameter fibres of polymer, produced by electrospinning.** *Nanotechnology*, v. 7, n. 3, p. 216, 1996.
- RODRIGUES, B. V. M. et al. (Org.). **Eletrofição e nanofibras: fundamentos e aplicações.** [S.l.]: Editora Atena, 2022. Cap. 2. DOI: 10.22533/at.ed.5282313122.
- SADATMOUSAVI, A.; MAMO, T.; CHEN, M. **Electrospun nanofibers for drug delivery.** *Journal of Biomaterials and Nanobiotechnology*, v. 3, n. 4, p. 495-502, 2012.
- SANTOS, D. M. dos; CORREA, D. S.; MEDEIROS, E. S.; OLIVEIRA, J. E.; MATTOSO, L. H. C. **ACS Applied Materials & Interfaces**, v. 12, p. 45673-45680, 2020.
- SASMAZEL, H. A. **Preparation and characterization of antibacterial electrospun nanofibers from polycaprolactone containing silver nitrate for wound healing.** *Journal of Applied Polymer Science*, v. 110, n. 1, p. 104-117, 2008.
- SCHUEREN, L. et al. **Electrospinning PCL nanofibers: A review on the effect of experimental parameters.** *Fibers and Polymers*, v. 12, n. 5, p. 623-633, 2011.

SHARMA, C. et al. **Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique.** *Biotechnology Advances*, v. 33, n. 8, p. 1850-1862, 2015.

SILL, T. J.; RECUM, H. A. **Electrospinning: Applications in drug delivery and tissue engineering.** *Biomaterials*, v. 29, n. 13, p. 1989-2006, 2008.

SINHA, V. R. et al. **Poly- $\epsilon$ -caprolactone microspheres and nanospheres: an overview.** *International Journal of Pharmaceutics*, v. 278, n. 1, p. 1-23, 2004.

STEYAERT, I. et al. **Effect of fiber diameter on the mechanical properties of electrospun polycaprolactone scaffolds.** *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, 101(7), 1231–1239, 2013.

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

THAKKAR, K. N.; MISRA, M. **Electrospun polymeric nanofibers: new horizons in drug delivery.** *European Journal of Pharmaceutical Sciences*, v. 107, p. 148-167, 2017.

Tomihata, K., Ikada, Y.; Cross-linking of gelatin with carbodiimides. *Tissue Eng.* 1996, 2(4), 307-313

WANG, Y. et al. **Electrospinning of silk fibroin and poly(L-lactic acid) blends for tissue engineering scaffolds.** *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 100A(4), 976–982, 2013

WENDORFF, J. H.; AGARWAL, S.; GREINER, A. **Electrospinning: materials, processing, and applications.** Wiley-VCH, 2012.

WONG, S. C. et al. **Mechanical behavior and fracture of polycaprolactone electrospun nanofiber mats.** *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, 46(12), 1342–1351, 2008.

WOODRUFF, M. A.; HUTMACHER, D. W. **The return of a forgotten polymer—Polycaprolactone in the 21st century.** *Progress in Polymer Science*, v. 35, n. 10, p. 1217-1256, 2010.

XIA, Y. **Electrospinning of nanofibers: reinventing the wheel?** *Advanced Materials*, v. 16, n. 14, p. 1151-1170, 2004.

XUE, J. et al. **Recent advances in electrospinning of nanofibers for biomedical applications.** *Nanoscale Research Letters*, v. 14, n. 1, p. 1-21, 2019.

YAN, X. **Electrospinning of polymeric nanofibers for tissue engineering.** *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, v. 12, n. 1, p. 1-7, 2012.

ZELENY, J. **The electrical discharge from liquid points, and a hydrostatic method of measuring the electric intensity at their surfaces.** *Physical Review*, v. 3, n. 2, p. 69, 1914.

ZHAI, X. et al. **Electrospinning of polycaprolactone scaffolds with improved mechanical properties and cell infiltration capability for skin tissue engineering.** *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, v. 176, p. 538-546, 2019.

ZHANG, Y. et al. **Electrospun nanofibrous scaffolds for tissue engineering and drug delivery.** *Science and Technology of Advanced Materials*, v. 6, n. 7-8, p. 678-686, 2005.

ZHENG, Y. et al. **Recent advances in electrospun nanofibers for tissue engineering.** *Journal of Nanomaterials*, v. 2025, art. 881234, 2025.

ZHU, Y. et al. **Electrospun nanofibers for tissue engineering applications.** *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, v. 17, n. 10, p. 1-18, 2017.

ZILIANG, Li et al. Recent advances in one-dimensional electrospun semiconductor nanostructures for UV photodetector applications: A review. **Journal Of Alloys And Compounds.** Liaocheng, p. 2-14. mar. 2023