



UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS
FACULDADE DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS
MESTRADO ACADÊMICO

CÉLIO DOS SANTOS ALMEIDA

**PREPARAÇÃO DE MEMBRANAS DE POLIESTIRENO EXPANDIDO
SULFONADO PARA REMOÇÃO DE METAIS PESADOS**

MANAUS-AM
2026

CÉLIO DOS SANTOS ALMEIDA

**PREPARAÇÃO DE MEMBRANAS DE POLIESTIRENO EXPANDIDO
SULFONADO PARA REMOÇÃO DE METAIS PESADOS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, da Universidade Federal do Amazonas como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Marcos Marques da Silva Paula - UFAM
Coorientador: Prof. Dr. Guilherme Mariz de Oliveira Barra - UFSC

MANAUS-AM
2026

Ficha Catalográfica

Elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

A447p Almeida, Célio dos Santos
Preparação de membranas de poliestireno expandido sulfonado para
remoção de metais pesados / Célio dos Santos Almeida. - 2026.
88 f. : il., p&b. ; 31 cm.

Orientador(a): Marcos Marques da Silva Paula.
Coorientador(a): Guilherme Mariz de Oliveira Barra.
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal do Amazonas, Programa
de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Manaus, 2026.

1. Poliestireno sulfonado. 2. Eletrofiliação. 3. Sulfonação. 4. Adsorção de
metais. I. Paula, Marcos Marques da Silva. II. Barra, Guilherme Mariz de
Oliveira. III. Universidade Federal do Amazonas. Programa de Pós-
Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. IV. Título

CÉLIO DOS SANTOS ALMEIDA

**PREPARAÇÃO DE MEMBRANAS DE POLIESTIRENO EXPANDIDO
SULFONADO PARA REMOÇÃO DE METAIS PESADOS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, da Universidade Federal do Amazonas como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Aprovado em 25/02/2026.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Marcos Marques da Silva Paula
Orientador e Presidente da banca (UFAM)

Prof. Dr. Sérgio Michielon de Souza
Universidade Federal do Amazonas (UFAM)

Prof. Dr. Rafael Bianchini Nuernberg
Institute of Condensed Matter Chemistry of Bordeaux (ICMCB)

MANAUS-AM
2026

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha família, em especial à minha avó, Maria Rita, pelo apoio incondicional e pelos esforços constantes ao longo de minha trajetória, que tornaram possível a realização dos meus estudos.

AGRADECIMENTOS

Ao Altíssimo Deus, pelo dom da vida e pelas bênçãos concedidas, guiando meus passos e fortalecendo-me nos momentos desafiadores, que contribuíram para meu crescimento e amadurecimento.

À Universidade Federal do Amazonas (UFAM), pela oportunidade de formação acadêmica e pelo ambiente institucional que possibilitou o desenvolvimento desta pesquisa.

Ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM), pela excelência acadêmica e pela contribuição significativa para meu aprimoramento científico.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Amazonas (FAPEAM), pelo apoio técnico e financeiro, fundamentais para a realização desta pesquisa.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pelo apoio institucional à pós-graduação (PPGCEM).

Ao meu orientador, Prof. Dr. Marcos Marques, pela orientação, confiança depositada e ensinamentos que demonstraram ser possível fazer ciência com rigor, criatividade e compromisso, mesmo diante de recursos limitados.

Aos laboratórios LAMAN, NANOPOL, LABMAT, LAPEC, à Central Analítica do IFAM, ao LAMESP e ao CMABIO/UEA, pelo suporte técnico essencial para o desenvolvimento experimental deste trabalho, bem como à Polícia Federal - Superintendência do Amazonas, pela colaboração nas etapas de investigação e identificação dos elementos químicos centrais deste estudo.

À minha família, deixo registrada minha gratidão, em especial à minha avó e mãe criadora, Maria Rita, pelo amor, educação e apoio incondicional ao longo de toda a minha trajetória. À minha mãe, Iones Maria, pela dádiva da vida. Aos meus tios, Elcivan Santos e Raiones Santos, pelo constante apoio e incentivo. À minha amada, Thalita Thaila, pelo carinho, paciência e apoio fundamentais durante esta jornada. Aos meus amigos, Dartaguinan Góes e Victor Nunes, pelo apoio, incentivo e valiosa colaboração ao longo desta trajetória acadêmica.

Aos meus colegas da UFAM e do mestrado, pelo companheirismo e apoio mútuo essencial ao avanço desta pesquisa, especialmente aqueles que integram os respectivos laboratórios envolvidos.

RESUMO

O poliestireno expandido (EPS), conhecido como isopor, é amplamente utilizado em embalagens descartáveis e no isolamento térmico. Entretanto, sua baixa biodegradabilidade, aliada à gestão inadequada dos resíduos, confere ao material elevado potencial de impacto ambiental no Brasil, o que demanda a adoção de estratégias de reciclagem e valorização. Este estudo objetivou reaproveitar resíduos de EPS pós-consumo para a preparação de membranas eletrofiadas de poliestireno sulfonado, visando a remoção de íons metálicos. A metodologia compreendeu a coleta e pré-tratamento de bandejas descartáveis, seguidos de modificação química por sulfonação e processamento por eletrofiação, realizada sob diferentes condições operacionais. As membranas foram caracterizadas antes e após a sulfonação por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), Difração de Raios X (DRX), Análise Termogravimétrica (TGA) e medidas de ângulo de contato. A capacidade de adsorção para íons Fe^{3+} e Co^{2+} foi avaliada em sistema de filtração por percolação, com monitoramento por espectroscopia UV-Vis e quantificação dos íons remanescentes por Fluorescência de Raios X (FRX). Os resultados revelaram fibras com morfologia microporosa favorável à adsorção e aumento da área superficial decorrente da eletrofiação. A incorporação dos grupos sulfônicos foi confirmada por bandas características no FTIR em 3347, 1185 e 1051 cm^{-1} e por TGA, que indicou um grau de sulfonação de 13,9%. A análise por DRX confirmou que a estrutura do polímero permaneceu predominantemente amorfa após a sulfonação. Observou-se um aumento da afinidade com a água pela redução do ângulo de contato, embora o caráter hidrofóbico tenha persistido. A eficiência de adsorção para o íon Fe^{3+} atingiu 84,5% após dois ciclos sucessivos, enquanto para o íon Co^{2+} foi de 55,33% no primeiro ciclo, não sendo observada remoção adicional no segundo ciclo. Conclui-se que a reciclagem de EPS via sulfonação e eletrofiação é uma estratégia sustentável e tecnicamente viável, resultando em membranas funcionais eficientes para a remoção de metais pesados em processos de filtração.

Palavras-chave: Poliestireno sulfonado. Eletrofiação. Sulfonação. Adsorção de metais.

ABSTRACT

Expanded polystyrene (EPS), commonly known as Styrofoam, is widely used in disposable packaging and thermal insulation applications. However, its low biodegradability, combined with inadequate waste management, confers a high potential for environmental impact in Brazil, thereby necessitating the adoption of recycling and valorization strategies. This study aimed to reuse post-consumer EPS waste for the preparation of electrospun sulfonated polystyrene membranes targeting the removal of metal ions. The methodology involved the collection and pre-treatment of disposable trays, followed by chemical modification through sulfonation and processing via electrospinning under different operational conditions. The membranes were characterized before and after sulfonation using Scanning Electron Microscopy (SEM), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), X-ray Diffraction (XRD), Thermogravimetric Analysis (TGA), and contact angle measurements. The adsorption capacity for Fe^{3+} and Co^{2+} ions was evaluated in a percolation-based filtration system, with monitoring by UV-Vis spectroscopy and quantification of residual ions by X-ray Fluorescence (XRF). The results revealed fibers with a microporous morphology favorable for adsorption and an increase in surface area resulting from the electrospinning process. The incorporation of sulfonic groups was confirmed by characteristic FTIR bands at 3347, 1185 and 1051 cm^{-1} , as well as by TGA, which indicated a sulfonation degree of 13.9%. XRD analysis confirmed that the polymer structure remained predominantly amorphous after sulfonation. An increase in water affinity was observed due to a reduction in the contact angle, although the hydrophobic character persisted. The adsorption efficiency for the Fe^{3+} ion reached 84.5% after two successive cycles, whereas for the Co^{2+} ion it was 55.33% in the first cycle, with no additional removal observed in the second cycle. It is concluded that EPS recycling via sulfonation and electrospinning is a sustainable and technically viable strategy, resulting in functional membranes that are effective for the removal of heavy metals in filtration processes.

Keywords: Sulfonated polystyrene. Electrospinning. Sulfonation. Metal adsorption.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Representação esquemática do processo de eletrofiação para a formação de fibras poliméricas ultrafinas.	19
Figura 2 - Configurações do sistema de eletrofiação na orientação horizontal: A) Sistema com coletor plano; B) Sistema com coletor cilíndrico rotativo.....	21
Figura 3 - Configurações do sistema de eletrofiação na orientação vertical: A) sistema com coletor plano; B) Sistema com coletor cilíndrico rotativo.....	22
Figura 4 - Estágios sequenciais da ejeção (extrusão) da solução polimérica e formação do cone de Taylor sob aplicação do campo elétrico.	24
Figura 5 - Estrutura química do monômero de estireno e do respectivo mero da cadeia polimérica.	29
Figura 6 - Representação estrutural das taticidades do poliestireno: A) Poliestireno atático; B) Poliestireno sindiotático; C) Poliestireno isotático.....	30
Figura 7 - Estrutura química do poliestireno sulfonado (SPS), ilustrando a inserção de grupo sulfônico ($-\text{SO}_3\text{H}$) na posição <i>para</i> do anel benzênico.....	32
Figura 8 - Reações químicas para a sulfonação do poliestireno utilizando acetilsulfato: A) Síntese do agente sulfonante <i>in situ</i> ; B) Mecanismo resumido da sulfonação.....	37
Figura 9 - Representação esquemática do mecanismo de remoção de íons cobalto (Co^{2+}) por troca iônica, utilizando membrana de poliestireno sulfonado como adsorvente.....	39
Figura 10 - Fluxograma resumido das etapas de preparação e caracterização das membranas eletrofiadas de EPSS residuário, abrangendo desde a coleta de resíduos até a avaliação do desempenho.	41
Figura 11 - Coleta seletiva de bandejas de EPS descartáveis em lixeiras: A) Coletor de plástico; B) Coleta; C) Lavagem; D) EPS fragmentado.	42
Figura 12 - Preparação do agente sulfonante (acetilsulfato) realizado em capela.	43
Figura 13 - Sulfonação homogênea realizada com acetilsulfato em banho de gelo ($5\text{ }^{\circ}\text{C}$): A) Solubilização em diclorometano; B) Antes da adição do acetilsulfato; C) Após a adição do acetilsulfato.....	44
Figura 14 - Obtenção do EPS sulfonado: A) Após a adição da solução em água gelada; B) Precipitação do polímero; C) Filtração do precipitado; D) EPS sulfonado seco.....	45

Figura 15 - Preparação das soluções poliméricas de poliestireno (PS) virgem e poliestireno expandido (EPS) residual (nas formas sulfonada e não sulfonada).	46
Figura 16 - Representação do sistema de eletrofiliação utilizado nos experimentos para a preparação de membranas poliméricas.	47
Figura 17 - Configuração do sistema de filtração utilizado para a avaliação da eficiência de adsorção de íons metálicos pela membrana sulfonada.	50
Figura 18 - Soluções concentradas e padrões utilizadas para construção da curva padrão: A) Cloreto de ferro III; B) Cloreto de cobalto II.	51
Figura 19 - Micrografias MEV da membrana de EPS não sulfonada, em diferentes ampliações: A) 100x; B) 500x; C) 2.000x; D) 20.000x.	54
Figura 20 - Histograma da distribuição do diâmetro das fibras da membrana de EPS não sulfonada, baseado na análise de 100 fibras selecionadas de forma aleatória.	54
Figura 21 - Micrografias MEV da membrana de EPS sulfonado, em diferentes ampliações: A) 100x; B) 500x; C) 2.000x; D) 20.000x.	56
Figura 22 - Histograma da distribuição do diâmetro das fibras da membrana de EPS sulfonada, obtido a partir da análise de 100 fibras selecionadas aleatoriamente.	56
Figura 23 - Espectros de FTIR-ATR antes e após o processamento por eletrofiliação: A) EPS residual; B) PS (virgem).	58
Figura 24 - Espectros de FTIR-ATR das membranas de sulfonadas via rota heterogênea por imersão em ácido sulfúrico (20%) em diferentes tempos.	60
Figura 25 - Espectros de FTIR-ATR do EPS sulfonado via rota homogênea em diferentes condições de tempo (1h e 2h) e temperatura (4 °C e 40 °C).	61
Figura 26 - Espectros de FTIR-ATR do EPSS e da membrana sulfonada (blenda) confirmando a preservação dos grupos funcionais.	62
Figura 27 - Difrátogramas de Raios X (DRX) das membranas de EPS puro e blenda sulfonada, evidenciando a manutenção do arranjo molecular amorfo.	63
Figura 28 - Curvas termogravimétricas (TGA) e a derivada da perda de massa (DTG) em função da temperatura: A) Membrana não sulfonada; B) Membrana sulfonada.	64
Figura 29 - Medidas de ângulo de contato da gota de água na superfície da membrana de EPS não sulfonada: A) Tempo inicial; B) Após 7 minutos de contato.	67
Figura 30 - Medidas de ângulo de contato da gota de água na superfície da membrana de EPS sulfonada: A) Tempo inicial; B) Após 7 minutos de contato.	68

Figura 31 - Espectros de absorção UV-Vis da solução de cloreto de ferro (III) antes da filtração e após a primeira e a segunda etapas de filtração pela membrana.	70
Figura 32 - Curva padrão da solução de cloreto de ferro (III) obtida por espectroscopia de absorção UV-Vis em 400 nm.	72
Figura 33 - Espectros de absorção UV-Vis da solução de cloreto de cobalto (II) antes da filtração e após etapas de filtração pela membrana.	73
Figura 34 - Curva padrão da solução de cloreto de cobalto (II) obtida por espectroscopia de absorção UV-Vis em 510 nm.	74

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Influência dos parâmetros da eletrofiação e seus principais efeitos sobre a morfologia das fibras.....	25
Tabela 2 - Metodologias, condições de sulfonação e aplicações do poliestireno sulfonado...34	
Tabela 3 - Condições de preparo do poliestireno expandido sulfonado e das blendas.....	46
Tabela 4 - Definição dos parâmetros para a eletrofiação das soluções.	47
Tabela 5 - Parâmetros de diluição para as curvas padrão (FeCl ₃ e CoCl ₂).....	51
Tabela 6 - Avaliação da solubilização e eletrofiação das blendas sulfonadas e dos polímeros puros.	52
Tabela 7 - Bandas de absorção no espectro de infravermelho (FTIR-ATR) e modos vibracionais do poliestireno (EPS/PS).	59
Tabela 8 - Bandas características introduzidas pela sulfonação.	62
Tabela 9 - Resumo comparativo do desempenho de adsorção por ciclo (Fe ³⁺ vs Co ²⁺).	74
Tabela 10 - Composição elementar (% m/m) das membranas de EPS pura e sulfonada, antes e após a adsorção de íons Fe ³⁺ e Co ²⁺ , determinada por FRX.	75

LISTA DE SIGLAS

CMABIO	Centro Multiusuário para Análise de Fenômenos Biomédicos
DCM	Diclorometano
DMF	N,N-dimetilformamida
DRX	Difração de Raios X
DS	<i>Degree of Sulfonation</i> (Grau de sulfonação)
EPS	<i>Expanded Polystyrene</i> (Poliestireno expandido)
EPSS	<i>Sulfonated expanded polystyrene</i> (Poliestireno expandido sulfonado)
FRX	Fluorescência de Raios X
FTIR	Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier
LAMAN	Laboratório de Materiais Nanoparticulados
LAMESP	Laboratório de Métodos Espectroscópicos
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NANOPOL	Laboratório de Materiais de Polímeros Nanoestruturados
PS	<i>Polystyrene</i> (Poliestireno)
RSU	Resíduos sólidos urbanos
TGA	Análise Termogravimétrica
UEA	Universidade do Estado do Amazonas
UFAM	Universidade Federal do Amazonas
UV-Vis	<i>Ultraviolet-Visible Spectrophotometry</i> (Espectrofotometria de absorção ultravioleta-visível)

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2 OBJETIVO	17
2.1 Objetivo Geral	17
2.2 Objetivos específicos	17
3 REFERENCIAL TEÓRICO	18
3.1 Polímeros e materiais poliméricos.....	18
3.2 Técnica de processamento (Eletrofiação).....	19
3.2.1 Componentes do sistema	21
3.2.2 Características da solução polimérica	22
3.2.3 Formação e princípio da eletrofiação	23
3.2.4 Fatores que influenciam o processo de eletrofiação	24
3.2.4.1 Parâmetros do processo.....	26
3.2.4.2 Parâmetros de solução.....	26
3.2.4.3 Parâmetros ambientais	27
3.3 Poliestireno e suas características.....	28
3.3.1 Tipos de poliestireno.....	30
3.3.1.1 Poliestireno de uso geral (GPPS).....	31
3.3.1.2 Poliestireno orientado (OPS).....	31
3.3.1.3 Poliestireno expandido (EPS).....	31
3.4 Sulfonação do poliestireno	32
3.5 Remoção de metais pesados	37
4 MATERIAIS E MÉTODOS	41
4.1 Materiais (reagentes e equipamentos)	41
4.2 Fluxograma.....	41
4.3 Pré-tratamento do EPS residual.....	42
4.4 Modificação Química: Síntese do polímero sulfonado	42
4.4.1 Preparação dos agentes sulfonantes.....	43
4.4.2 Rota heterogênea: Sulfonação por imersão.....	43
4.4.3 Rota homogênea: Sulfonação em solução	44
4.5 Preparação das soluções poliméricas.....	45

4.6 Eletrofiação e preparação das membranas.....	46
4.7 Técnicas de caracterização	48
4.7.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	48
4.7.2 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	48
4.7.3 Difração de Raios X (DRX).....	49
4.7.4 Análise Termogravimétrica (TGA)	49
4.7.5 Ângulo de contato	49
4.7.6 Avaliação da eficiência na remoção de íons metálicos	50
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	52
5.1 Avaliação preliminar: Estabilidade reológica e parâmetros de eletrofiação	52
5.2 Análise morfológica e distribuição de diâmetros das fibras.....	53
5.3 Caracterização Química por FTIR.....	57
5.3.1 Membranas não sulfonadas (PS e EPS)	57
5.3.2 Confirmação de grupos sulfônicos	59
5.3.2.1 Sulfonação por imersão em ácido sulfúrico	59
5.3.2.2 Sulfonação homogênea com acetilsulfato.....	60
5.4 Análise da organização estrutural e arranjo molecular por DRX.....	62
5.5 Comportamento e estabilidade térmica das membranas.....	64
5.6 Análise de molhabilidade e variação do ângulo de contato.....	66
5.7 Avaliação e desempenho da membrana de blenda sulfonada em adsorção iônica.....	69
5.7.1 Adsorção de íons de Ferro (III)	70
5.7.2 Adsorção de íons cobalto (II).....	72
5.7.3 Composição elementar da membrana (FRX).....	75
6 CONCLUSÃO.....	77
REFERÊNCIAS	78

1 INTRODUÇÃO

A gestão dos resíduos sólidos urbanos (RSU) configura um dos desafios ambientais mais complexos da atualidade, sendo agravado pela baixa consciência ambiental, urbanização acelerada, crescimento populacional e intensificação nos padrões de consumo. Como consequência, esses fatores têm contribuído significativamente para o aumento da geração e do acúmulo de resíduos sólidos urbanos e industriais (MOURA et al., 2025).

No Brasil, o cenário é particularmente crítico: estima-se que, em 2022, tenham sido coletadas aproximadamente 76,1 milhões de toneladas de RSU, das quais apenas 1,12 milhão de toneladas foram destinadas à reciclagem. A maior parcela desses resíduos teve destinação inadequada, resultando no acúmulo de passivos ambientais em lixões a céu aberto, aterros controlados ou aterros sanitários (LINO; ISMAIL e CASTAÑEDA-AYARZA, 2023).

Entre os diversos tipos de resíduos, os plásticos têm proeminência por serem materiais poliméricos amplamente utilizados globalmente, em função de sua acessibilidade e versatilidade. Em 2024, a produção global alcançou aproximadamente 500 milhões de toneladas, com projeções indicando que esse volume poderá triplicar até 2060. Contudo, uma parcela significativa desses resíduos ainda não recebe práticas adequadas de gerenciamento após o descarte (KAPOOR e RAFATULLAH, 2025).

Nesse cenário, o poliestireno expandido (EPS), conhecido como isopor, destaca-se pela abundância e baixa biodegradabilidade ambiental (LIMA et al., 2025; REZEKI et al., 2024; ZENNAKI et al., 2024b). Embora seja um material reciclável, o EPS enfrenta entraves econômicos significativos devido à sua baixa densidade, o que eleva os custos operacionais de transporte e armazenamento, frequentemente inviabilizando sua destinação final adequada (BARRERA et al., 2022; VARYAMBATH et al., 2025).

O descarte incorreto desse material intensifica a degradação ambiental, uma vez que sua decomposição e a queima podem liberar gases de efeito estufa, contribuindo para o aquecimento global, além de favorecer a contaminação de corpos hídricos (SAMIR et al., 2022). Paralelamente, a poluição hídrica por metais pesados, elementos persistentes e altamente tóxicos provenientes de atividades industriais, representa uma ameaça significativa à saúde pública e ao equilíbrio ambiental (ZENNAKI et al., 2024b).

Diante da necessidade de estratégias sustentáveis de valorização, a técnica de eletrofiliação emerge como uma abordagem inovadora para converter resíduos de EPS em membranas funcionais de alto desempenho (ARROSYID et al., 2023; REZEKI et al., 2024; WU et al., 2025). Através desse processo, é possível obter membranas com elevada porosidade e área superficial, propriedades ideais para sistemas de filtração.

Para potencializar a eficiência dessas membranas na remoção de contaminantes, a modificação química por sulfonação é empregada para introduzir grupos de ácido sulfônico (SO_3H) na estrutura polimérica. Essa funcionalização confere ao material propriedades hidrofílicas e capacidade de quelação, transformando um resíduo inerte em um adsorvente ativo para íons metálicos (TRAN; HOANG e NGUYEN, 2023).

Apesar dos avanços na remoção de metais pesados utilizando resíduos de poliestireno expandido sulfonado como material adsorvente, são escassos os estudos que integram, de forma específica, o reaproveitamento de EPS residual na produção de membranas sulfonadas obtidas por eletrofiliação para adsorção de metais. Assim, o presente estudo propõe preencher essa lacuna tecnológica, promovendo a valorização do EPS como matéria-prima para o desenvolvimento de sistemas de filtração por membranas mais eficientes. A convergência entre o desafio ambiental associado ao descarte do EPS e a demanda por tratamento de efluentes industriais tóxicos fundamenta a relevância científica, ambiental e tecnológica desta pesquisa, ao converter um passivo ambiental em uma solução funcional para a remoção de metais pesados em soluções aquosas.

2 OBJETIVO

2.1 Objetivo Geral

- Produzir e caracterizar membranas eletrofiadas de poliestireno expandido sulfonado para aplicação como adsorventes funcionais na remoção de íons de metais pesados.

2.2 Objetivos específicos

- Produzir membranas de EPS residual por eletrofiação, otimizando os parâmetros do processo para obter fibras com morfologia controlada e porosidade favorável.
- Funcionalizar quimicamente o EPS residual via sulfonação e avaliar o efeito das variáveis reacionais (tempo, temperatura e agente) sobre o grau de sulfonação (DS).
- Avaliar a eficiência de adsorção das membranas na remoção de íons Fe^{3+} e Co^{2+} , investigando a seletividade e a capacidade de retenção iônica.
- Investigar a relação entre a modificação química e a capacidade de retenção iônica.
- Avaliar a viabilidade técnica da transformação de um passivo ambiental (resíduo plástico) em um nanomaterial funcional de alto valor agregado.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 Polímeros e materiais poliméricos

Os materiais poliméricos são constituídos por polímeros, que são macromoléculas formadas pela repetição de unidades estruturais denominadas meros, unidas predominantemente por ligações covalentes que originam longas cadeias moleculares (AKCELRUD, 2007). Destacam-se por sua acessibilidade, leveza e baixo custo, além da ampla variedade de propriedades que possibilitam aplicações em diferentes setores industriais e tecnológicos. Essas propriedades podem ser ajustadas conforme o tipo de polímero, a técnica e as condições de processamento, adição de cargas ou aditivos e eventuais modificações químicas. Em geral, apresentam propriedades mecânicas e térmicas inferiores às dos metais, cerâmicas e compósitos (BRAZEL e ROSEN, 2012).

As aplicações dos polímeros abrangem diversos setores, incluindo embalagens, construção civil, indústria automotiva, aeroespacial, têxtil, eletrônica, eletrodomésticos e brinquedos, além da produção de revestimento, tintas, adesivos, filmes e espumas (BRAZEL e ROSEN, 2012). O processamento desses materiais pode envolver diferentes técnicas como compressão, transferência, extrusão, injeção, sopro e fundição, geralmente sob altas temperaturas e pressão para moldagem (CALLISTER JÚNIOR e RETHWISCH, 2016).

Os materiais poliméricos classificam-se em plásticos, elastômeros e fibras (CANEVAROLO JÚNIOR, 2006). Os plásticos subdividem-se em termoplásticos e termofixos. Os termoplásticos, como o poliestireno, são de especial interesse por poderem ser fundidos, reciclados e remodelados sem alterações significativas. Em contrapartida, os termofixos, como as resinas fenólicas e epóxis, sofrem reações de cura irreversíveis, formando uma rede tridimensional rígida que dificulta sua reciclagem e remodelagem. Os elastômeros, como a borracha vulcanizada, apresentam alta elasticidade e capacidade de deformação reversível. As fibras, por sua vez, como a poliacrilonitrila (PAN) e os náilons, são termoplásticas com cadeias poliméricas orientadas, obtidas por processo de fiação e alongamento (CANEVAROLO JÚNIOR, 2006).

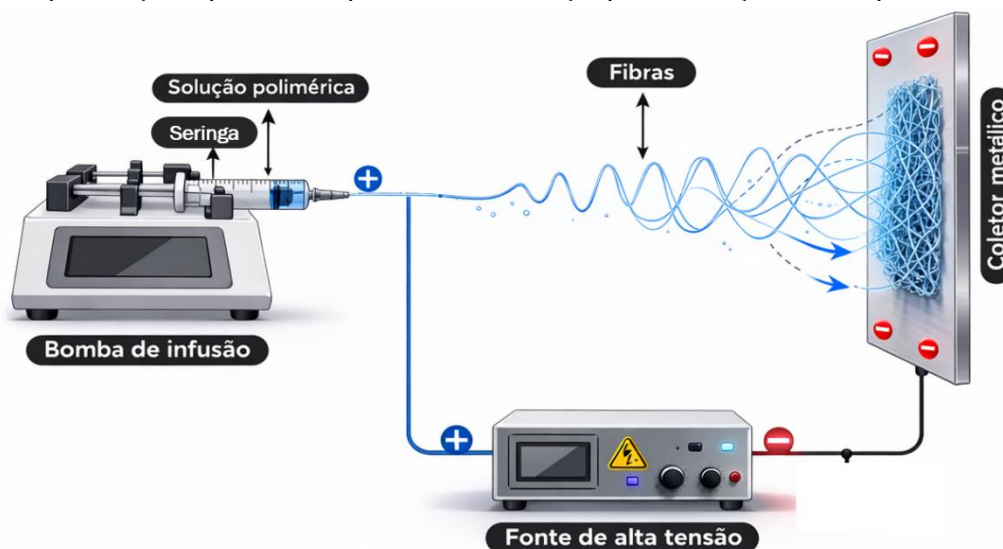
O descarte inadequado de materiais poliméricos, especialmente dos recicláveis, representa um desafio ambiental, o que tem incentivado o desenvolvimento de polímeros biodegradáveis, recicláveis e outras alternativas sustentáveis para reduzir os impactos decorrentes no manejo incorreto desses resíduos (SAMIR et al., 2022).

Neste contexto, o reaproveitamento de resíduos poliméricos, em especial dos termoplásticos, requer o emprego de técnicas de processamento inovadoras e promissoras, capazes de reintroduzi-los no ciclo produtivo com propriedades aprimoradas. A eletrofiação destaca-se como uma dessas abordagens, ao possibilitar a conversão de materiais recicláveis em membranas funcionais para aplicações especializadas, alinhando-se aos princípios de sustentabilidade e valorização de resíduos (RAJAK et al., 2020; WU et al., 2025).

3.2 Técnica de processamento (Eletrofiação)

A eletrofiação, ou *electrospinning*, é uma técnica amplamente utilizada na produção de fibras poliméricas ultrafinas (RAULO et al., 2019; TUAH, CHIN e PANG, 2020). Nesse método, a aplicação de um campo elétrico de alta intensidade induz a ejeção e o estiramento de uma solução polimérica, resultando na formação de fibras que se depositam como membrana sobre uma placa coletora (SINGH; LYE e MIAO, 2021) (Figura 1). O diâmetro das fibras obtidas pode variar de alguns nanômetros até micrômetros, dependendo das condições e parâmetros do processo de eletrofiação (LIANG et al., 2024; NADAF et al., 2022).

Figura 1 - Representação esquemática do processo de eletrofiação para a formação de fibras poliméricas ultrafinas.



Fonte: autor, 2025.

Reconhecida mundialmente, essa técnica conquistou uma ampla visibilidade científica no início do século XXI devido à sua acessibilidade, adaptabilidade e viabilidade na produção de fibras funcionais a partir da utilização de polímeros, copolímeros, blends poliméricas e

compósitos (ARUCHAMY, MAHTO e NATARAJ, 2018; KAILASA et al., 2021; RICCARDIS, 2023; TUAH, CHIN e PANG, 2020). Além disso, sua abordagem permite o controle da microestrutura, do diâmetro e alinhamento das fibras, tornando-a uma ferramenta versátil na produção desses nanomateriais (ESFAHANI et al., 2020; MOHAMMED et al., 2023).

Os avanços no campo da nanotecnologia impulsionaram sua popularidade e intensificaram o desenvolvimento de nanofibras poliméricas multifuncionais com características diferenciadas, ampliando suas aplicações (IBRAHIM et al., 2019; LI et al., 2023). Elas têm sido amplamente utilizadas na liberação controlada de fármacos, entrega de medicamentos, biossensores ultrassônicos para detecção de câncer, curativos, componentes em baterias, terapia fotodinâmica, filtração, regeneração de tecido, vestimentas protetivas, máscaras faciais, imobilização enzimática e sensores de gases (ARUCHAMY, MAHTO e NATARAJ, 2018; NADAF et al., 2022; TANG, HAN e ZHANG, 2021; TANG et al., 2024; RAULO et al., 2019).

Inúmeros estudos sobre a preparação de membranas poliméricas foram conduzidos por meio da técnica de eletrofiação. As pesquisas realizadas alcançaram resultados significativos, trazendo notáveis contribuições que impulsionaram o surgimento de aplicações inovadoras a partir de diversos polímeros funcionalizados (LI et al., 2025).

Um estudo de grande relevância foi desenvolvido por Obaid et al. (2021) usando essa técnica. Os autores produziram membranas de polissulfona (PSf) super-hidrofilicas/subaquáticas e superoleofóbicas revestida com redes metal-fenólicas (MPNs) para filtração de mistura de água-óleo. O nanorevestimento conferiu excelentes propriedades anti-incrustação de óleo e a membrana demonstrou alto desempenho na filtração desses componentes, bem como na separação de emulsões por gravidade, destacando seu potencial para tratamentos de águas oleosas em grande escala.

Outro estudo importante foi conduzido por Tang, Han e Zhang (2021). Os autores produziram membranas híbridas de poliestireno, incorporadas com nanopartículas de sílica. As membranas produzidas apresentaram um excelente desempenho mecânico e eficiência nas filtrações de particulados ultrafinos, evidenciando seu potencial para filtragem de ar.

Baddam, Ijaola e Asmatulu (2021) sintetizaram nanofibras de poliestireno expandido reciclado com excelentes propriedades retardadoras de chama e capacidade de filtração de água,

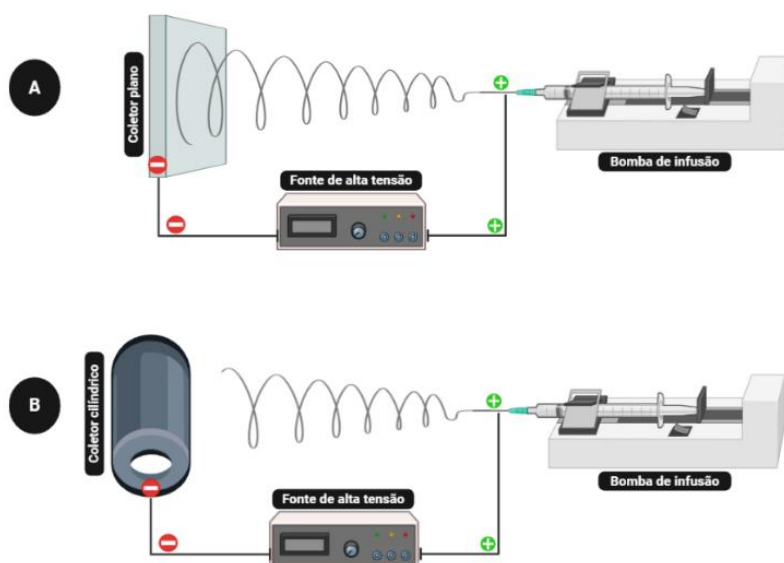
a partir da introdução de micropartículas de ácido bórico (BA- μ Ps) e nanopartículas de dióxido de silício (SiO₂-NPs) na estrutura química do polímero.

As aplicações evidenciam o potencial das membranas eletrofiadas para aplicações específicas em diversas áreas, em razão de suas excelentes propriedades químicas, alta porosidade, fácil funcionalização de superfície, controle estrutural e ampla área/volume superficial (LIANG et al., 2024; LIMA et al., 2024; MOSTAFA et al., 2022; OLDAL et al., 2023; TANG et al., 2024; ZHU et al., 2021).

3.2.1 Componentes do sistema

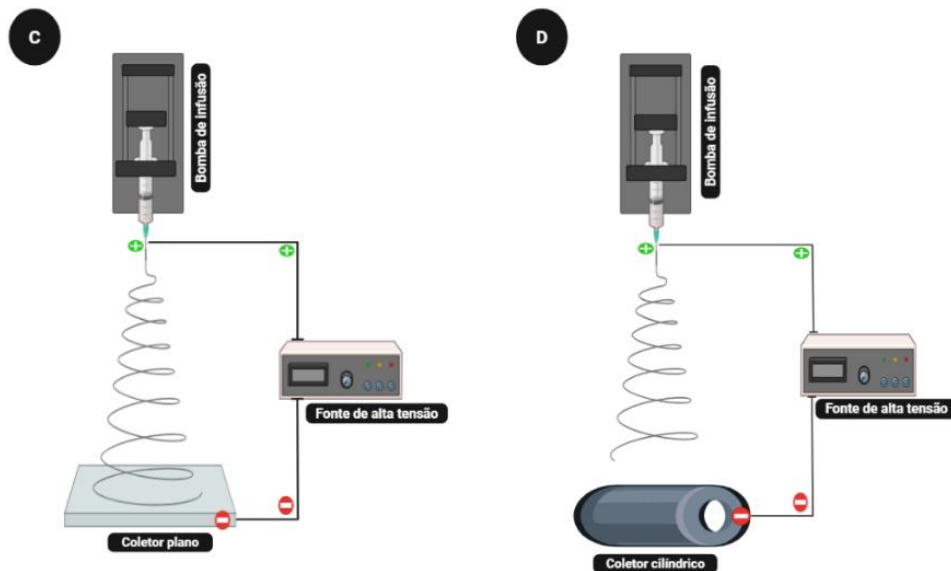
A configuração básica de um sistema de eletrofição é composta por quatro componentes principais: uma fonte de alta tensão, um coletor metálico, uma bomba de infusão e uma seringa com agulha metálica, que atua como fiação (LI et al., 2025; ZHU et al., 2021). Esse sistema pode ser montado em orientações vertical ou horizontal, utilizando coletores planos ou cilíndricos rotativos, cuja escolha depende da morfologia desejada para as fibras (RICCARDIS, 2023; LI et al., 2025). A Figura 2 apresenta esquemas do sistema montado na orientação horizontal, com variações no tipo de coletor. A Figura 3 ilustra configurações típicas do sistema na orientação vertical, variando quanto ao tipo de coletor.

Figura 2 - Configurações do sistema de eletrofição na orientação horizontal: A) Sistema com coletor plano; B) Sistema com coletor cilíndrico rotativo.



Fonte: autor, 2025.

Figura 3 - Configurações do sistema de eletrofiação na orientação vertical: A) sistema com coletor plano; B) Sistema com coletor cilíndrico rotativo.



Fonte: autor, 2025.

Cada componente desempenha uma função específica no processo de eletrofiação. A fonte de alta tensão gera um campo elétrico intenso entre a agulha e o coletor metálico, induzindo cargas na solução polimérica e promovendo a formação de um jato fino que se direciona ao coletor, onde as fibras são depositadas. A bomba de infusão, por sua vez, controla a velocidade da extrusão da solução polimérica, assegurando a uniformidade do processo (PENNA; MARTINS e SILVEIRA, 2022; ZHU et al., 2021).

3.2.2 Características da solução polimérica

A solução polimérica é preparada dissolvendo o polímero em um solvente adequado, com métodos de preparo variando conforme as características dos componentes. Nesse preparo, a escolha de solventes adequados e compatíveis com o polímero é uma condição primordial para obter uma solução polimérica homogênea e ideal para a eletrofiação (ABDELHAFIZ et al., 2023; MANCIPE; DIAS e THIRÉ, 2019).

Solventes como acetona (Ac), clorofórmio (CHCl_3), diclorometano (DCM), N,N-dimetilformamida (DMF), N,N-dimetilacetamida (DMAc) e tetrahidrofurano (THF) são os mais utilizados na eletrofiação devido às suas propriedades físico-químicas, como polaridade, volatilidade e capacidade de solubilização de polímeros (LIMA et al., 2024; MOSTAFA et al., 2022; OLDAL et al., 2023). Misturas binárias desses solventes é comumente empregada para

otimizar as propriedades da solução, como viscosidade, tensão superficial e condutividade elétrica (NADAF et al., 2022; RAKSA, NUMPAISAL e RUKSAKULPIWAT, 2021).

A variedade de polímeros aplicáveis na eletrofiação é ampla, abrangendo naturais, artificiais, sintéticos e blendas poliméricas (RICCARDIS, 2023; TANG, HAN e ZHANG, 2021). Dentre os polímeros naturais, destacam-se o amido, celulose, colágeno, gelatina, lignina, quitina, quitosana e seda, em razão de sua biocompatibilidade e biodegradabilidade (TUAH; CHIN e PANG, 2020).

Dentre os principais polímeros artificiais, destacam-se o acetato de celulose e o nitrato de celulose, ambos obtidos por modificação química de polímeros naturais. Estes apresentam propriedades essenciais para diversas aplicações específicas (CANEVAROLO JÚNIOR, 2006).

Entre os polímeros sintéticos mais empregados, incluem-se a poli (caprolactona) (PCL), polissulfona (PSU), fluoreto de polivinilideno (PVDF), poliestireno (PS), poliacrilonitrila (PAN), ácido polilático (PLA), álcool polivinílico (PVA), polivinilpirrolidona (PVP) e poli (metacrilato de metila) (PMMA) (OBAID et al., 2021; SINGH, LYE e MIAO, 2021; TANG, HAN e ZHANG, 2021). Esses polímeros são produzidos por meio de reação química de polimerização a partir de monômeros oriundos da indústria petroquímica (CANEVAROLO JÚNIOR, 2006).

As blendas poliméricas, por sua vez, consistem em mistura física de dois ou mais polímeros distintos. A combinação permite obter um material com propriedades intermediárias ou superiores às do polímero puro (AKCELRUD, 2007; PASCOALINO et al., 2020). Um exemplo é a mistura de poliestireno e poliacrilonitrila (OLEIWI; JABUR e ALSALHY, 2021).

A eletrofiação de blendas poliméricas tornou-se uma abordagem promissora e de crescente interesse científico, destacando-se pela capacidade de produzir materiais com propriedades físico-químicas diferenciadas. Um estudo de Pascoalino et al. (2020) revelou que a combinação de poli (butileno adipato co-tereftalato), poli (ácido lático) e poli (N-isopropilacrilamida) de alta massa molar (PNIPAAm) resultou em uma fibra polimérica com termossensibilidade, conferida pela presença da PNIPAAm.

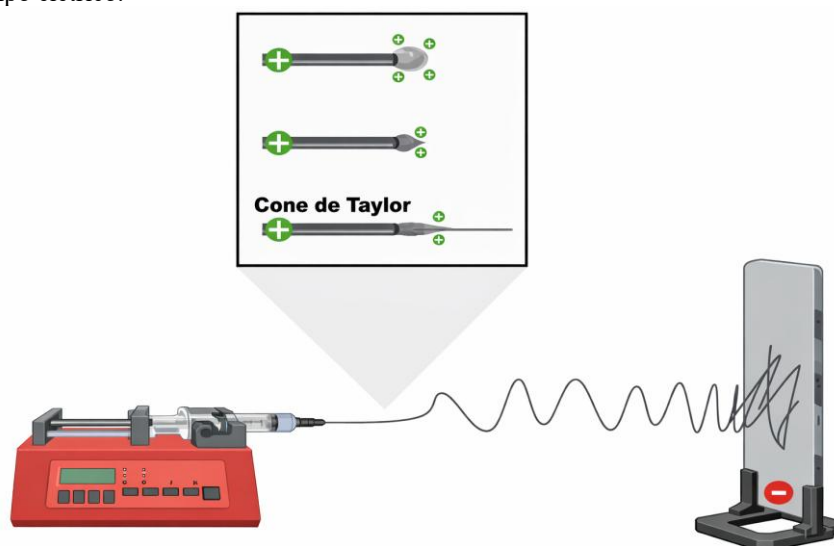
3.2.3 Formação e princípio da eletrofiação

O procedimento inicial consiste na introdução da solução polimérica em uma seringa, equipada com uma agulha metálica. Na ponta da agulha, forma-se uma gota da solução que se

mantém estável devido à sua alta tensão superficial (XUE et al., 2017). Quando o campo elétrico é aplicado, a agulha, carregada positivamente, induz uma repulsão eletrostática entre as cargas de mesmo sinal na superfície da gota, forçando-a desestabilizar sua forma esférica (MOHAMMED et al., 2023).

À medida que a intensidade do campo elétrico aumenta, as forças eletrostáticas aplicada sobre a solução polimérica superam a tensão superficial, resultando na ejeção gradual e formação do cone de Taylor (ABDELHAFIZ et al., 2023; MOHAMMED et al., 2023). Ao longo do processo, jatos finos e contínuos emergem do ápice desse cone em direção ao coletor metálico carregado negativamente (LIANG et al., 2024). Nesse percurso, ele sofre intenso estiramento e aumento das forças de repulsão interna, promovendo a formação de fibras ultrafinas à medida que a maior parte do solvente evapora (XUE et al., 2017; TANG et al., 2024). A Figura 4 apresenta esquematicamente os estágios da ejeção gradual da solução polimérica e a subsequente formação do cone de Taylor durante a aplicação do campo elétrico.

Figura 4 - Estágios sequenciais da ejeção (extrusão) da solução polimérica e formação do cone de Taylor sob aplicação do campo elétrico.



Fonte: autor, 2025.

3.2.4 Fatores que influenciam o processo de eletrofiação

O processo de eletrofiação é influenciado por diversos parâmetros e podem ser divididos em três categorias principais: parâmetros da solução, parâmetros do processo e parâmetros ambientais (MERCANTE et al., 2021; MANCIPE, DIAS e THIRÉ, 2019). O ajuste adequado

desses fatores é fundamental para produzir fibras com morfologia controlada e mínimos defeitos (ZHU et al., 2021).

Os parâmetros do processo (operacionais) incluem a tensão elétrica, a distância entre agulha-coletor, a vazão e o diâmetro da agulha (HAIDER, HAIDER e KANG, 2018; SINGH, LYE e MIAO, 2021). Os parâmetros da solução abrangem o solvente, a concentração, a condutividade elétrica e a viscosidade (ABDELHAFIZ et al., 2023; TOPUZ et al., 2021). Os parâmetros ambientais mais comuns são a temperatura e a umidade relativa do ar (KAILASA et al., 2021). A Tabela 1 resume os principais efeitos desses parâmetros sobre morfologia e qualidade das fibras poliméricas eletrofiadas.

Tabela 1 - Influência dos parâmetros da eletrofição e seus principais efeitos sobre a morfologia das fibras.

Categoria	Parâmetros	Efeitos nas fibras	Referência
Processo	Tensão elétrica	Aumento: mais uniformes e menor diâmetro.	(LI et al., 2023)
	Vazão da solução	Alta: maior diâmetro; porosidade e grânulos. Baixa: menor diâmetro e reduz os grânulos.	(LI et al., 2023; GORENINSKII et al., 2024)
	Distância (agulha-coletor)	Longa: redução no diâmetro e a ocorrência de defeitos. Curta: estrutura plana.	(KAILASA et al., 2021; TOPUZ et al., 2021)
	Diâmetro da agulha	Maior: fibras mais espessas. Menor: menor espessura.	(HE; KARA e MOLNAR, 2019)
Solução	Concentração/Viscosidade	Elevada: mais uniformes e maior diâmetro. Baixa: fibras finas, textura frisada ou irregulares.	(GORENINSKII et al., 2024; LIMA et al., 2024)
	Solvente (volatilidade)	Alta: secas, finas e bem definidas. Baixa: textura lisa, úmida ou defeitos.	(ARUCHAMY; MAHTO e NATARAJ, 2018)
	Condutividade elétrica	Alta: Fibras finas e redução de grânulos.	(KAILASA et al., 2021)
Ambientais	Temperatura	Alta: menor diâmetro.	(RICCARDIS, 2023)
	Umidade relativa	Alta: fibras ultrafinas, textura lisa e poros reduzidos. Baixa: maior diâmetro.	(RAKSA; NUMPAISAL e RUKSAKULPIWAT, 2021)

Fonte: autor, 2025. **Nota:** os efeitos podem variar dependendo da definição e combinação entre os parâmetros, conforme sugerido no texto.

3.2.4.1 Parâmetros do processo

A tensão elétrica é fundamental para superar a tensão superficial e impulsionar o jato polimérico (ARUCHAMY, MAHTO e NATARAJ, 2018). O aumento da tensão elétrica tende a melhorar o rendimento e favorecer a formação de fibras finas e uniformes, pois promove o acúmulo de cargas e maior estiramento do jato (LI et al., 2023). No entanto, a tensão excessiva pode resultar na formação de grânulos, textura frisada ou no aumento do diâmetro médio das fibras (KAILASA et al., 2021; TOPUZ et al., 2021).

A vazão da solução (taxa de infusão) é crucial, pois afeta a evaporação do solvente e o diâmetro das fibras. As altas taxas de vazão podem dificultar a evaporação completa do solvente, comprometendo a solidificação da fibra e resultando em diâmetros maiores, no aumento na porosidade ou na presença de grânulos (LI et al., 2023). Taxas de vazão mais baixas, por sua vez, estabilizam o fluxo e favorecem a formação de fibras com diâmetros menores ou reduzem a presença de grânulos sólidos (GORENINSKII et al., 2024).

A distância entre agulha e o coletor (distância de trabalho) deve ser ideal para garantir a evaporação adequada do solvente e a deposição eficiente no coletor (TOPUZ et al., 2021). Distâncias longas tendem a reduzir o diâmetro das fibras ou a ocorrência de estruturas irregulares (KAILASA et al., 2021). Por outro lado, distâncias curtas resultam em filmes ou fibras úmidas e com morfologia plana, devido à evaporação insuficiente do solvente (TOPUZ et al., 2021).

O diâmetro interno da agulha influencia a pressão de extrusão e o diâmetro final das fibras. Agulhas com diâmetro interno menor geram maior pressão, o que favorece o estiramento eficiente do jato polimérico e a formação de fibras mais finas. Por outro lado, agulhas com diâmetro maior tendem a diminuir a pressão de fluxo e resultar em fibras de diâmetro maior (HE, KARA e MOLNAR, 2019; KUCHI, HARISH e REDDY, 2018).

3.2.4.2 Parâmetros de solução

As propriedades físico-químicas da solução polimérica devem ser otimizadas para garantir a estabilidade do jato polimérico durante o processo de eletrofiação (HAIDER; HAIDER e KANG, 2018). A concentração do polímero e a viscosidade da solução estão diretamente relacionados. A viscosidade elevada (maior concentração) tende a favorecer a formação de fibras uniformes, contudo pode aumentar o diâmetro devido à resistência ao

estiramento sob o campo elétrico (LIMA et al., 2024). Por outro lado, a baixa viscosidade pode comprometer a estabilidade do jato polimérico, resultando em fibras com estruturas irregulares, textura frisada ou menor diâmetro (GORENINSKII et al., 2024).

A volatilidade do solvente afeta diretamente a morfologia das fibras. Solventes altamente voláteis evaporam rapidamente, facilitando o estiramento do jato polimérico e a formação de fibras secas, finas e bem definidas. Inversamente, solventes menos voláteis, contudo, prolongam o tempo de secagem, favorecendo a formação de fibras úmidas, com superfície lisa ou irregularidades estruturais (ARUCHAMY; MAHTO e NATARAJ, 2018).

A condutividade elétrica da solução é crucial, pois afeta a formação do cone de Taylor e o estiramento do jato polimérico. Soluções com alta condutividade favorecem a formação de fibras mais finas e com menor quantidade de gotículas sólidas, devido à maior densidade de carga na superfície e ao estiramento mais eficiente (KAILASA et al., 2021). A adição de sais apropriados pode ser usada para aumentar a condutividade de uma solução, fornecendo íons livres. Contudo, um valor excessivo pode gerar instabilidade do jato polimérico, comprometendo a reprodutibilidade (OLDAL et al., 2023).

3.2.4.3 Parâmetros ambientais

Fatores ambientais, como temperatura e a umidade relativa do ar, exercem influência significativa no processo de eletrofiação. Eles influenciam diretamente a viscosidade e a volatilidade do solvente, o que, por sua vez, impacta a morfologia, o diâmetro e a formação de poros nas fibras. Temperaturas elevadas tendem a acelerar a evaporação do solvente e a reduzir a viscosidade da solução polimérica. Esse efeito favorece a formação de fibras finas e promove uma solidificação mais rápida no coletor. No entanto, a combinação de temperatura elevada com solvente altamente voláteis pode causar a solidificação precoce da solução ponta da agulha, comprometendo o rendimento do processo (RICCARDIS, 2023).

A umidade relativa do ar é crítica para o tempo de evaporação do solvente. Em baixa umidade, a rápida evaporação do solvente reduz o tempo de estiramento do jato polimérico, o que pode resultar na formação de fibras mais espessas. Em alta umidade, a inibição da evaporação do solvente prolonga o estiramento do jato polimérico. Isso, conforme observado em estudos, pode favorecer a formação de fibras ultrafinas, com textura lisa e poros reduzidos (RAKSA; NUMPAISAL e RUKSAKULPIWAT, 2021). Um estudo conduzido em ambiente controlado, confirmou que o aumento da umidade relativa de 50% para 80% favoreceu dessas

nanofibras ultrafinas em membranas de fibroína de seda e álcool polivinílico (SF/PVA) (RAKSA; NUMPAISAL e RUKSAKULPIWAT, 2021).

Em suma, a eletrofiação é uma técnica versátil de processamento utilizada na produção de membranas fibrosas, cuja morfologia e funcionalidade dependem do controle rigoroso conjunto de parâmetros operacionais (MERCANTE et al., 2021). Sua adaptabilidade a diferentes polímeros torna-a uma abordagem sustentável e eficiente para a valorização de resíduos poliméricos, como o poliestireno (PS) ou poliestireno expandido (EPS), amplamente empregados e de grande relevância entre os termoplásticos (BADDAM; IJAOLA e ASMATULU, 2021).

3.3 Poliestireno e suas características

O poliestireno, ou *Polystyrene* (PS), é um homopolímero de alta massa molar. É classificado como um termoplástico amorfo, leve e transparente, sendo amplamente utilizado devido ao seu baixo custo e facilidade de processamento (NADY, REHIM e BADAWEY, 2023; MAAFA, 2021). Apresenta boa estabilidade térmica e propriedades mecânicas notáveis, como resistência, rigidez e fragilidade, além de baixa densidade e absorção de umidade (MOSTAFA et al., 2022).

O PS é formado a partir do monômero de estireno por meio de uma reação de polimerização por adição via mecanismos de radicais livres. O estireno possui uma estrutura química composta por um grupo vinílico ($\text{CH}=\text{CH}_2$) ligado a um anel benzênico, que atua como como substituinte lateral da cadeia principal (CANEVAROLO JÚNIOR, 2006; TURNER, 2020).

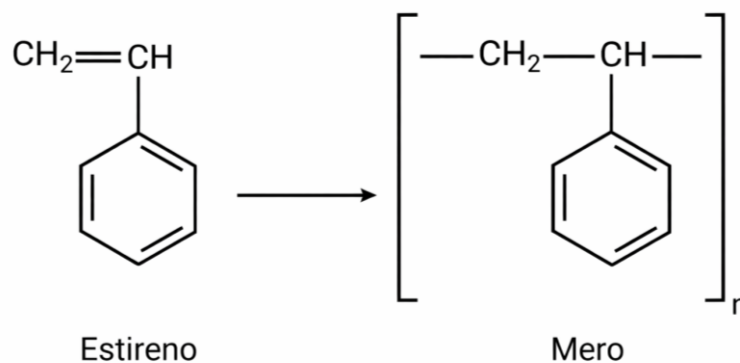
Durante a polimerização, a dupla ligação ($\text{C}=\text{C}$) do grupo vinílico é rompida através de um iniciador ou catalisador, gerando um radical livre que origina uma unidade monomérica com ligações simples e um centro ativo na cadeia principal. Cada unidade, denominada mero, liga-se à cadeia polimérica em crescimento em ambas extremidades, transferindo o sítio ativo para cada monômero terminal à medida que este se introduz à cadeia (AKCELRUD, 2007).

O encadeamento preferencial do poliestireno ocorre na forma cabeça-cauda, em razão da estabilidade de ressonância do centro ativo. Nesta configuração, o anel benzênico de cada unidade liga-se alternadamente aos carbonos da cadeia principal, promovendo uma organização regular da estrutura (CALLISTER JÚNIOR e RETHWISCH, 2016). Contudo, por ser volumoso e rígido, o anel benzênico contribui para o efeito estérico, dificultando o

empacotamento ordenado das cadeias e, conseqüentemente, a cristalização do polímero, resultando na formação de uma longa cadeia linear (AKCELRUD, 2007; BRAZEL e ROSEN, 2012).

A estrutura química do monômero de estireno e do mero está representada na Figura 5. Nessa representação, a unidade repetitiva (mero) está entre parênteses, com o subscrito n indicando o número de repetições ao longo da cadeia polimérica.

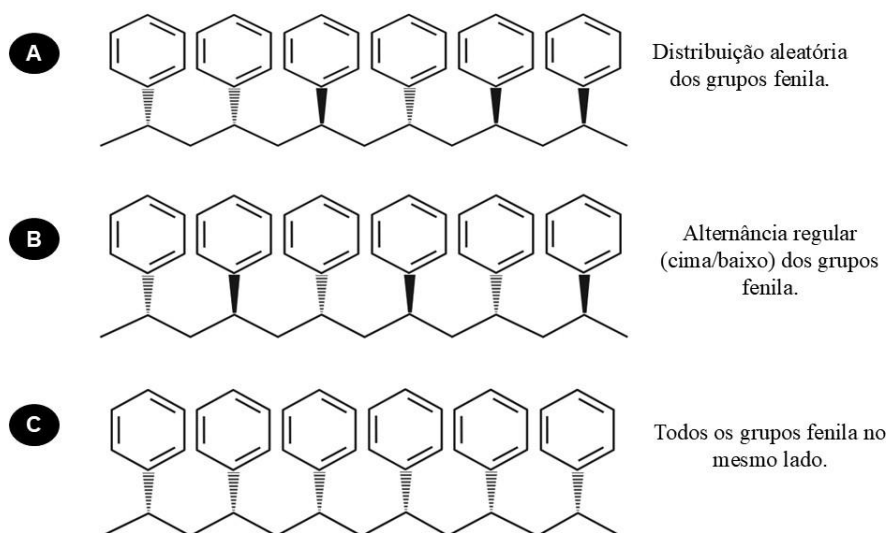
Figura 5 - Estrutura química do monômero de estireno e do respectivo mero da cadeia polimérica.



Fonte: adaptado de Akcelrud, 2007.

Conforme a taticidade, distribuição espacial dos substituintes laterais, o poliestireno pode ser sintetizado em três formas distintas: atático, sindiotático e isotático (CANEVAROLO JÚNIOR, 2006) (Figura 6). No poliestireno atático, os anéis benzênicos estão distribuídos aleatoriamente, resultando em um polímero amorfo com baixa cristalinidade (CAPRICHIO et al. (2022). No poliestireno sindiotático, os anéis benzênicos se alternam regularmente acima e abaixo do plano da cadeia, conferindo regularidade estrutural e características semicristalinas. Já no poliestireno isotático, todos os anéis benzênicos estão dispostos do mesmo lado da cadeia, o que também pode favorecer um grau de organização estrutural e permitir a formação de regiões cristalinas (BRAZEL e ROSEN, 2012; CAPRICHIO et al. 2022).

Figura 6 - Representação estrutural das taticidades do poliestireno: A) Poliestireno atático; B) Poliestireno sindiotático; C) Poliestireno isotático.



Fonte: adaptado de Capricho et al., 2022.

O poliestireno pode ser produzido por diferentes processos de polimerização, como em massa (granel), suspensão ou em emulsão, utilizando o monômero de estireno. Geralmente, essas reações são conduzidas em tanques de reatores agitados sob altas temperaturas (MUTHUKUMAR; KANDUKURI e CHIDAMBARAM, 2024). A adição de peróxidos orgânicos ao meio reacional é frequentemente empregada para iniciar a reação, uma vez que geram radicais livres quando ativados por calor ou radiação (CAPRICHIO et al., 2022).

Essas características do PS tornam adequado para diversas aplicações, incluindo peças de eletrodomésticos, utensílios domésticos, brinquedos, materiais isolantes na construção civil, equipamentos de segurança, peças automotivas, talheres descartáveis, componentes eletrônicos, embalagens e bandejas para alimentos (ANDRADE, BEZERRA e CALADO, 2019; MAAFA, 2021).

3.3.1 Tipos de poliestireno

Dependendo das condições de polimerização e processamento, o poliestireno pode ser obtido em cinco formas principais: poliestireno de uso geral (GPPS), poliestireno expandido (EPS), poliestireno extrusado (XPS), poliestireno orientado (OPS) e poliestireno de alto impacto (HIPS) (MOUNTASSIR et al., 2021; TURNER, 2020; WELLE, 2021; ZHUANG, TSENG e WEY, 2016). A escolha do tipo ideal considera exigências de desempenho, custo e

aplicações finais. Destacam-se o GPPS, OPS, EPS e PS pelas suas aplicações no setor de embalagens de alimentos (CAPRICHIO et al., 2022; MUTHUKUMAR, KANDUKURI e CHIDAMBARAM, 2024).

3.3.1.1 Poliestireno de uso geral (GPPS)

O poliestireno de uso geral (*General Purpose Polystyrene* - GPPS), é a forma mais comum do PS, conhecida comercialmente como poliestireno cristal (PS cristal) (HANSEN, DA SILVA e KULAY, 2015; WELLE, 2021). É produzido por polimerização por adição de monômeros de estireno, sem a utilização de aditivos ou modificadores (HANSEN; DA SILVA e KULAY, 2015). É um termoplástico amorfo, de fácil processamento e baixo custo, que se destaca por suas notáveis características como transparência, textura brilhante, rigidez, baixa resistência ao impacto e baixa afinidade com a água (MUTHUKUMAR; KANDUKURI e CHIDAMBARAM, 2024). Essas propriedades tornam seu uso ideal na fabricação de embalagens de alimentos, copos descartáveis para bebidas e outros recipientes para armazenagem de alimentos (WELLE, 2021).

3.3.1.2 Poliestireno orientado (OPS)

O poliestireno orientado (*Oriented Polystyrene* - OPS) é um polímero transparente, flexível e de fácil processamento, obtido por estiramento ou extrusão a partir do GPPS (ZHUANG; TSENG e WEY, 2016). Não apresenta sabor ou odor, o que o tornam mais adequado para a produção de embalagens de alimentos, como bandejas culinárias de panificação (CAPRICHIO et al., 2022).

3.3.1.3 Poliestireno expandido (EPS)

O poliestireno expandido (*Expanded Polystyrene* - EPS), popularmente conhecido como isopor, é produzido por meio da polimerização em suspensão do estireno em água na presença de iniciadores (MOUNTASSIR et al., 2021). Durante esse processo, adiciona-se um agente expansivo, geralmente um hidrocarboneto como o pentano, que, quando submetido a pressão controlada e temperatura elevada (120°C), provoca a expansão das esferas de poliestireno em 40 vezes o seu tamanho original (MARTEN e HICKS, 2018).

O resultado é uma espuma leve, rígida e de baixa densidade, composta por cerca de 2% de massa polimérica e 98% de ar em sua estrutura, devido à liberação de gases (UTTARAVALLI; DINDA e GIDLA, 2020). Sua estrutura celular possui espaços vazios entre as células (MOUNTASSIR et al., 2021).

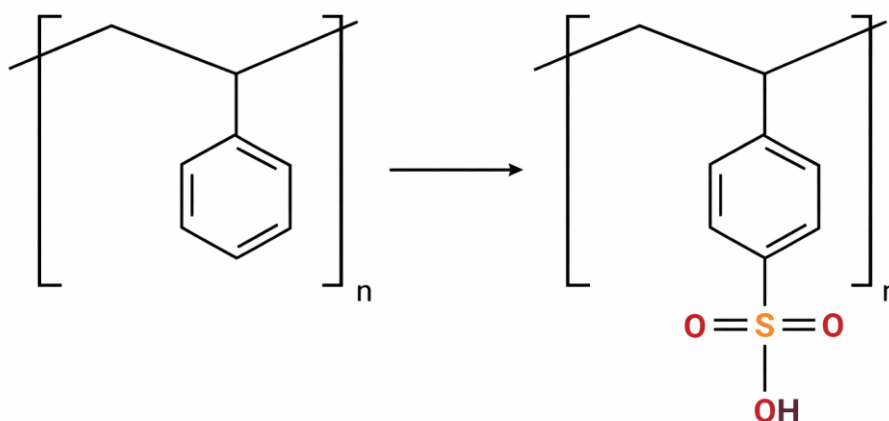
O EPS é amplamente utilizado como isolante térmico na construção civil, além de ser aplicado na produção de materiais de construção civil, equipamentos de segurança, eletrônicos de consumo, embalagens de alimentos, copos térmicos e bandejas descartáveis (DYBKASTEPIEN et al., 2021; MARTEN e HICKS, 2018; UTTARAVALLI, DINDA e GIDLA, 2020).

3.4 Sulfonação do poliestireno

A sulfonação é uma reação química em que grupos sulfônicos ($-\text{SO}_3\text{H}$ ou derivados) são introduzidos em uma molécula orgânica (JALAL et al., 2020). Trata-se de um processo químico, cuja método varia conforme o mecanismo reacional, o substrato e o agente sulfonante. O mecanismo mais comum é a sulfonação eletrofílica aromática, em que um átomo de hidrogênio do anel aromático é substituído por um grupo sulfônico.

No poliestireno, esses grupos ligam-se preferencialmente na posição “para” do anel benzênico, devido ao impedimento estérico que dificulta a aproximação na posição “orto” (Figura 7) (NADY; REHIM e BADAWY, 2023).

Figura 7 - Estrutura química do poliestireno sulfonado (SPS), ilustrando a inserção de grupo sulfônico ($-\text{SO}_3\text{H}$) na posição *para* do anel benzênico.



Fonte: adaptado de Nady; Rehim e Badawy, 2023.

Essa modificação altera as propriedades químicas do polímero, conferindo estabilidade química, hidrofilicidade, solubilidade em meios polares, capacidade de adsorção e troca iônica, além de ampliar sua condutividade protônica (WU et al., 2019; MARRERO et al., 2017; ZHANG et al., 2022).

A reação de sulfonação pode ser realizada por duas rotas distintas: homogênea e heterogênea (ANDRADE, BEZERRA e CALADO, 2019). Na rota homogênea, o polímero é solubilizado em solventes orgânicos, como diclorometano, 1,2-dicloroetano, acetato de etila ou tolueno, permitindo a dispersão do meio. Nesse meio reacional, o agente sulfonante é adicionado em fase líquida, possibilitando distribuição mais uniforme dos grupos funcionais (MANURUNG et al., 2021; NADY, REHIM e BADAWY, 2023; TRAN; HOANG e NGUYEN, 2023; WANG et al., 2024; ZENNAKI, TENNOUGA e BALKAID, 2024). Na rota heterogênea, o polímero é imerso diretamente no agente sulfonante, resultando em uma solubilidade reduzida e distribuição menos uniformes dos grupos sulfônicos (ANDRADE, BEZERRA e CALADO, 2019; ZENNAKI et al., 2024b).

Nos últimos cinco anos, diversos estudos foram propostos para a sulfonação do poliestireno e seus derivados, explorando diferentes metodologias, agentes sulfonantes e condições reacionais variadas. A Tabela 2 apresenta uma compilação desses trabalhos, destacando os principais métodos, parâmetros experimentais, forma de uso e as aplicações do poliestireno sulfonado.

Tabela 2 - Metodologias, condições de sulfonação e aplicações do poliestireno sulfonado.

Amostra	Agente sulfonante	Condições (rota; m; V; T; t; cat.)	DS (%)	Forma de uso	Aplicação (remoção)	Referências
PS	H ₂ SO ₄ (98%)	Heterogênea: 5g, 10 mL, 80 °C, 10 min.	18	Resina	Metais (Zn ²⁺ , Cu ²⁺ , Cd ²⁺ , Ca ²⁺)	(TRAN; HOANG e NGUYEN, 2023)
PS	H ₂ SO ₄ (98%)	Homogênea: 1g; 5 mL DCE + 4 mL H ₂ SO ₄ ; 55 °C; 1h.	n.i.	Resina	Corante (azul de metileno)	(WANG et al., 2024)
EPS	H ₂ SO ₄ (97%)/acetilsulfato	Heterogênea: 40° C; 2 h; Ag ₂ SO ₄ . Homogênea: DCM + acetilsulfato.	n.i.	Resina	Metais (Cu ²⁺ , Pb ²⁺)	(ZENNAKI et al., 2024b)
PS/Fe	Acetilsulfato	Homogênea: 5g; 50 mL DCM + 4 mL agente; 40 °C; 24h.	n.i.	Resina	Corantes (azul de metileno, vermelho do congo)	(ZENNAKI; TENNOUGA e BALKALID, 2024)
PS	H ₂ SO ₄ (96%)	Homogênea: 2g; 80 mL; 40 °C.	5,5	Microesferas	Metais (Pb ²⁺ , Zn ²⁺ , Cu ²⁺)	(ZHANG et al., 2022)
PS	H ₂ SO ₄ (98%)	Heterogênea: 5g; 10mL; 80 °C; 10 min.	n.i.	Resina	Metais (Zn ²⁺ , Cu ²⁺ , Cd ²⁺)	(TRAN ET al., 2020)
PS	H ₂ SO ₄ (98%)	Heterogênea: 1-4 (p/v); 80 °C; 10 min.	n.i.	Resina	Troca iônica (Zn ²⁺ , Cu ²⁺ , Cd ²⁺)	(NGUYEN et al., 2022)
EPS/ S2O ₈ ²⁻	H ₂ SO ₄ (95%)	Heterogênea: 0,5g; 50 mL; 120 °C; 60 min.	n.i.	Adsorvente	Antibiótico (norfloxacino)	(LIU et al., 2021)
PS/WO	H ₂ SO ₄ (97,5%)	Homogênea: 10g; 50 mL DCM + 50 mL agente; 85 °C; 5h.	n.i.	Resina	Metais (Pb ²⁺)	(KHALIQ et al., 2025)
EPS	H ₂ SO ₄ (98%)	Heterogênea: 60 °C, 3-8 h.	0,0031-0,0054	Adsorvente	(Pb ²⁺ , azul de metileno, lisozima)	(YE; PAN e SHEN, 2022)
EPS/PBS	H ₂ SO ₄ fumegante	Homogênea: 20g; 200 mL tolueno + 2 mL agente; 60 °C; 2h.	n.i.	Membrana	Corante (azul de metileno)	(NADY; REHIM e BADAWY, 2023)

PS	H ₂ SO ₄ (98%)	Homogênea: 0,224-12g; 75 mL benzeno + 3 mL agente; 40 °C; 4h.	n.i.	Resina	Metais (Cs, Sr, Co)	(AOUCHICHE et al., 2022)
PVDF/PS/PANI	HSO ₃ Cl (2%)	homogênea: DME + agente sulfonante, 2-6h.	n.i.	Membrana	Metais (Li ⁺ , Na ⁺)	(YUROVA et al., 2025)
PS/CS	H ₂ SO ₄ (95-97%)	Homogênea: 20g; 467 mL clorofórmio + 276 mL agente; 3h.	n.i.	Membrana	Metais (Fe ³⁺)	(PUTRI et al., 2023)
PS/ SiO ₂	H ₂ SO ₄ (95%)	Homogênea: 50g; 100mL clorofórmio + 12 mL agente; 50 °C; 4h.	n.i.	Adsorvente	Corante (azul de metileno)	(DARDEER et al., 2022)
PS/CS	H ₂ SO ₄ (98%)	Homogênea: 5g; 30 mL + 3 mL agente; 50 °C; 1h.	n.i.	Membrana	n.i.	(AFIFI et al., 2024)
PS	H ₂ SO ₄ (98%)	Heterogênea: 1:5 p/v; 70 °C; 6h.	37,5	Dessincante	Moléculas de água	(RAN et al., 2025)
PS/AC	H ₂ SO ₄ (20%)	Homogêneo: 100 mL DMF; 4h.	n.i.	Adsorvente	Corantes (Rodamina B, vermelho do congo)	(SALMAN e ALSHAMSI, 2022)
PS	Acetilsulfato	Homogênea: 100 mL DCE; 40 °C; 30 min.	n.i.	Adsorvente	Metais (Ba ²⁺)	(SAYED et al., 2025)
HIPS	HSO ₃ Cl	Homogênea: 10g; 100 mL DCE + 0,19/0,33 mL agente; T.A; 20h.	3-5%	Membrana	Corante preto, NaSO ₄ , MgSO ₄	(YAM-CERVANTES et al., 2024)

Fonte: autor, 2025. Notas: S₂O₈²⁻ = persulfato; WO = oxido de tungstênio; PBS = polibutileno succinato; PBI = poli (benzimidazol); SiO₂ = dióxido de silício; AC = carvão ativado; CS = quitosana; H₂SO₄ = ácido sulfúrico; HSO₃Cl = ácido clorossulfônico; (CH₃CO)₂O = anidrido acético; Ag₂SO₄ = sulfato de prata; Na₂SO₄ = sulfato de sódio; MgSO₄ = sulfato de magnésio; T.A = temperatura ambiente; m= massa; T = temperatura; cat. = catalisador; t = tempo; n.i. = não informado; DS = grau de sulfonação.

Estes estudos mostram a diversidade de metodologias existentes para a modificação química do poliestireno com abrangência de processos mais simples por imersão direta no agente sulfonante até rotas homogêneas mais brandas e controladas, ampliando o espectro de suas aplicações em adsorção e troca iônica.

Um fator determinante nesse processo é o grau de sulfonação (*degree of sulfonation*, DS), definido como o número de mols de grupos sulfônicos introduzidos por mols de unidade monomérica da cadeia polimérica. O DS está associado diretamente às propriedades químicas e funcionais do polímero (MARRERO et al., 2017; ZENNAKI et al., 2024b).

A obtenção de valores elevados favorece a densidade de grupos sulfônicos e o desempenho final, no entanto o excesso pode comprometer as propriedades mecânicas do polímero. As condições experimentais juntamente com o agente sulfonante devem ser estritamente controladas para evitar reações paralelas indesejadas, como degradação ou dessulfonação da cadeia polimérica (KHOMEIN et al., 2021).

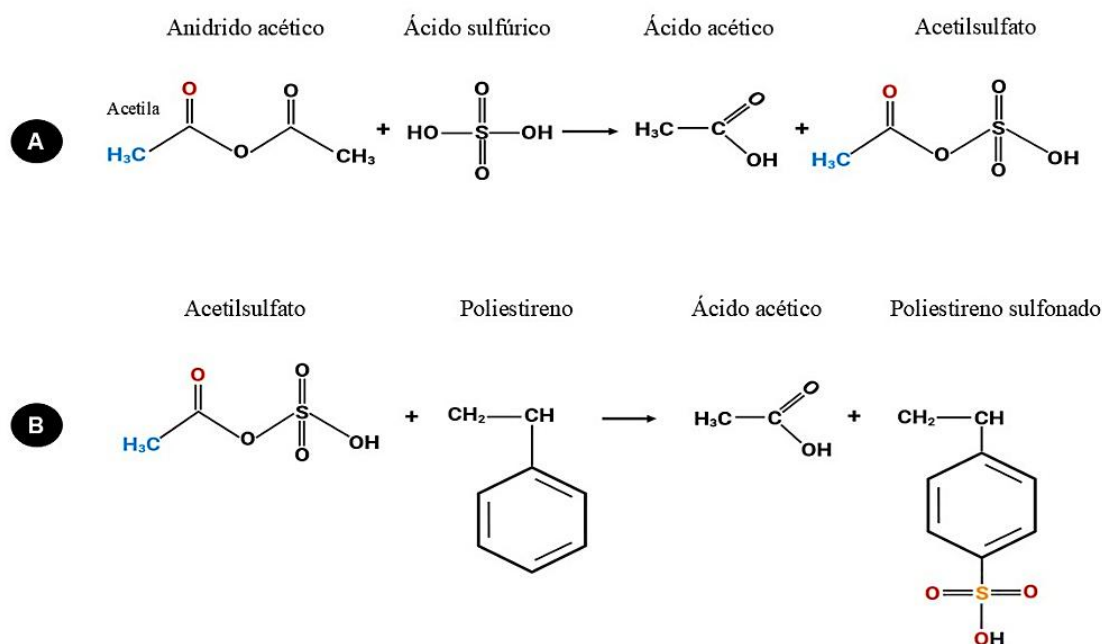
Os agentes sulfonantes mais utilizados incluem ácido clorossulfônico, ácido sulfúrico fumegante, ácido sulfúrico concentrado ou diluído e acetilsulfato, formado *in situ* pela reação entre anidrido acético e ácido sulfúrico (JALAL et al., 2020; KHOMEIN et al., 2021; NADY; REHIM; BADAWEY, 2023; TRAN et al., 2020; YAM-CERVANTES et al., 2024; ZENNAKI, TENNOUGA e BALKALID, 2024). Enquanto os derivados do trióxido de enxofre e do ácido sulfúrico apresentam alta reatividade e promovem reações mais rápidas, o acetilsulfato possibilita uma sulfonação em condições mais branda e equilibrada (KHOMEIN et al., 2021).

O mecanismo geral da reação ocorre por substituição eletrofílica aromática (YAM-CERVANTES et al., 2024). Quando se utiliza ácido sulfúrico, a reação prossegue pela protonação do H_2SO_4 , originando o cátion eletrofílico ativo (HSO_3^+) que ataca o anel benzênico. Essa mesma espécie intermediária pode ser formada quando o trióxido de enxofre reage na presença de solventes orgânicos. No caso do acetilsulfato, este agente é obtido previamente pela acetilação do ácido sulfúrico na presença de anidrido acético, que reage subsequentemente com o poliestireno, liberando ácido acético como subproduto (KHOMEIN et al., 2021; SAYED et al., 2025).

Em todas as situações, o agente sulfonante funciona como meio ácido, protonando o anel aromático e tornando-o mais suscetível ao ataque eletrofílico do grupo sulfônico (TRAN; HOANG e NGUYEN, 2023). A incorporação final do grupo sulfônico ocorre pela formação de uma ligação covalente entre o carbono do anel benzênico e o enxofre do grupo funcional (DU;

SHAO e QI, 2021). A reação química correspondente a reação no acetilsulfato está representada resumidamente na Figura 8.

Figura 8 - Reações químicas para a sulfonação do poliestireno utilizando acetilsulfato: A) Síntese do agente sulfonante *in situ*; B) Mecanismo resumido da sulfonação.



Fonte: adaptado de Sayed et al., 2025.

A versatilidade obtida pela modificação química do poliestireno por meio da inserção de grupos de ácido sulfônico, desencadeou diversas aplicabilidades, destacando-se sua utilidade como membranas de filtração, resina de troca iônica e adsorventes em diversas áreas, como remoção de contaminantes, incluindo corantes, enzima, antibióticos e metais pesados (JALAL et al., 2020a; LIU et al., 2021; MOULAY, 2018; YAM-CERVANTES et al., 2024; YE, PAN e SHEN, 2022).

3.5 Remoção de metais pesados

Os metais pesados são elementos químicos caracterizados por sua alta densidade ($> 4\text{g/cm}^3$), elevada toxicidade, peso atômico elevado e natureza não biodegradável, o que lhes confere um alto potencial de bioacumulação nos organismos vivos (MITRA et al., 2022; SARAVANAN et al., 2021). Em sua maioria, são encontrados frequentemente no meio ambiente, como água, solo e rochas, em decorrência de processos naturais ou antropogênicos.

As origens naturais podem ser consequências de erosão de rochas e erupção vulcânica, enquanto a antropogênica são efeitos oriundos das atividades industriais (NASIR et al., 2019).

A principal causa de contaminação ambiental é de origem antropogênica, proveniente de setores como galvanização, petroquímica, mineração, produção de papel, siderurgia e processos de eletrólise (QASEM; MOHAMMED e LAWAL, 2021). Metais como arsênio (As), cádmio (Cd), cromo (Cr), cobre (Cu), chumbo (Pb), ferro (Fe) e mercúrio (Hg) são frequentemente encontrados nesses efluentes industriais (NASIR et al., 2019; THUY, 2019).

A exposição humana a esses elementos, seja por ingestão de água o via, representa um grave risco à saúde pública. Os efeitos nocivos dependem do tempo de exposição, elemento químico e concentração, podendo causar danos renais, hepáticos, cardiovasculares, respiratórios e doenças cancerígenas (MOHAMMED et al., 2023). Diante desse cenário, o tratamento de efluentes torna-se imperativo para a saúde pública e o equilíbrio ambiental (YIN et al., 2020).

Diversos métodos têm sido empregados para a remoção de metais pesados, incluindo adsorção, filtração por membrana, precipitação química, processos eletroquímicos e fotocatalíticos. Entre essas técnicas, a filtração por membrana combinada com a adsorção se destaca por sua elevada eficiência, porosidade, simplicidade operacional, baixo custo e possibilidade de regeneração do material (YANG et al., 2019; ZHU et al., 2021).

Esses processos empregam uma ampla variedade de adsorventes que podem ser classificados conforme sua natureza. Entre os adsorventes a base de carbono, destacam-se os nanotubos de carbono, carvão ativado e grafeno, devido ao alto desempenho e elevada área superficial (QASEM; MOHAMMED e LAWAL, 2021). Nos adsorventes poliméricos, abrangem os naturais, como a quitosana, ou os sintéticos, como o poliestireno sulfonado, ambos aplicados pela presença de grupos funcionais que favorecem a interação iônica (SHARIFUL et al., 2018; THUY, 2019; YANG et al., 2019). Além disso, os minerais como argila e zeólita apresentam porosidade e seletividade eficiente, proporcionando bom desempenho (EL-KORDY et al., 2024). Por sua vez, os adsorventes magnéticos, geralmente à base de óxidos de metálico, como óxido de ferro, dióxido de titânio e óxido de tungstênio, possuem características superficiais favoráveis no processo (DAMIRI et al., 2022; KHALIQ et al., 2025).

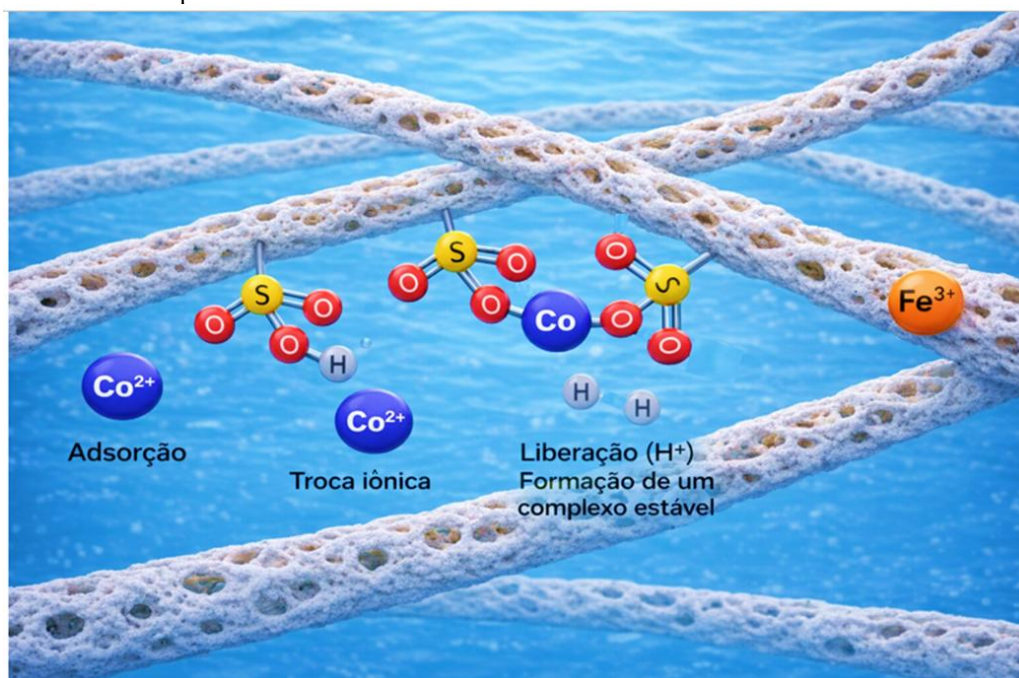
O poliestireno sulfonado destaca-se como um adsorvente funcional devido à presença dos grupos sulfônicos ($-\text{SO}_3\text{H}$), que atuam como sítios ativos de troca iônica (JIA et al., 2019). Quando convertido em membranas por eletrofiliação, o material adquire elevada porosidade e

alta área superficial, o que potencializa a interação entre os cátions metálicos em solução e os grupos funcionais da matriz (DAMIRI et al., 2022; NASIR et al., 2019).

No mecanismo geral de adsorção, que ocorre predominantemente por troca iônica, os cátions metálicos (M) presentes em meio aquoso interagem com a superfície do adsorvente por meio de interações eletrostáticas com os grupos funcionais disponíveis (NASIR et al., 2019). Devido à elevada eletronegatividade e densidade eletrônica dos átomos de oxigênio nos grupos sulfônicos, estes atuam como centros ativos que coordenam os cátions metálicos (SAYED et al., 2025). Durante a interação, ocorre a substituição dos prótons (H^+) associados aos grupos funcionais pelo cátion metálico (M), resultando na formação de um complexo metal-adsorvente estável, estabilizado pela coordenação entre o cátion metálico e os átomos de oxigênio do grupo funcional (SAYED et al., 2025; TRAN; HOANG e NGUYEN, 2023).

Dessa forma, os íons são retidos na superfície do adsorvente, possibilitando sua remoção da solução aquosa (MOHAMMED et al., 2023). A Figura 9 apresenta um mecanismo de adsorção dos íons cobalto (Co^{2+}) pela membrana de poliestireno sulfonado, evidenciando a substituição dos prótons ligados aos grupos sulfônicos pelo cátion metálico e o íon ferro (Fe^{3+}) em competição.

Figura 9 - Representação esquemática do mecanismo de remoção de íons cobalto (Co^{2+}) por troca iônica, utilizando membrana de poliestireno sulfonado como adsorvente.



Fonte: autor, 2025.

Este processo é parcialmente reversível; as membranas podem ser regeneradas utilizando soluções concentradas de cloreto de sódio (NaCl), onde os íons Na^+ competem pelos sítios de ligação, liberando o metal retido e permitindo a reutilização do material em novos ciclos (TRAN; HOANG e NGUYEN, 2023).

A eficiência do processo de adsorção é influenciada por diversos fatores, como a natureza do adsorvente, o grau de funcionalização, o pH, a temperatura, o tempo de contato e a concentração inicial de íons metálicos (QASEM; MOHAMMED e LAWAL, 2021). Além disso, a seletividade do adsorvente depende fortemente da polaridade, porosidade, área de superfície e presença de grupos funcionais adequados (SARAVANAN et al., 2021).

A seleção dos íons ferro (Fe^{3+}) e cobalto (Co^{2+}) para os ensaios de adsorção neste estudo fundamenta-se em critérios de relevância ambiental e técnica. Ambientalmente, o ferro é um dos metais mais abundantes em efluentes provenientes de mineração e indústrias siderúrgicas, sendo um contaminante crítico que pode comprometer a potabilidade da água e afetar ecossistemas aquáticos em concentrações elevadas (PUTRI et al., 2023). O cobalto, por sua vez, possui ampla aplicação industrial na fabricação de baterias de íon-lítio, ligas metálicas e pigmentos, sendo classificado como um elemento persistente com elevado potencial de bioacumulação e toxicidade (AOUCHICHE et al., 2022).

Do ponto de vista científico, a escolha desses dois metais com diferentes estados de oxidação (Fe^{+3} e Co^{2+}) é estratégica para investigar a seletividade da membrana de poliestireno sulfonado. Essa abordagem permite avaliar como a valência iônica e a densidade de carga do cátion influenciam a interação eletrostática com os grupos sulfônicos ($-\text{SO}_3\text{H}$), fornecendo dados fundamentais sobre a eficiência dos sítios ativos em diferentes cenários de troca iônica. Assim, a utilização desses íons possibilita validar a funcionalidade da membrana tanto para íons trivalentes, que apresentam forte coordenação, quanto para íons divalentes, auxiliando na compreensão dos limites de saturação e afinidade do material adsorvente.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

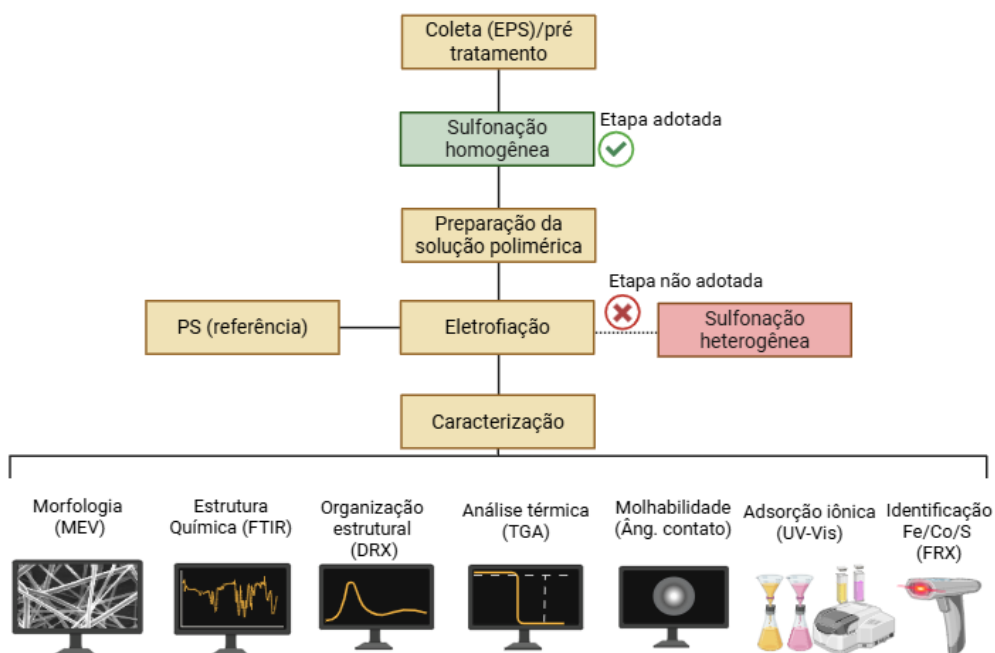
4.1 Materiais (reagentes e equipamentos)

Neste estudo, foram utilizados resíduos de poliestireno expandido (EPS) provenientes de bandejas descartáveis pós-consumo e *pellets* de poliestireno (PS) virgem como material de referência. Os reagentes químicos de grau analítico (P.A) incluíram: ácido sulfúrico concentrado (98%, Nuclear), clorofórmio (Synth), N,N-dimetilformamida (DMF, Êxodo Científica), diclorometano (Nuclear) e anidrido acético ((CH₃CO)₂O). Para os ensaios de adsorção, foram empregados os sais cloreto de ferro III hexa-hidratado (FeCl₃ · 6H₂O) (Dinâmica) e cloreto de cobalto II hexa-hidratado (CoCl₂ · 6H₂O) (MobLab).

4.2 Fluxograma

Para proporcionar uma visão sistêmica e sequencial do percurso metodológico, as etapas desta pesquisa foram estruturadas conforme ilustrado no fluxograma da Figura 10. O delineamento experimental foi organizado em cinco fases principais, que visam a conversão do resíduo de poliestireno expandido (EPS) em um adsorvente funcional de alto desempenho.

Figura 10 - Fluxograma resumido das etapas de preparação e caracterização das membranas eletrofiadas de EPSS residuário, abrangendo desde a coleta de resíduos até a avaliação do desempenho.



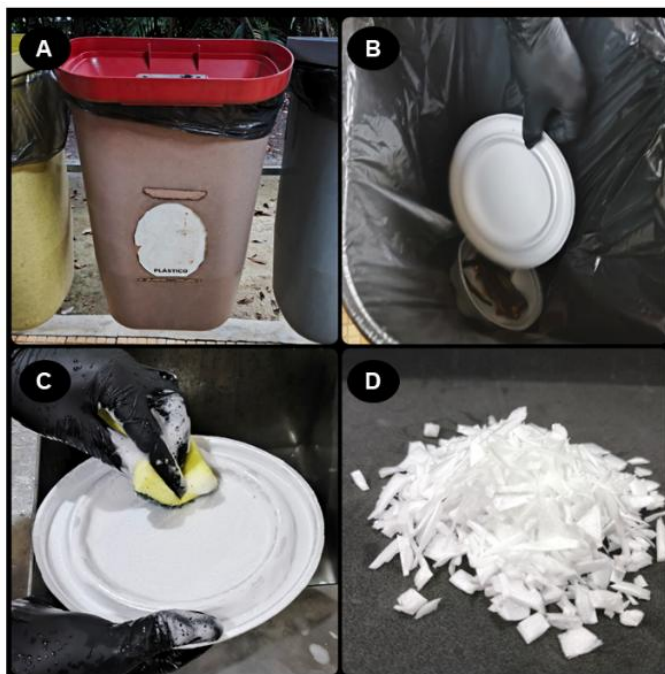
Fonte: autor, 2025.

4.3 Pré-tratamento do EPS residual

As bandejas de EPS foram coletadas seletivamente em lixeiras vermelhas de coleta seletiva, destinadas a plásticos, na Universidade Federal do Amazonas (UFAM, Campus Senador Arthur Virgílio Filho, Manaus/AM), conforme ilustrado na Figura 11-A.

O processo de higienização consistiu na lavagem dos resíduos plásticos com água corrente e detergente neutro para a remoção de contaminantes orgânicos e resíduos alimentares, seguida de enxágue abundante. Após a limpeza, o material foi submetido à secagem em temperatura ambiente por um período de 24 horas. Para otimizar as etapas subsequentes de modificação química, o EPS seco foi fragmentado manualmente com tesoura em pequenas peças (aproximadamente 1 cm²), visando aumentar a área de contato superficial e facilitar a cinética de dissolução nos solventes orgânicos selecionados. Os procedimentos de coletas e preparação física do material estão sintetizados na Figura 11.

Figura 11 - Coleta seletiva de bandejas de EPS descartáveis em lixeiras: A) Coletor de plástico; B) Coleta; C) Lavagem; D) EPS fragmentado.



Fonte: autor, 2025.

4.4 Modificação Química: Síntese do polímero sulfonado

Nesta etapa, o EPS foi submetido à funcionalização química para a inserção de grupos sulfônicos ($-\text{SO}_3\text{H}$) em sua estrutura. A modificação foi realizada por meio de duas rotas

distintas: a rota heterogênea, baseada na imersão de membranas pré-existentes, e a rota homogênea, que consiste na sulfonação do polímero em solução orgânica.

4.4.1 Preparação dos agentes sulfonantes

Para a rota homogênea, sintetizou-se o acetilsulfato *in situ* a partir da reação entre anidrido acético e ácido sulfúrico concentrado (98%), mantendo-se a proporção molar de 0,032 mol e 0,029 mol, respectivamente, seguindo metodologia adaptada de Sayed et al., (2025). O procedimento foi realizado em capela de exaustão devido à liberação de vapores e à natureza exotérmica da reação. Em um béquer de 10 mL sob banho de gelo a 4 °C, adicionaram-se 3 mL de anidrido acético; em seguida, 1,70 mL de ácido sulfúrico concentrado foi adicionado gota a gota sob agitação magnética constante por 10 minutos para garantir a estabilidade e homogeneidade do agente sulfonante (Figura 12).

Figura 12 - Preparação do agente sulfonante (acetilsulfato) realizado em capela.



Fonte: autor, 2025.

Paralelamente, para a viabilização da rota heterogênea, utilizou-se o ácido sulfúrico P.A. (98%) como precursor para o preparo de soluções diluídas em concentrações de 20%, 40% e 60%. Estas soluções foram empregadas para avaliar a influência da concentração do agente e do tempo de exposição sobre a eficiência da sulfonação por imersão.

4.4.2 Rota heterogênea: Sulfonação por imersão

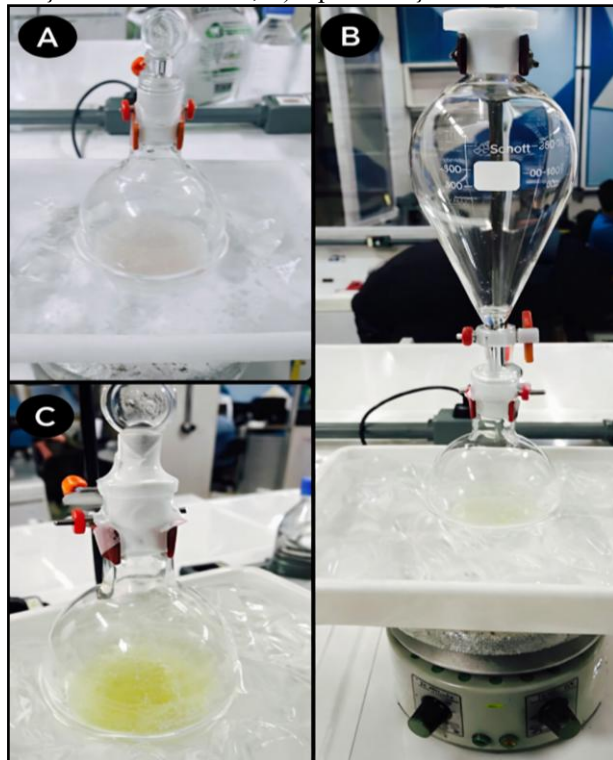
Nesta rota, membranas de EPS previamente eletrofiadas (com massa individual de 0,0450 g), obtidas em condições otimizadas, foram submetidas à modificação química por

imersão direta em soluções de ácido sulfúrico. Para avaliar a influência da concentração e do tempo de exposição, utilizaram-se soluções de ácido sulfúrico concentrado (98%) e diluídos nas concentrações de 20%, 40% e 60% (v/v). Os tempos de reação foram fixados em 4, 5, 6 e 24 horas sob temperatura ambiente, permitindo observar o ponto de equilíbrio entre a funcionalização e a integridade estrutural das fibras.

4.4.3 Rota homogênea: Sulfonação em solução

A sulfonação em meio homogêneo foi conduzida seguindo metodologia adaptada de Sayed et al., (2025). Inicialmente, 3 g de EPS fragmentado foram dissolvidos em 30 mL de diclorometano (DCM) sob agitação magnética constante até a completa solubilização. O agente sulfonante (acetilsulfato), preparado previamente, foi adicionado gota a gota à solução polimérica. O sistema foi mantido fechado e sob agitação em duas condições térmicas distintas: em banho de gelo a 4 °C por 2 horas, e em banho termostatzado a 40 °C por períodos de 1 e 2 horas, visando avaliar o efeito da temperatura na cinética de sulfonação (Figura 13).

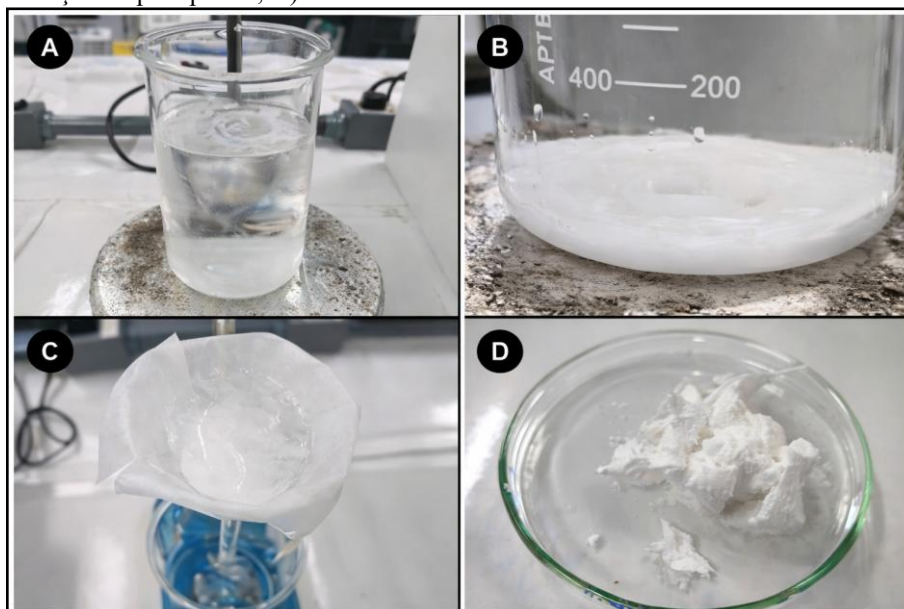
Figura 13 - Sulfonação homogênea realizada com acetilsulfato em banho de gelo (5 °C): A) Solubilização em diclorometano; B) Antes da adição do acetilsulfato; C) Após a adição do acetilsulfato.



Fonte: autor, 2025.

A reação foi interrompida pela adição de água destilada gelada (5 °C), o que promoveu a precipitação imediata do polímero sulfonado (Figura 14-A e 14-B). O precipitado foi submetido a lavagens sucessivas com água destilada até que o efluente apresentasse pH próximo ao da água, garantindo a remoção total do ácido residual. Por fim, o polímero funcionalizado foi seco em dessecador a vácuo por 48 horas para a eliminação completa de umidade residual (Figura 14-D).

Figura 14 - Obtenção do EPS sulfonado: A) Após a adição da solução em água gelada; B) Precipitação do polímero; C) Filtração do precipitado; D) EPS sulfonado seco.



Fonte: autor, 2025.

4.5 Preparação das soluções poliméricas

As soluções poliméricas foram preparadas na concentração de 20% (m/v), com volume final de 5 mL, utilizando-se como matrizes o poliestireno (PS) virgem (referência), o poliestireno expandido (EPS) puro e o poliestireno expandido sulfonado (EPSS). Como sistema de solvente, empregaram-se uma mistura binária de clorofórmio e N,N-dimetilformamida (DMF) nas proporções de 1:1 e 4:1.

Além disso, prepararam-se blends variando a razão mássica entre o EPSS e o EPS puro (1:1 e 3:1), visando otimizar a compatibilidade química e a estabilidade reológica das soluções. Todas as misturas foram submetidas à agitação magnética constante por 1 hora até a completa homogeneização e obtenção de viscosidade adequada para a eletrofiliação.

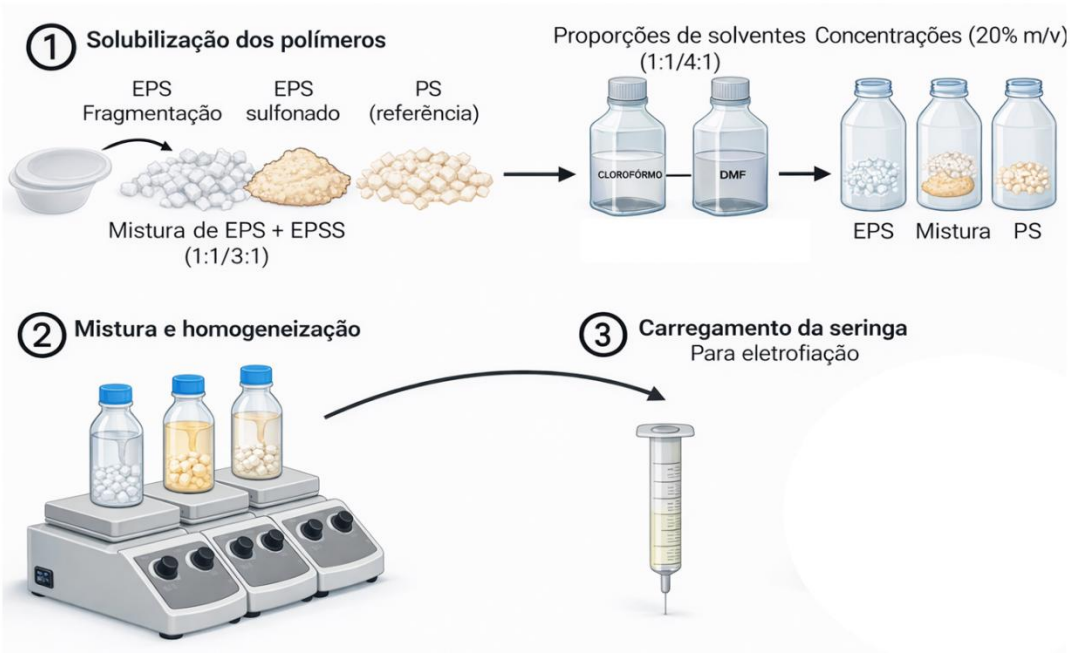
As condições específicas da composição das blendas e a escolha de solventes estão detalhadas na Tabela 3. O procedimento experimental completo, desde a fragmentação até o carregamento da seringa, está representado na Figura 15.

Tabela 3 - Condições de preparo do poliestireno expandido sulfonado e das blendas

Amostra	Massa EPSS (g)	Massa EPS (g)	Solventes (clorofórmio: DMF)	Concentração % (m/v)
EPSS 4	1,00	-	(1:1)	20
EPSS 5	1,00	-	(4:1)	20
EPSS 6	0,50	0,50	(4:1)	20
EPSS 7	0,75	0,25	(4:1)	20

Fonte: autor, 2025.

Figura 15 - Preparação das soluções poliméricas de poliestireno (PS) virgem e poliestireno expandido (EPS) resíduo (nas formas sulfonada e não sulfonada).



Fonte: autor, 2025.

4.6 Eletrofiação e preparação das membranas

O processamento das soluções poliméricas foi realizado em um sistema de eletrofiação configurado horizontalmente, operando em ambiente aberto. O aparato consistiu em uma bomba de infusão para controle da vazão, uma fonte de alta tensão e um coletor metálico cilíndrico revestido com papel alumínio, operando sob rotação contínua para garantir a deposição uniforme das fibras (Figura 16).

A variação desses parâmetros visou o controle rigoroso da morfologia das fibras e da porosidade das membranas, propriedades fundamentais para otimizar a permeabilidade e a área superficial de contato durante os ensaios de adsorção iônica.

Tabela 4 - Definição dos parâmetros para a eletrofição das soluções.

Amostra	Tensão (kV)	Vazão $\mu\text{L}/\text{min}$	Distância (cm)	Agulha (mm)	Solvente (clorofórmio: DMF)
EPS 1 (residual)	12	400	12	0,80x30	(1:1)
EPS 2 (residual)	15	400	12	0,80x30	(4:1)
PS 3 (virgem)	15	400	12	0,80x30	(4:1)
EPSS 4	12	400	12	0,80x30	(1:1)
EPSS 5	12	400	12	0,80x30	(4:1)
EPSS 6	15	400	12	0,80x30	(4:1)
EPSS 7	15	400	12	0,80x30	(4:1)

Fonte: autor, 2025.

4.7 Técnicas de caracterização

A caracterização das membranas é essencial para compreender sua microestrutura, propriedades físico-químicas e o desempenho final no processo de adsorção. Esta etapa permite avaliar a viabilidade técnica da reciclagem do EPS residual em comparação ao poliestireno (PS) virgem de referência, evidenciando o potencial de valorização desses resíduos. Para tanto, foram empregadas as técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), Difração de Raios X (DRX), Análise Termogravimétrica (TGA), medidas de ângulo de contato, além de testes de filtração monitorados por Espectroscopia de Absorção no Ultravioleta-Visível (UV-Vis) e Fluorescência de Raios X (FRX).

4.7.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A morfologia das membranas de EPS, nas formas sulfonada e não sulfonada, foi analisada por Microscopia Eletrônica de Varredura em um equipamento de alta resolução JSM-IT500HR, no Centro Multiusuário para Análise de Fenômenos Biomédicos (CMABIO) da Universidade do Estado do Amazonas (UEA). Para garantir a condutividade elétrica, as amostras receberam um revestimento de platina via *sputtering* (LEICA, EM ACE600). A distribuição do diâmetro das fibras foi quantificada com o auxílio do *Software ImageJ*, a partir da análise de 100 fibras selecionadas aleatoriamente em micrografias com ampliação de 100x.

4.7.2 Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)

A estrutura química do EPS (puro e eletrofiado), do PS virgem (referência) e da membrana funcionalizada foi avaliada por FTIR com módulo de reflexão total atenuada (ATR). Esta técnica foi utilizada para identificar as ligações químicas e os grupos funcionais, permitindo comparar o material residual com o PS virgem e confirmar a incorporação dos grupos sulfônicos ($-\text{SO}_3\text{H}$) na matriz polimérica após a modificação química.

As análises foram conduzidas em um espectrômetro Cary 630, no Laboratório de Materiais de Polímeros Nanoestruturados (NANOPOL/UFAM). A faixa espectral adotada foi de $680\text{--}4.000\text{ cm}^{-1}$, com resolução espectral de 4 cm^{-1} e acúmulo de 8 varreduras. Foram adquiridos espectros da amostra e da linha de base para permitir a identificação precisa das bandas características.

4.7.3 Difração de Raios X (DRX)

As análises de DRX foram realizadas para investigar a organização estrutural das membranas de poliestireno antes e após a sulfonação, visando identificar alterações no arranjo molecular do polímero. Os ensaios ocorreram na Central Analítica do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Amazonas (IFAM, CMC) utilizando um difratômetro Shimadzu XRD-7000, operando com radiação Cu-K α ($\lambda = 0,15406$ nm). Os difratogramas foram obtidos em um intervalo de ângulo 2θ entre 10° e 80° , com uma velocidade de varredura constante de $2^\circ/\text{min}$.

4.7.4 Análise Termogravimétrica (TGA)

As análises de TGA foram conduzidas para investigar a estabilidade térmica e os estágios de decomposição das membranas sulfonada e não sulfonada, permitindo avaliar o impacto da modificação química no comportamento térmico do material. Adicionalmente, os dados obtidos foram utilizados para determinar o grau de sulfonação (DS), conforme a metodologia proposta por Silva et al. (2025).

Os ensaios foram realizados em um analisador térmico SDT Q600 (TA *Instruments*), no Laboratório de Pesquisas e Ensaio de Combustíveis da UFAM, utilizando amostras com massas de 3,558 mg (não sulfonada) e 3,141 mg (sulfonada). O aquecimento ocorreu na faixa de 20 a 600°C , sob taxa constante de $10^\circ\text{C min}^{-1}$, em atmosfera inerte de nitrogênio com fluxo de 60 mL min^{-1} .

4.7.5 Ângulo de contato

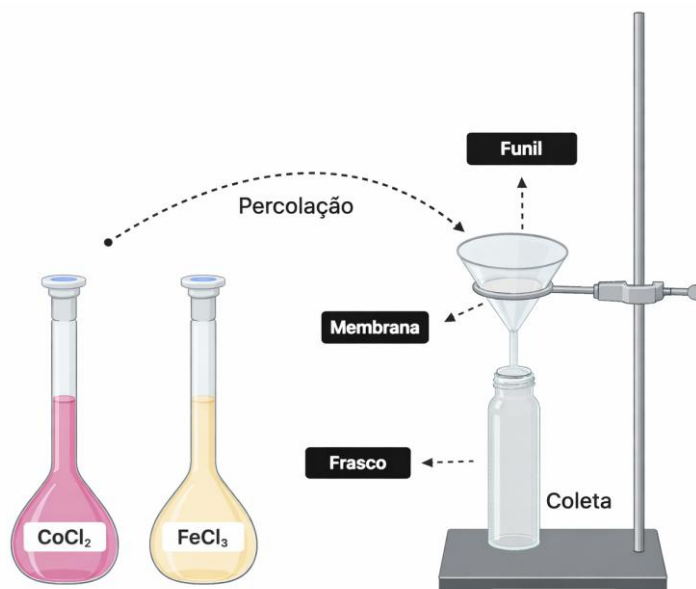
A molhabilidade superficial da membrana de EPS não sulfonada e sulfonada (blenda) foi determinada por meio de medidas de ângulo de contato, a fim de quantificar a transição da hidrofobicidade intrínseca do poliestireno para a hidrofiliabilidade esperada após a inserção dos grupos sulfônicos. As medidas foram realizadas em um goniômetro (DATAPHYSICS), no LAMAN/UFAM, através da deposição de $5\text{ }\mu\text{L}$ de água destilada sobre a superfície de cada amostra. O comportamento da gota foi monitorado por 7 minutos via *Software* DPIMAX, permitindo observar a estabilidade da interação. O grau de interação e a classificação das superfícies foram determinados de acordo com os critérios de Rajak et al. (2020): super-

hidrofílica (0°), hidrofílica ($0-90^\circ$), hidrofóbica ($90-120^\circ$), ultra-hidrofóbica ($120-150^\circ$) e super-hidrofóbica ($> 150^\circ$).

4.7.6 Avaliação da eficiência na remoção de íons metálicos

A capacidade da membrana sulfonada em remover íons Fe^{3+} e Co^{2+} foi avaliada em um sistema de filtração por percolação (Figura 17). A membrana foi previamente imersa na solução de hidróxido de sódio 0,5 mol/L por 24h. A eficiência de adsorção foi monitorada por espectrofotometria de absorção no ultravioleta-visível (UV-Vis), em um equipamento de feixe duplo do Laboratório de Métodos Espectroscópicos (LAMESP/UFAM), operando na faixa de 190 a 800 nm. O desempenho foi determinado pela comparação das absorbâncias das soluções antes e após a passagem pela membrana.

Figura 17 - Configuração do sistema de filtração utilizado para a avaliação da eficiência de adsorção de íons metálicos pela membrana sulfonada.



Fonte: autor, 2025.

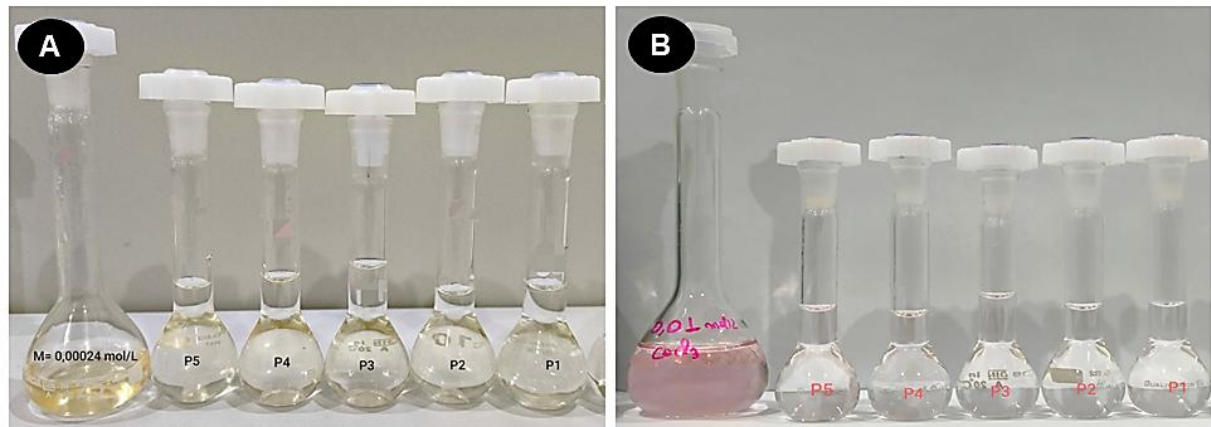
Para a quantificação iônica, foram construídas curvas analíticas de calibração fundamentadas na lei de Beer-Lambert, considerando a região de maior absorção característica. Para esse fim, prepararam-se soluções estoque de cloreto de ferro (III) hexa-hidratado ($2,4 \times 10^{-4}$ mol/L) e cloreto de cobalto (II) hexa-hidratado ($1,0 \times 10^{-2}$ mol/L), ambos com volume final de 50 mL. A partir destas, obtiveram-se cinco soluções padrão de 10 mL via diluição sucessiva, cujos volumes e concentrações finais estão detalhados na tabela 5 e ilustrado na Figura 18.

Tabela 5 - Parâmetros de diluição para as curvas padrão (FeCl₃ e CoCl₂).

Amostra	Vol. retirado (mL)	Concentração (mol/L) (FeCl ₃)	Vol. retirado (mL)	Concentração (mol/L) (CoCl ₂)
P1	1	$2,4 \times 10^{-5}$	1,5	$1,5 \times 10^{-3}$
P2	2	$4,8 \times 10^{-5}$	3	$3,0 \times 10^{-3}$
P3	3	$7,2 \times 10^{-5}$	4	$4,0 \times 10^{-3}$
P4	4	$9,6 \times 10^{-5}$	5	$5,0 \times 10^{-3}$
P5	5	$1,2 \times 10^{-4}$	6	$6,0 \times 10^{-3}$

Fonte: autor, 2025.

Figura 18 - Soluções concentradas e padrões utilizadas para construção da curva padrão: A) Cloreto de ferro III; B) Cloreto de cobalto II.



Fonte: autor, 2025.

As leituras de absorvância foram realizadas da menor para a maior concentração para evitar efeitos de memória e saturação do detector. As equações lineares da reta e os coeficientes de determinação (R^2) obtidos das curvas permitiram calcular as concentrações residuais pós-filtração.

Complementarmente, a presença de íons metálicos retidos na estrutura fibrosa e do enxofre (indicador da sulfonação) foram verificadas por fluorescência de raios X (FRX). As análises foram conduzidas em um Espectrômetro portátil de alto desempenho (Bruker, S1 Titan), equipado com tubo de raios X de 50 kV, do Departamento da Polícia Federal, na Superintendência do Estado do Amazonas.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Avaliação preliminar: Estabilidade reológica e parâmetros de eletrofiação

A definição das condições ideais para a produção das membranas baseou-se em ensaios preliminares que avaliaram a solubilidade do polímero puro e das blendas e a estabilidade do processo de eletrofiação. Esta etapa de triagem foi fundamental para estabelecer os parâmetros de processamento necessários para a obtenção de fibras contínuas e sem defeitos macroscópicos.

A avaliação da solubilização foi realizada de forma visual, observando-se a homogeneidade ou heterogeneidade das misturas após o período de agitação. Durante a eletrofiação, a estabilidade operacional foi monitorada qualitativamente através da observação direta do jato polimérico e da formação do cone de Taylor. A Tabela 6 sintetiza os resultados qualitativos observados durante o preparo das soluções e o processo de eletrofiação.

Tabela 6 - Avaliação da solubilização e eletrofiação das blendas sulfonadas e dos polímeros puros.

Amostra	Solventes (clorofórmio: DMF)	Observações de processamento
EPS 1 (residual)	(1:1)	Solubilização adequada; jatos estáveis; formação de uma manta fibrosa.
EPS 2 (residual)	(4:1)	Solubilização e viscosidade adequadas; jatos muito estáveis; manta uniforme e coesa.
PS 3 (virgem)	(4:1)	Jatos estáveis; manta fibrosa de boa qualidade.
EPSS 4	(1:1)	Incompatibilidade; separação de fases.
EPSS 5	(4:1)	Baixa viscosidade; jatos instáveis com gotículas.
EPSS 6	(4:1)	Jatos estáveis; fibras de boa qualidade.
EPSS 7	(4:1)	Ejeção contínua; estabilidade superior do cone de Taylor; manta fibrosa definida.

Fonte: autor, 2025.

Os testes preliminares indicaram que a utilização do sistema solvente clorofórmio: DMF, na proporção 1:1 (v/v), resultou na precipitação do poliestireno sulfonado (EPSS 4), evidenciando a formação de duas fases macroscópicas distintas, correspondentes ao polímero precipitado e à fase líquida do solvente. Em contraste, a proporção 4:1 (v/v) garantiu a

solubilização adequada tanto para o EPS residual quanto para as blendas sulfonadas (EPSS 5, 6 e 7), permitindo a formação de soluções homogêneas e o avanço para a etapa de processamento.

No que tange ao comportamento na eletrofiação, observou-se que o polímero sulfonado puro (EPSS 5) não possuía viscosidade suficiente para manter a estabilidade do jato, resultando predominantemente na pulverização de gotículas em vez de fibras. Esse comportamento pode ser atribuído à baixa viscosidade da solução polimérica, a qual inviabilizou a formação contínua e estável de fibras. A viabilização do processo foi alcançada apenas mediante a preparação de blendas com o polímero puro, onde o EPS residual atuou como suporte estrutural, conferindo a estabilidade reológica necessária.

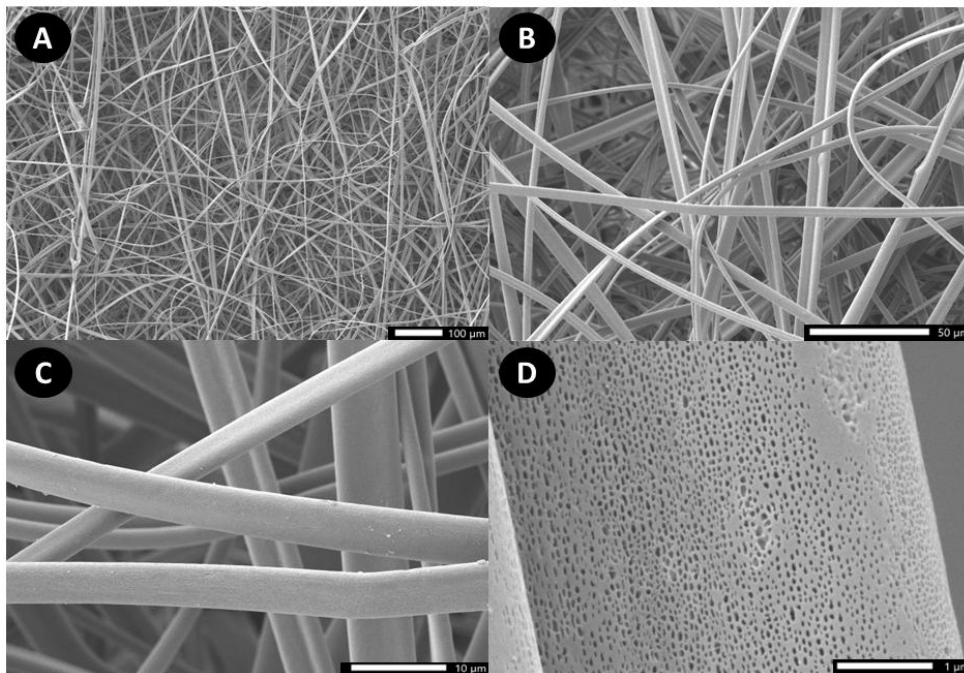
Dentre as composições testadas, a amostra EPSS 7 (proporção 0,75:0,25) destacou-se por apresentar uma ejeção contínua e jatos mais estáveis sob tensão de 15 kV. Esta condição foi selecionada como ideal, pois equilibra a funcionalidade dos grupos sulfônicos ($-\text{SO}_3\text{H}$) com a integridade morfológica da manta fibrosa. Com base nesses resultados, as membranas EPS2 e EPSS7 foram selecionadas para as etapas subsequentes de caracterização morfológica e físico-química, sendo apenas a EPSS7 utilizada nos ensaios de adsorção iônica.

5.2 Análise morfológica e distribuição de diâmetros das fibras

A caracterização morfológica por MEV foi realizada em diferentes ampliações, permitindo a avaliação da textura superficial e da distribuição de diâmetros das fibras. As micrografias revelaram que ambas as membranas apresentam uma rede fibrosa tridimensional típicas de materiais obtidos por eletrofiação, composta por fibras contínuas e distribuídas aleatoriamente.

A membrana de EPS não sulfonada exibiu uma estrutura densa e relativamente homogênea (Figura 19-A). Em maiores ampliações (Figura 19-B e Figura 19-C), observa-se um entrelaçamento uniforme das fibras, com diâmetros bem definidos e ausência de defeitos pronunciados, embora sejam identificadas fibras parcialmente achatadas em regiões pontuais. Na maior ampliação (Figura 19-D), nota-se com maior nitidez que as fibras apresentam superfície levemente rugosa, com poros finos distribuídos ao longo de sua extensão, contribuindo para o aumento da área superficial da membrana.

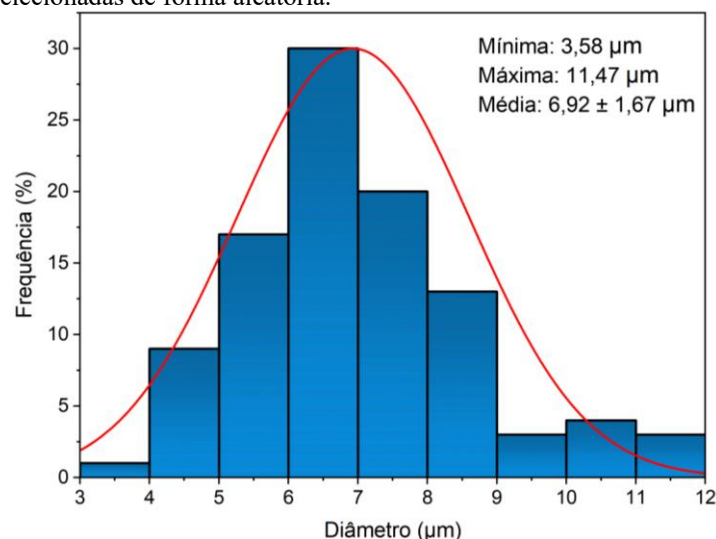
Figura 19 - Micrografias MEV da membrana de EPS não sulfonada, em diferentes ampliações: A) 100x; B) 500x; C) 2.000x; D) 20.000x.



Fonte: autor, 2025.

A distribuição dos diâmetros das fibras da membrana não sulfonada é apresentada no histograma da Figura 20, obtida com análise estatística a partir das micrografias com aumento 100x. A curva gaussiana sobreposta ao histograma representa o ajuste da distribuição normal aos dados experimentais, permitindo avaliar a homogeneidade do processo de eletrofiação.

Figura 20 - Histograma da distribuição do diâmetro das fibras da membrana de EPS não sulfonada, baseado na análise de 100 fibras selecionadas de forma aleatória.

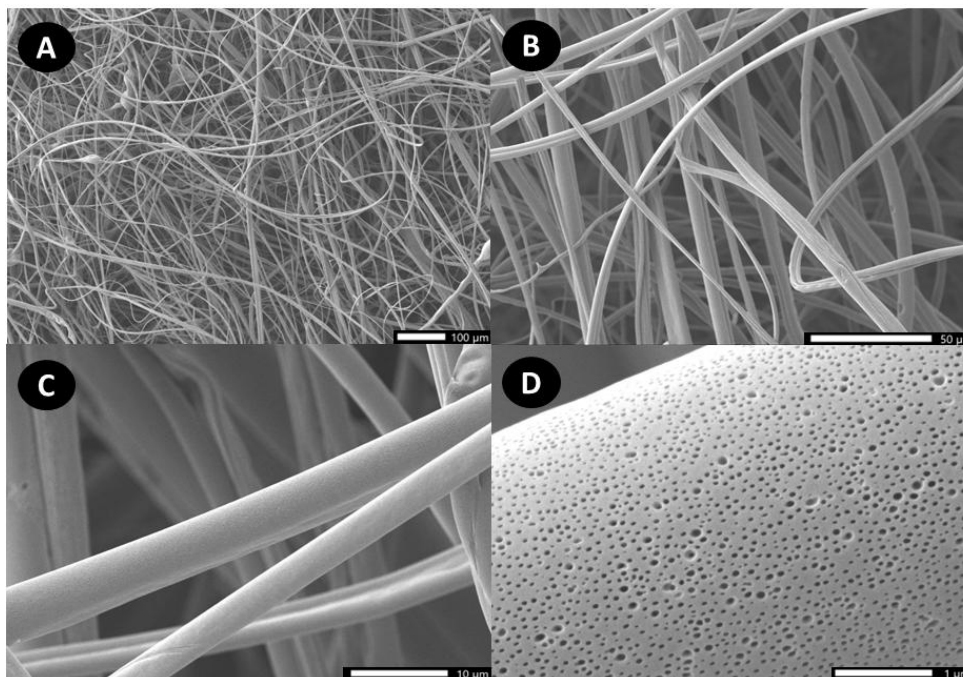


Fonte: autor, 2025.

Os diâmetros das fibras variam entre 3,58 μm e 11,47 μm , com média de $6,92 \pm 1,67 \mu\text{m}$. Observa-se um perfil de distribuição aproximadamente normal, com maior frequência concentrada entre 6,00 e 7,00 μm , indicando um bom controle do processo de eletrofiação e a relativa uniformidade dimensional das fibras, em concordância com as observações morfológicas obtidas por MEV. O baixo desvio padrão reflete uma distribuição relativamente estreita dos diâmetros, corroborando com a homogeneidade morfológica observada nas micrografias, apesar de pequenas irregularidades localizadas.

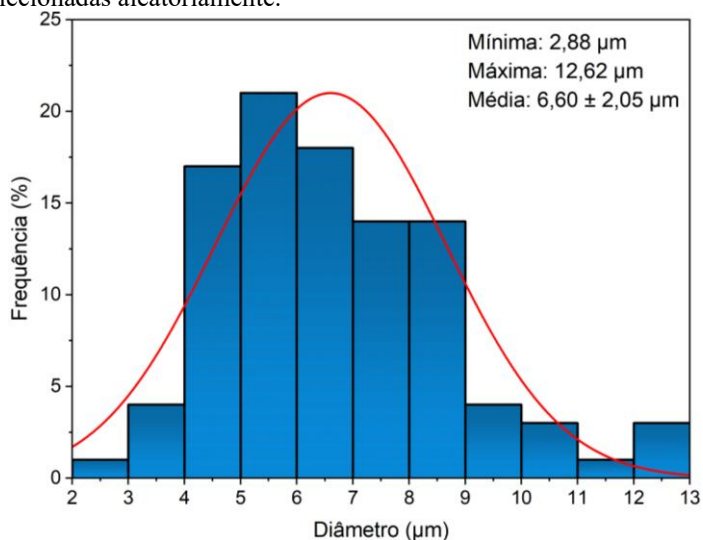
Em contrapartida, a membrana de EPS sulfonada apresentou uma morfologia mais heterogênea (Figura 21). Em menor ampliação (Figura 21-A), notou-se a coexistência de fibras com diferentes espessuras e a presença pontual de aglomerados, sugerindo uma maior instabilidade do jato polimérico devido às alterações de condutividade e viscosidade provocadas pelos grupos sulfônicos. Na Figura 21-B e Figura 21-C, observa-se com mais nitidez o entrelaçamento irregular, com coexistência de fibras cilíndricas com diferentes diâmetros e parcialmente achatadas, indicando maior instabilidade durante o processo de eletrofiação. A superfície dessas fibras (Figura 21-D) exibiu uma rugosidade mais pronunciada e porosidade distribuída ao longo do comprimento, características favoráveis à adsorção iônica. O histograma de distribuição de diâmetros das fibras da membrana sulfonada é ilustrado na Figura 22, corroborando com essa heterogeneidade estrutural observada nas micrografias.

Figura 21 - Micrografias MEV da membrana de EPS sulfonado, em diferentes ampliações: A) 100x; B) 500x; C) 2.000x; D) 20.000x.



Fonte: autor, 2025.

Figura 22 - Histograma da distribuição do diâmetro das fibras da membrana de EPS sulfonada, obtido a partir da análise de 100 fibras selecionadas aleatoriamente.



Fonte: autor, 2025.

O histograma da membrana sulfonada revelou diâmetros entre 2,88 μm e 12,62 μm, com média de $6,60 \pm 2,05$ μm. Embora o diâmetro médio seja próximo ao da membrana não sulfonada, o aumento do desvio padrão reflete a maior variabilidade dimensional após a modificação química.

De modo geral, ambas as membranas apresentam diâmetros característicos de fibras micrométricas obtidas por eletrofiação. No entanto, a membrana não sulfonada demonstra maior uniformidade morfológica, enquanto a membrana sulfonada apresenta maior variabilidade dimensional. Essas diferenças podem ser atribuídas às modificações nas propriedades da solução polimérica decorrentes da sulfonação, como alterações na viscosidade, condutividade elétrica e interação polímero-solvente, que influenciam diretamente a estabilidade do jato durante a eletrofiação, conforme reportadas por Li et al. (2023).

A formação desses poros pode estar associada à elevada taxa de vazão da solução polimérica e à evaporação incompleta do solvente durante a eletrofiação (LI et al. 2023). Além disso, as irregularidades morfológicas podem estar atribuídas à instabilidade do jato polimérico, influenciada por parâmetros como viscosidade da solução, tensão aplicada e distância entre a agulha-coletor (GORENINSKII et al., 2024; LIMA et al., 2024; TOPUZ et al., 2021).

Esses resultados reforçam a importância do controle rigoroso dos parâmetros de eletrofiação para a obtenção de membranas fibrosas com morfologia controlada e propriedades otimizadas (SINGH; LYE e MIAO, 2021).

A membrana sulfonada possui características morfológicas superiores para aplicações em filtração e adsorção iônica devido à combinação de grupos sulfônicos ativos e a elevada porosidade superficial, fatores que contribuem para o aumento da área superficial e da afinidade por íons metálicos.

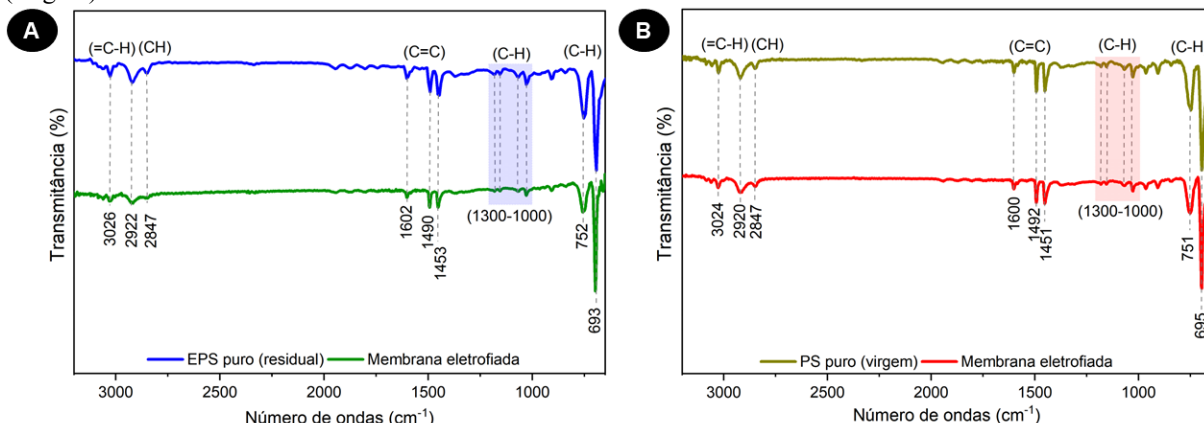
5.3 Caracterização Química por FTIR

A espectroscopia de infravermelho (FTIR-ATR) foi utilizada para confirmar a identidade estrutural do poliestireno expandido (EPS) após a eletrofiação e validar a inserção dos grupos sulfônicos.

5.3.1 Membranas não sulfonadas (PS e EPS)

Os espectros vibracionais do PS virgem eletrofiado e do EPS residual (puro e eletrofiado) apresentaram perfis essencialmente idênticos, confirmando que o material reciclado mantém a mesma base química do polímero virgem e que o processo de eletrofiação não altera sua estrutura, conforme reportado no estudo de Lima et al. (2024). As bandas de ambos polímeros são apresentadas na Figura 23.

Figura 23 - Espectros de FTIR-ATR antes e após o processamento por eletrofição: A) EPS residual; B) PS (virgem).



Fonte: autor, 2025.

As bandas fundamentais incluem ao modo vibracional de estiramento ($=C-H$) aromático em 3024 cm^{-1} e 3026 cm^{-1} (RAJAK et al., 2020; WANG et al., 2024). Além disso, as bandas entre 2920 cm^{-1} e 2847 cm^{-1} referem-se, respectivamente, à vibração de estiramento assimétrica e simétrica da ligação (C-H) do grupo metileno (CH_2) alifáticos (ABDELHAFIZ et al., 2023; AOUCHICHE et al., 2022). As vibrações de estiramento das ligações (C=C) do esqueleto do anel benzênico aparecem em 1600 cm^{-1} , 1492 cm^{-1} e 1451 cm^{-1} (REZEKI et al., 2024). A região entre 1300 e 1000 cm^{-1} apresenta bandas atribuídas às vibrações de flexão no plano das ligações (C-H) (THAMER et al., 2024). As bandas localizadas em 751 cm^{-1} e 695 cm^{-1} indicam vibrações de deformações fora do plano das ligações (C-H), característico do anel benzênico mono-substituído (ARROSYID et al., 2023).

Nas membranas eletrofiadas de PS e EPS residual, todas as bandas características foram mantidas. Isso indica que o processo de dissolução do EPS e posterior formação da membrana não alteram sua estrutura química, o que válida a identidade química do material e reforça a viabilidade do processo de reciclagem por eletrofição (WU et al., 2025; DOĞAN et al., 2022).

Contudo, observou-se uma redução na intensidade das bandas e pequenos deslocamentos para menores e maiores números de ondas. Esse fenômeno é atribuído a fatores físicos, a alta porosidade, rugosidade superficial das fibras e a menor espessura das fibras, que aumentam o espalhamento da luz infravermelha sem indicar mudanças nas ligações químicas (OLEIWI et al., 2024; RAJAK et al., 2020).

Os espectros vibracionais (FTIR) obtidos são consistentes com aqueles reportados na literatura. A Tabela 7 apresenta a correlação entre as principais bandas de absorção observado

no poliestireno (PS/EPS) e seus respectivos modos vibracionais, conforme descrito na literatura.

Tabela 7 - Bandas de absorção no espectro de infravermelho (FTIR-ATR) e modos vibracionais do poliestireno (EPS/PS).

Número de ondas (cm ⁻¹)	Modo vibracional	Referência
3024-3026	Estiramento (=C-H) do anel benzênico.	(WANG et al., 2024)
2920-2922	Estiramento assimétrico (C-H) do grupo CH ₂ .	(ABDELHAFIZ et al., 2023)
2847	Estiramento simétrico (C-H) do grupo CH ₂ .	(RAJAK et al., 2019)
1600;1492;1452	Estiramento (C=C) do anel benzênico.	(REZEKI et al., 2024)
1300-1000	Flexão no plano das ligações (C-H).	(THAMER et al., 2024)
751-695	Deformação (C-H) fora do plano (mono-substituído).	(ARROSYID et al., 2023)

Fonte: autor, 2025.

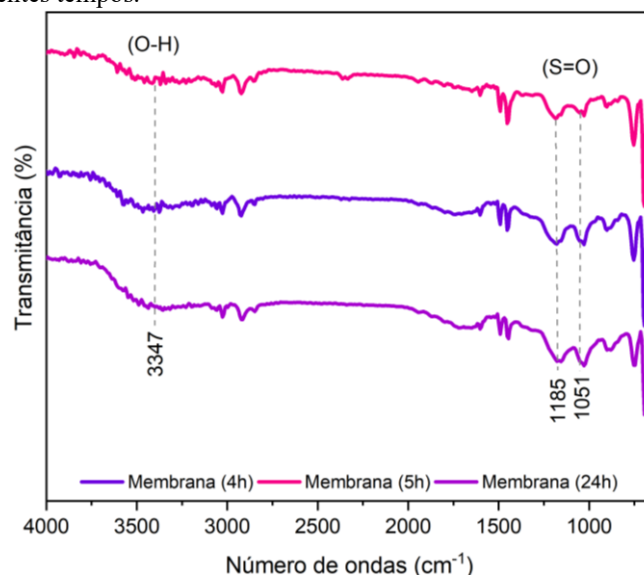
5.3.2 Confirmação de grupos sulfônicos

A funcionalização foi avaliada por meio das rotas heterogênea (imersão) e homogênea (acetilsulfato), com foco na identificação das bandas de estiramento (O-H) e (S=O) incorporadas no anel aromático do poliestireno.

5.3.2.1 Sulfonação por imersão em ácido sulfúrico

A imersão em ácido sulfúrico a 20% revelou bandas em 3347, 1185 e 1051 cm⁻¹, confirmando a introdução bem-sucedida dos grupos sulfônicos (–SO₃H) nos tempos de 4, 5 e 24 horas (Figura 24). Entretanto, concentrações de ácido superiores a 40% ou tempos de exposição inadequados (como 6 horas) causaram instabilidade, resultando em degradação da cadeia polimérica ou reversão da sulfonação, o que impediu a detecção espectroscópica das bandas funcionais.

Figura 24 - Espectros de FTIR-ATR das membranas de sulfonadas via rota heterogênea por imersão em ácido sulfúrico (20%) em diferentes tempos.



Fonte: autor, 2024.

A banda em 3347 cm⁻¹ é atribuída ao estiramento da hidroxila (O-H) do grupo sulfônico (-SO₃H) (LEÓN-CONDÉS et al., 2019), indicando também a natureza hidrofílica adquirida pelo polímero sulfonado após absorção de água (AFIFI et al., 2024). As bandas intensas em 1185 cm⁻¹ e 1051 cm⁻¹ correspondem, respectivamente, aos modos de estiramento assimétrico e simétrico das ligações (S=O) (CHANG et al., 2022; JIA et al., 2019).

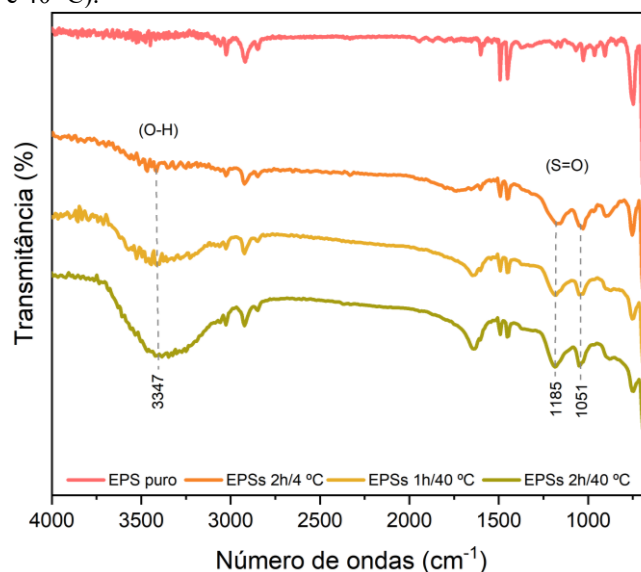
Ressalta-se que a natureza hidrofóbica do EPS dificulta a difusão homogênea do agente sulfonante, limitando a eficácia dessa rota e favorecendo reações indesejadas em detrimento da sulfonação controlada (JALAL et al., 2020). Esse comportamento indica que, em meio mais diluído (20%), ocorre maior favorecimento do ataque eletrofílico ao anel aromático do poliestireno, conforme demonstrado por Jalal et al., (2020). Diante desses resultados, optou-se pela sulfonação homogênea utilizando acetilsulfato, uma vez que essa alternativa proporciona maior controle das condições reacionais e maior eficiência na introdução dos grupos sulfônicos na estrutura do polímero.

5.3.2.2 Sulfonação homogênea com acetilsulfato

A rota de sulfonação homogênea mostrou-se mais eficiente e controlada. O surgimento das bandas em 3347 cm⁻¹ (O-H) e o par intenso em 1185 cm⁻¹ e 1051 cm⁻¹ (S=O) ratificam a inserção bem-sucedida dos grupos sulfônicos no anel aromático do poliestireno (AFIFI et al.,

2024; CHANG et al., 2022; FAROUQ, 2022; JIA et al., 2019). A Figura 25 apresenta os espectros vibracionais das amostras sulfonadas obtidas em diferentes condições reacionais.

Figura 25 - Espectros de FTIR-ATR do EPS sulfonado via rota homogênea em diferentes condições de tempo (1h e 2h) e temperatura (4 °C e 40 °C).



Fonte: autor, 2025.

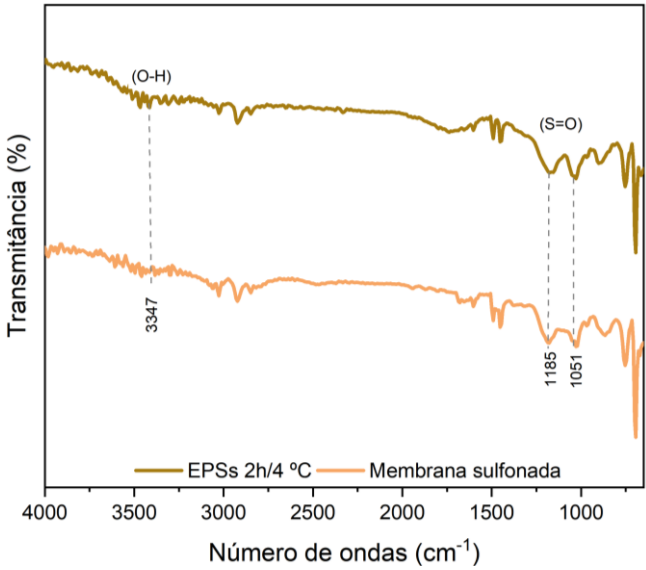
Observou-se que o aumento da intensidade dessas bandas com o incremento do tempo de reação e da temperatura sugere um maior grau de funcionalização da matriz polimérica (BALDING et al., 2022; ZENNAKI et al., 2024a). No entanto, a reação conduzida a 4 °C promoveu uma sulfonação mais branda e controlada, enquanto a 40 °C induziu reações colaterais e processos oxidativos, evidenciada pela coloração marrom da solução.

Os espectros indicam a preservação das principais características do poliestireno, evidenciando que a cadeia polimérica principal permaneceu estruturalmente intacta após a sulfonação. Em contrapartida, a atenuação das bandas em 751 cm⁻¹ e 695 cm⁻¹, associadas às vibrações fora do plano do anel aromático, evidencia a substituição parcial dos hidrogênios do anel benzênico pela inserção de grupos sulfônicos, conforme o mecanismo de sulfonação eletrofílica (YE; PAN e SHEN, 2022).

Na eletrofiação da blenda sulfonada, essas bandas características também foram mantidas, confirmando que a membrana final carrega os sítios ativos necessários para a adsorção iônica (Figura 26). Em comparação, a reação a 4 °C promoveu um controle reacional superior, resultando em um material mais integro e eficaz para as aplicações pretendidas. As

principais bandas do poliestireno sulfonado estão sintetizadas na Tabela 8, conforme descrito na literatura.

Figura 26 - Espectros de FTIR-ATR do EPSS e da membrana sulfonada (blenda) confirmando a preservação dos grupos funcionais.



Fonte: autor, 2025.

Tabela 8 - Bandas características introduzidas pela sulfonação.

Número de ondas (cm ⁻¹)	Modo vibracional	Referência
3340-3347	Estiramento (-OH) do grupo sulfônico.	(LEÓN-CONDÉS et al., 2019)
1185-1188	Estiramento assimétrico (S=O) do grupo sulfônico.	(JIA et al., 2019)
1045-1051	Estiramento simétrico (S=O) do grupo sulfônico.	(PUTRI et al., 2023)

Fonte: autor, 2025.

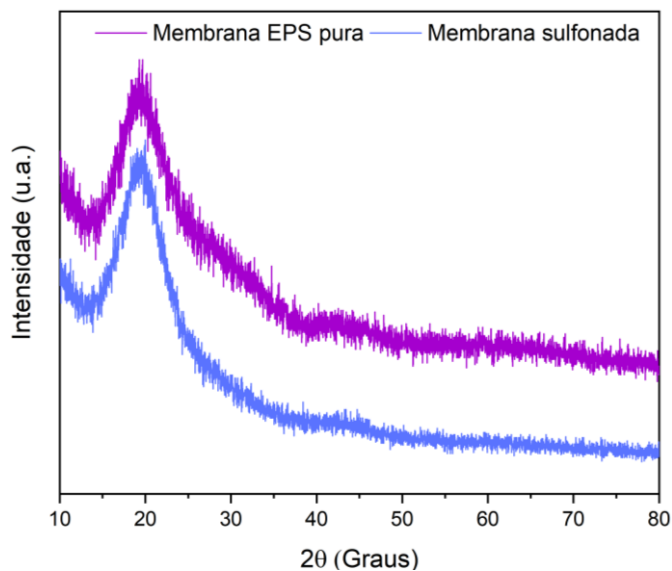
Ambos os métodos de sulfonação demonstram-se ser viáveis na introdução de grupos funcionais no anel aromático do poliestireno, com limitação para a rota heterogênea por imersão. Porém, a rota com acetilsulfato a 4 °C, mostrou-se eficiente, promovendo uma reação direta, mais branda e eficaz no meio reacional. Por sua vez, a rota numa temperatura mais elevada mostrou-se menos eficiência quando o intuito é o controle reacional.

5.4 Análise da organização estrutural e arranjo molecular por DRX

A análise de difração de raios X (DRX) foi realizada para investigar o arranjo molecular do EPS eletrofiado e os efeitos da inserção dos grupos sulfônicos na organização estrutural do

polímero. A comparação entre os difratogramas permitiu identificar possíveis alterações no grau de organização estrutural e na distribuição das cadeias poliméricas decorrentes da inserção de grupos sulfônicos na matriz do polimérica. Os difratogramas obtidos para as membranas sulfonada e não sulfonada estão representados na Figura 27.

Figura 27 - Difratogramas de Raios X (DRX) das membranas de EPS puro e blenda sulfonada, evidenciando a manutenção do arranjo molecular amorfo.



Fonte: autor, 2025.

Na membrana de EPS não sulfonada, observa-se um halo difuso amplo centrado em torno de $2\theta = 19,3^\circ$, o que é característico da natureza predominantemente amorfa do poliestireno e reflete o empacotamento de curto alcance de suas cadeias e as interações entre anéis aromáticos (RAJAK et al., 2019; KHALIQ et al., 2025; MANURUNG et al., 2021).

Após a sulfonação, a membrana (blenda) manteve seu caráter amorfo, conforme evidenciado pela persistência do halo difuso. No entanto, observa-se uma leve redução da intensidade e uma modificação do perfil do halo, indicando um aumento da desordem estrutural. Esse fenômeno é atribuído à introdução dos grupos sulfônicos ($-\text{SO}_3\text{H}$), que interferem nas interações intermoleculares e dificultam um empacotamento mais organizado das cadeias poliméricas (SALMAN e ALSHAMSI, 2022).

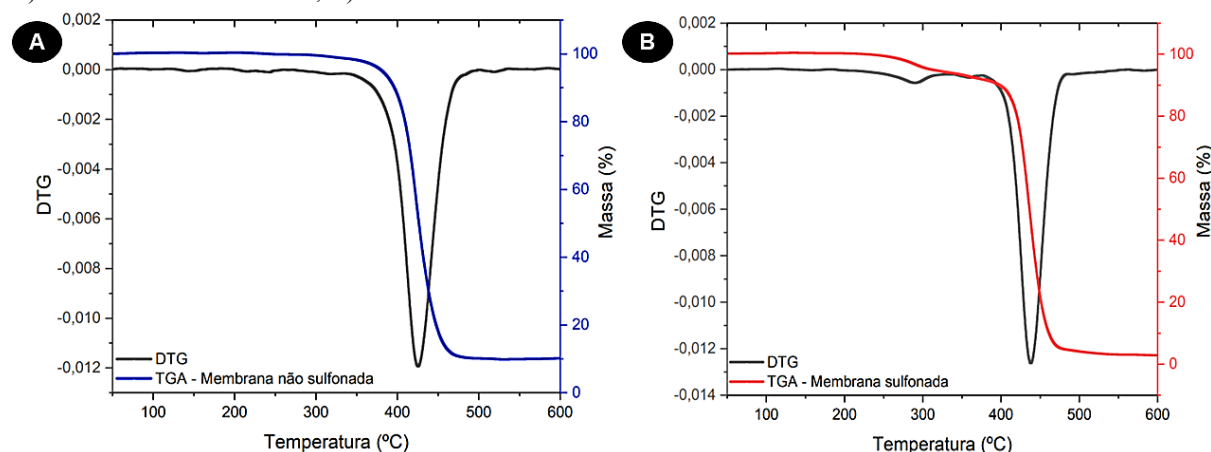
A ausência de picos de difração estreitos em ambos os casos confirma que a modificação química não induziu a formação de fases cristalinas. Estes resultados corroboram estudos de Wang et al. (2024), Khaliq et al. (2025) e Salman e Alshamsi (2022), que relataram a atenuação significativa do halo difuso e ao aumento da desorganização estrutural da matriz polimérica

após a sulfonação do poliestireno. Assim, conclui-se que a funcionalização promove alterações moleculares significativas sem comprometer a natureza amorfa original do material.

5.5 Comportamento e estabilidade térmica das membranas

A caracterização térmica das membranas de EPS não sulfonado e sulfonado (blenda) permitiu avaliar a estabilidade térmica, os estágios de decomposição e o impacto da inserção dos grupos funcionais na matriz polimérica. A Figura 28 apresenta as curvas de TGA e DTG (derivada da perda de massa) para as membranas não sulfonada e sulfonada, registradas de aproximadamente 50 a 600 °C.

Figura 28 - Curvas termogravimétricas (TGA) e a derivada da perda de massa (DTG) em função da temperatura: A) Membrana não sulfonada; B) Membrana sulfonada.



Fonte: autor, 2025.

A membrana não sulfonada exibiu elevada estabilidade térmica inicial, com perda de massa insignificante até aproximadamente 355 °C, confirmando a ausência de grupos funcionais termicamente instáveis. O principal evento de degradação térmica ocorreu de forma abrupta entre 355 °C e 485 °C, resultando em uma perda de massa acentuada.

A curva de DTG confirma esse comportamento, apresentando um único pico intenso de degradação, com temperatura de máxima taxa de decomposição em aproximadamente 425 °C. Esse evento é atribuído à despolimerização do poliestireno, associada à cisão das ligações C-C da cadeia principal, com liberação de monômeros de estireno e oligômeros aromáticos, como benzeno e tolueno (AFIFI et al., 2024; BADDAM; IJAOLA e ASMATULU, 2021). Ao final

desse processo, observa-se a estabilização da massa residual, com formação de cerca de 10% de resíduo, decorrente da carbonização parcial do material.

Em contraste, a membrana sulfonada apresentou um perfil de degradação em dois estágios principais, refletindo a modificação estrutural decorrente da funcionalização. Observa-se inicialmente uma leve perda de massa abaixo de 150 °C, atribuída à eliminação de umidade absorvida, favorecida pela presença dos grupos sulfônicos hidrofílicos. Entre 255 °C e 355 °C ocorre o primeiro estágio de degradação, com perda discreta de massa de 6,05%, associado à decomposição dos grupos sulfônicos. Esse evento é evidenciado na curva de DTG por dois picos secundários de menor intensidade, indicando a natureza multietapa da decomposição desses grupos funcionais, que apresentam menor estabilidade térmica em relação à cadeia polimérica (AFIFI et al., 2024).

A segunda etapa de degradação ocorre entre 355 °C e 495 °C, sendo predominantemente atribuída à degradação da cadeia principal do polímero (RAN et al. 2025). Nessa faixa, observa-se um pico máximo de degradação em aproximadamente 438 °C, valor superior ao registrado para a membrana não sulfonada (425 °C). O deslocamento do pico de DTG para temperaturas mais elevadas indica que, apesar da presença de grupos termicamente menos estáveis, a sulfonação promoveu uma discreta estabilização térmica da cadeia polimérica. O resíduo final foi de aproximadamente 3%, sugerindo que a funcionalização favorece uma degradação mais completa ou altera o mecanismo de formação de resíduos carbonizados em comparação ao polímero puro, conforme reportado por Salman e Alshamsi (2022).

Esse comportamento térmico mantém-se semelhante ao observado para o EPS não sulfonado, indicando que a estrutura aromática do polímero base é preservada mesmo após a modificação química. Resultados semelhantes foram reportados por Sayed et al. (2025), que observaram uma perda de massa de 97,61% após a sulfonação do poliestireno. Salman e Alshamsi (2022) identificaram perda de massa acentuada, em torno de 99%, atribuída à inserção dos grupos sulfônicos. Ran et al. (2025), observaram um comportamento térmico semelhante para o poliestireno puro, com principal etapa de decomposição na faixa de 300 a 450 °C, associada à cisão das ligações químicas da cadeia polimérica.

Conforme proposto na metodologia de Silva et al. (2025), os dados obtidos via TGA foram utilizados para a determinação do Grau de Sulfonação (DS). Considerou-se a massa molar do mero do poliestireno (104 g/mol) somada à do grupo sulfônico (81 g/mol), totalizando

em 185 g/mol para o poliestireno sulfonado. A fração mássica máxima teórica de grupos sulfônicos no polímero foi estimada pela equação:

$$\% \text{SO}_3\text{H} = \frac{\frac{81\text{g}}{\text{mol}}}{185 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \times 100 \%$$

$$\% \text{SO}_3\text{H} = 43,78 \%$$

A perda de massa experimental associada à decomposição dos grupos sulfônicos, determinada na faixa de 255 °C a 355 °C, foi de 6,05%. O grau de sulfonação foi calculado pela razão entre essa perda de massa experimental e a fração mássica teórica máxima, conforme a relação apresentada a seguir:

$$\% \text{DS} = \frac{6,05}{43,78} \times 100 \%$$

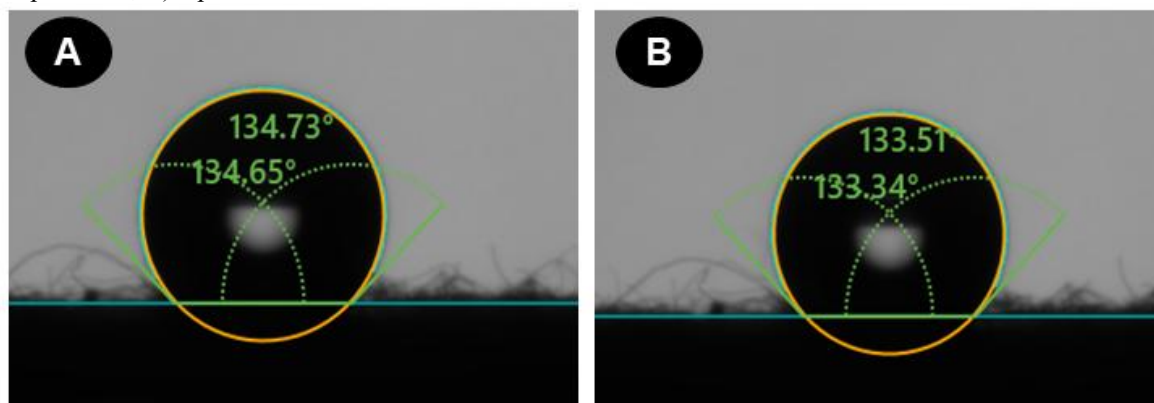
$$\% \text{DS} = 13,9 \%$$

O valor de 13,9% de DS confirma a eficácia da sulfonação homogênea com acetilsulfato e está em consonância com a literatura para polímeros modificados em condições brandas. Em síntese, a sulfonação alterou o comportamento térmico inicial da membrana, introduzindo uma etapa adicional de degradação associada aos grupos, sem comprometer a estabilidade térmica global da matriz polimérica para as aplicações de adsorção pretendidas.

5.6 Análise de molhabilidade e variação do ângulo de contato

A membrana de EPS não sulfonada exibiu elevada hidrofobicidade, com ângulo de contato médio de 134,69° no tempo inicial e 133,43° após 7 minutos de monitoramento (Figura 29). Esta estabilidade temporal da gota confirma a baixa afinidade química entre a superfície apolar do polímero e as moléculas de água, que se mantiveram coesas devido à alta tensão superficial.

Figura 29 - Medidas de ângulo de contato da gota de água na superfície da membrana de EPS não sulfonada: A) Tempo inicial; B) Após 7 minutos de contato.

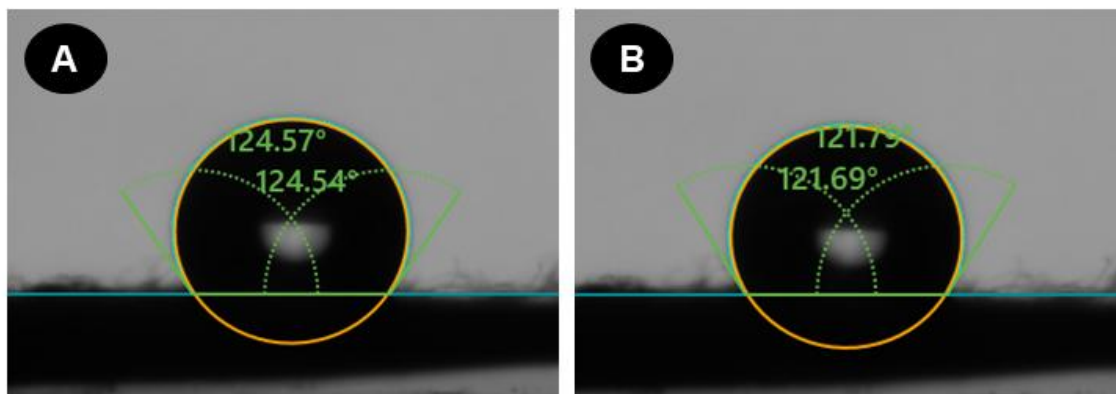


Fonte: autor, 2025.

Esse comportamento é característico do poliestireno, um polímero apolar, constituído predominantemente por ligações C-H, cuja ausência de grupos funcionais polares limita interações intermoleculares com moléculas de água (RAJAK et al., 2019; WU et al., 2025). Por sua vez, a água (H₂O), por ser uma molécula polar, forma ligações de hidrogênio internas entre si, gerando alta coesão interna e elevada tensão superficial. Assim, a água pode apenas permanecer fisicamente retida em poros ou interstícios na membrana, sem afinidade química significativa, não promovendo espalhamento da gota ou absorção efetiva.

Após a modificação química, a membrana de EPS sulfonado (blenda EPSS 7) apresentou uma redução nos ângulos de contato, registrando 124,56° inicialmente e 121,74° após 7 minutos (Figura 30). Embora a redução indique um aumento da afinidade superficial devido à introdução dos grupos polares e hidrofílicos (–SO₃H), os valores ainda enquadram a superfície como hidrofóbica (90-120°), conforme a classificação estabelecida na metodologia.

Figura 30 - Medidas de ângulo de contato da gota de água na superfície da membrana de EPS sulfonada: A) Tempo inicial; B) Após 7 minutos de contato.



Fonte: autor, 2025.

A rugosidade mais pronunciada e a microporosidade distribuída ao longo da superfície das fibras sulfonadas (conforme evidenciado na Figura 21-D) são fatores determinantes que influenciam diretamente o comportamento de molhabilidade observado. Enquanto as fibras de EPS não sulfonadas apresentam uma superfície levemente rugosa com poros finos, a modificação química por sulfonação e a preparação da blenda alteraram significativamente a viscosidade e a condutividade da solução polimérica, resultando em uma textura superficial mais irregular e porosa durante o processo de eletrofiação.

Essa configuração morfológica interage de forma complexa com a modificação química da matriz. Embora a introdução dos grupos sulfônicos tenha conferido sítios ativos hidrofílicos capazes de realizar ligações de hidrogênio (o que justifica a redução do ângulo de contato) (ZHANG et al., 2022), a elevada rugosidade estrutural e a presença de poros tendem a aprisionar ar nos interstícios superficiais. Esse fenômeno físico cria uma barreira que dificulta o espalhamento completo da gota de água, contrabalançando parcialmente o aumento da afinidade química.

A persistência do caráter hidrofóbico da membrana sulfonada resulta, portanto, de um efeito sinérgico: a textura morfológica da fibra (rugosidade e porosidade induzidas pela eletrofiação) atua em conjunto com a composição da blenda, onde os domínios apolares do poliestireno não modificado ainda predominam sobre os grupos polares inseridos, limitando a hidrofiliabilidade global da superfície mesmo após a funcionalização.

Os resultados mostram-se consistentes com os valores reportados na literatura. Gorza et al. (2018) observaram ângulo de contato em torno de 133° para membranas de poliestireno

puro, enquanto Zhang et al. (2021) relataram comportamento altamente hidrofóbico (142°) para poliestireno expandido.

Além da composição química, a morfologia superficial das membranas, incluindo textura frisada, rugosa e diâmetro das fibras, também influencia a molhabilidade. Estudos demonstram que superfícies com maior rugosidade, presença de frisagem e menor diâmetro de fibras tendem a apresentar ângulos de contato mais elevados. Baddam, Ijaola e Asmatulu (2021) identificaram um ângulo de contato de $119,33^\circ$ após tratamento térmico de nanofibras, atribuindo esse comportamento às alterações morfológicas induzidas pelo processo. Rajak et al., 2019 observaram que a redução do diâmetro das fibras, associada ao aumento da rugosidade e da frisagem superficial, promoveu elevação significativa do ângulo de contato, alcançando comportamento ultra-hidrofóbico ($140,04^\circ$) para superfícies rugosas e super-hidrofóbico (150°) para superfícies com fibras frisadas.

Em suma, a introdução dos grupos sulfônicos foi fundamental para alterar as propriedades superficiais da membrana, conferindo-lhe potencial para interação com íons metálicos em meio aquoso (TRAN; HOANG e NGUYEN, 2023). Contudo, a persistência do caráter hidrofóbico sugere que a otimização do grau de sulfonação ou da proporção da blenda pode ser necessária para maximizar a hidrofilicidade e a eficiência de adsorção em ciclos futuros.

5.7 Avaliação e desempenho da membrana de blenda sulfonada em adsorção iônica

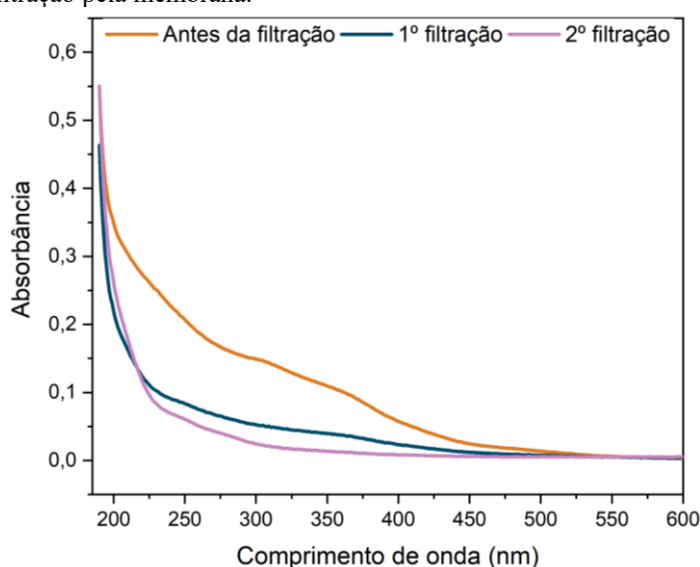
Nesta seção, avalia-se a capacidade das membranas de blenda sulfonada em remover íons metálicos de soluções aquosas por meio de um sistema de filtração por percolação. O desempenho foi monitorado via espectroscopia de absorção no ultravioleta-visível (UV-Vis), técnica que permite acompanhar as variações na concentração iônica, uma vez que a absorbância é diretamente proporcional à quantidade de espécies absorventes em solução.

A quantificação dos íons remanescentes fundamenta-se na Lei de Beer-Lambert, sendo realizada por meio de curvas analíticas de calibração. Essas curvas, construídas em comprimentos de onda específicos (400 nm para o Fe^{3+} e 510 nm para o Co^{2+}), estabelecem a relação linear necessária para converter os dados de absorbância obtidos pós-filtração em concentrações molares, permitindo o cálculo preciso da eficiência adsortiva das membranas.

5.7.1 Adsorção de íons de Ferro (III)

A análise de espectroscopia UV-Vis revelou perfis espectrais semelhantes entre as amostras com variações marcantes na intensidade de absorbância, o que indica a redução gradual das concentrações de Fe^{3+} após dois ciclos de filtração pela membrana de blenda sulfonada. A Figura 31 apresenta os espectros de absorção das soluções em dois estágios, correspondentes às condições antes e após a filtração.

Figura 31 - Espectros de absorção UV-Vis da solução de cloreto de ferro (III) antes da filtração e após a primeira e a segunda etapas de filtração pela membrana.



Fonte: autor, 2025.

O espectro inicial da solução de cloreto de ferro (III) exibiu elevada absorbância na região do ultravioleta, aproximadamente entre 200 e 400 nm, com um decaimento gradual em direção à região visível. Esse comportamento é característico de soluções aquosas de Fe^{3+} , nas quais o íon metálico encontra-se predominantemente coordenado a moléculas de água, formando o complexo octaédrico $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{3+}$. Este perfil é dominado por transições eletrônicas de transferência de carga ligante-metal (LMCT) e transições d-d muito fracas (ZHANG; WU e SUN, 2023). A alta absorbância observada reflete a elevada concentração dessas espécies absorventes na solução antes do processo de filtração (LOGOZZO et al., 2022).

Após o primeiro ciclo de filtração, observou-se uma redução sistemática da intensidade das bandas, sem alteração significativa no perfil espectral, indicando que a membrana promoveu a remoção parcial de espécies metálicas contendo íons Fe^{3+} . A concentração iônica

diminuiu de $7,2 \times 10^{-5}$ mol/L para $2,63 \times 10^{-5}$ mol/L, correspondendo a uma eficiência de remoção de 63,49%.

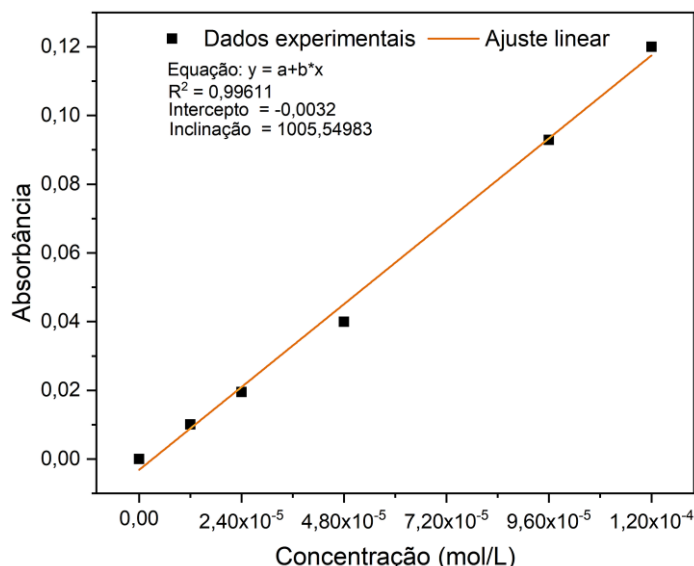
No segundo ciclo, a absorvância sofre uma redução adicional, aproximando-se de valores próximos a zero em determinadas regiões do espectro. A concentração residual de íons Fe^{3+} atingiu $1,12 \times 10^{-5}$ mol/L, o que representa uma eficiência adicional de remoção de 57,3% em relação ao primeiro ciclo, evidenciando a continuidade do processo de adsorção.

De modo geral, a membrana sulfonada (blenda) promoveu uma redução significativa da concentração de íons Fe^{3+} , correspondente a aproximadamente 6,4 vezes, ao se comparar a concentração inicial da solução ($7,2 \times 10^{-5}$ mol/L) com a concentração final após a segunda filtração ($1,12 \times 10^{-5}$ mol/L). Esse desempenho corresponde a uma eficiência total de aproximadamente 84,5%, confirmando a elevada eficiência da membrana sulfonada na retenção de íons Fe^{3+} , o que ratifica seu desempenho superior. Em contraste, no estudo reportado por Putri et al. (2023), a membrana obtida a partir de poliestireno expandido (EPS) e quitosana apresentou uma eficiência de adsorção de 39,1% para íons ferro (III).

A manutenção do perfil espectral após o processo de adsorção indica que a membrana promoveu a remoção dos íons Fe^{3+} sem provocar alterações em sua natureza química, evidenciando que o sistema opera de acordo com a Lei de Beer-Lambert, na qual a absorvância permanece proporcional à concentração do analito remanescente em solução.

Para a quantificação dos íons, utilizou-se a curva padrão obtida em 400 nm (Figura 32), que apresentou excelente linearidade ($R^2 = 0,99611$). Esse resultado confirma a validade da Lei de Beer-Lambert para o sistema em estudo, além de atestar a adequação, confiabilidade e linearidade do método analítico empregado na determinação das concentrações iônicas.

Figura 32 - Curva padrão da solução de cloreto de ferro (III) obtida por espectroscopia de absorção UV-Vis em 400 nm.



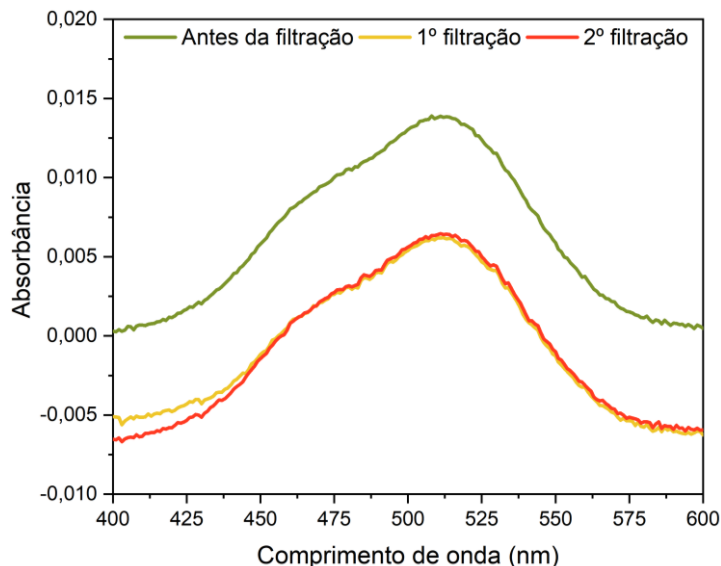
Fonte: autor, 2025.

Além disso, a boa linearidade mostra que as espécies absorventes permanecem estáveis e bem dispersas no meio, sem ocorrência de efeitos significativos de agregação ou desvios instrumentais, demonstrando-se que a curva padrão atende aos critérios analíticos do método.

5.7.2 Adsorção de íons cobalto (II)

A análise por espectroscopia UV-Vis da solução aquosa de cloreto de cobalto (II) revelou uma banda de absorção larga e bem definida na região do visível, com maior intensidade em aproximadamente 510 nm, característica do íon Co^{2+} em ambiente de coordenação octaédrica (TOFONI et al., 2024). Esse perfil decorre de transições eletrônicas do tipo d-d, influenciadas pelo campo ligante das moléculas de água coordenadas ao metal, sendo responsáveis pela absorção na região do visível e pela coloração rosada típica da solução (TOFONI et al., 2024). A Figura 33 apresenta o espectro de absorção UV-Vis para a solução de cloreto de cobalto (II).

Figura 33 - Espectros de absorção UV-Vis da solução de cloreto de cobalto (II) antes da filtração e após etapas de filtração pela membrana.



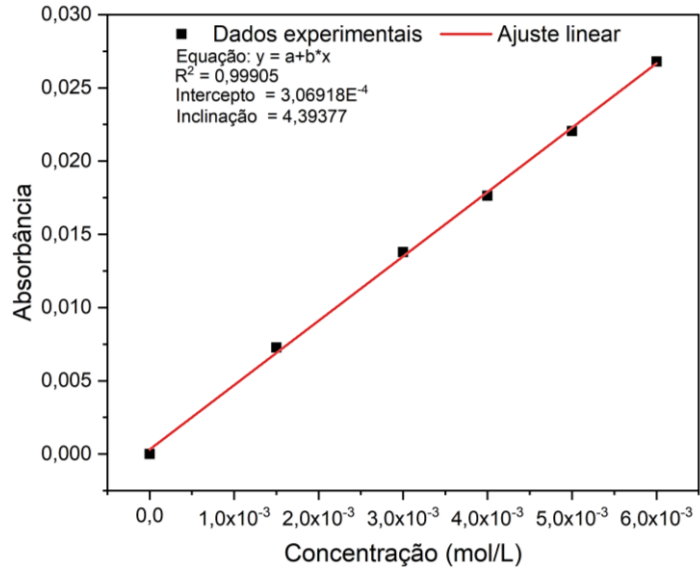
Fonte: autor, 2025.

Após o primeiro ciclo de filtração, observou-se uma atenuação sistemática da intensidade dessa banda, mantendo-se o perfil espectral original. A concentração iônica foi reduzida de $3,00 \times 10^{-3}$ mol/L para $1,34 \times 10^{-3}$ mol/L, resultando em uma eficiência de remoção de 55,33%. Este desempenho confirma a capacidade dos grupos sulfônicos ($-\text{SO}_3\text{H}$) de atuarem como sítios ativos de adsorção via interações eletrostáticas e troca iônica, corroborando os estudos de Aouchiche et al. (2022).

Diferente do comportamento observado para o ferro (III), o segundo ciclo não promoveu remoção adicional de íons Co^{2+} . Pelo contrário, registrou-se um leve aumento de aproximadamente 3% na concentração residual, consolidando uma remoção final de 54,0%. Esse comportamento sugere que a membrana atingiu seu limite de saturação ou que ocorreu um processo de dessorção parcial, no qual íons previamente retidos retornaram à solução devido ao fluxo contínuo (TRAN; HOANG e NGUYEN, 2023). Portanto, para o cobalto (II), a membrana demonstra eficácia apenas em ciclos iniciais, indicando uma seletividade inferior ou uma cinética de troca iônica distinta em comparação ao ferro (III).

Para a quantificação, a curva padrão construída a partir de cinco soluções padrão com medidas de absorbância em 510 nm, apresentou excelente linearidade na faixa de concentração avaliada, conforme indicado pelo elevado coeficiente de determinação ($R^2 = 0,99905$) (Figura 34). Esse resultado valida a adequação dos comprimentos de onda selecionados e assegura a confiabilidade da conversão dos dados de absorbância em concentração molar.

Figura 34 - Curva padrão da solução de cloreto de cobalto (II) obtida por espectroscopia de absorção UV-Vis em 510 nm.



Fonte: autor, 2025.

Em suma, a integração entre a linearidade das curvas de calibração e os dados de percolação confirma que a funcionalização química com grupos (-SO₃H) foi efetiva na remoção de íons cobalto (II) (AOUCHICHE et al., 2022). A Tabela 9 apresenta uma análise comparativa dos processos de adsorção para ambos íons, reunindo de forma sistemática os parâmetros analíticos fundamentados na Lei de Beer-Lambert, bem como os resultados quantitativos de adsorção, os quais foram obtidos a partir das equações lineares das curvas de calibração.

Tabela 9 - Resumo comparativo do desempenho de adsorção por ciclo (Fe³⁺ vs Co²⁺).

Íon	Equação da reta (y = a+b.x)	Absorbância (u.a.)	Etapas de filtração	Concentração (mol/L)	Eficiência (%)
Fe ³⁺	y = -0,0032+1005,55.x	-	Inicial	7,2x10 ⁻⁵	-
		0,02324	1º ciclo	2,63x10 ⁻⁵	63,49
		0,0081	2º ciclo	1,12x10 ⁻⁵	57,4
Co ²⁺	y =3,07x10 ⁻⁴ +4,39.x	-	Inicial	3,00x10 ⁻³	-
		0,00619	1º ciclo	1,34x10 ⁻³	55,33
		0,00638	2º ciclo	1,38x10 ⁻³	-3

Fonte: autor, 2025. Notas: Eficiência total acumulada ao ferro de 84,5% e para o cobalto de 54,00%. Valor negativo indica processo de dessorção parcial durante a percolação.

Os dados consolidados na Tabela 9 confirmam que a modificação química do EPS residual com a incorporação dos grupos sulfônicos converteu efetivamente um passivo ambiental em um adsorvente funcional para metais pesados. A análise comparativa revela que

a membrana demonstrou uma seletividade superior para o íon ferro (III), cuja remoção foi progressiva e alcançou elevados índices de purificação acumulada (84,5%). Por outro lado, a adsorção de cobalto (II) mostrou-se limitada ao ciclo inicial, sendo influenciada pela saturação precoce dos sítios ativos ou pela menor afinidade eletrostática do cátion divalente sob as condições de percolação testadas.

Em geral, a membrana de blenda sulfonada apresenta excelente potencial para o tratamento de efluentes contendo ferro, demandando ajustes na densidade de carga ou tempo de contato para otimizar a retenção de cobalto em sistemas multiciclos.

5.7.3 Composição elementar da membrana (FRX)

A fluorescência de raios X (FRX) foi empregada para a análise da composição elementar relativa das membranas de EPS pura e da blenda sulfonada, tanto no estado inicial quanto após os ensaios de adsorção de íons Fe^{3+} e Co^{2+} . A técnica possibilitou a identificação e a quantificação relativa dos elementos presentes nas amostras analisadas, permitindo avaliar a eficácia da modificação química por sulfonação e a retenção dos metais na estrutura fibrosa. A Tabela 10 apresenta as concentrações relativas dos elementos detectados.

Tabela 10 - Composição elementar (% m/m) das membranas de EPS pura e sulfonada, antes e após a adsorção de íons Fe^{3+} e Co^{2+} , determinada por FRX.

Amostra	Enxofre-S (%)	Ferro-Fe (%)	Cobalto-Co (%)
Membrana EPS pura.	ND	ND	ND
Membrana EPSS 7 (antes da adsorção).	21,86	0,02	ND
Membrana EPSS 7 (após adsorção de Fe^{3+}).	0,58	0,08	ND
Membrana EPSS 7 (após adsorção de Co^{2+}).	1,77	0,04	0,004

Fonte: autor, 2025. Notas: ND - não detectado.

Observa-se que o elemento enxofre (S) ou metais não foram detectados na membrana de EPS pura, o que atesta sua natureza originalmente inerte ou a ausência de grupos funcionais sulfonados no material residual. Em contraste, a membrana sulfonada (EPSS 7) apresentou uma elevada concentração de enxofre de 21,86% antes dos testes de adsorção, o que ratifica

incorporação expressiva de grupos sulfônicos à cadeia polimérica. Esse resultado é consistente com o grau de sulfonação (DS) de 13,9% alcançado via rota homogênea com acetilsulfato.

Após os ensaios de adsorção, a detecção de ferro (0,08%) e cobalto (0,04%) na estrutura membrana confirma que os grupos sulfônicos atuaram efetivamente como sítios ativos de coordenação e retenção iônica, promovendo a troca iônica onde os cátions metálicos interagem com a alta densidade eletrônica dos átomos de oxigênio do grupo funcional (PUTRI et al., 2023; SAYED et al., 2025; YE, PAN e SHEN, 2022).

Ressalta-se que traços residuais de ferro (0,02%) foram identificados na membrana sulfonada mesmo antes dos ensaios, sendo atribuídos a impurezas provenientes dos reagentes ou do processo de coleta. Além disso, a técnica de FRX identificou impurezas residuais de outros elementos, como cobre (Cu), magnésio (Mg), zinco (Zn), titânio (Ti), silício (Si), alumínio (Al) e chumbo (Pb). Apesar da presença desses traços, o aumento significativo da concentração de ferro após os ensaios de adsorção ratifica a eficácia da membrana sulfonada na retenção do íon metálico. A variação nos teores de enxofre observada após a adsorção (redução para 1,77% e 0,58%) é atribuída à natureza semiquantitativa da técnica FRX e à possível neutralização de grupos funcionais durante o tratamento alcalino ou dessorção parcial de grupos funcionais durante o contato com as soluções aquosas. Como a técnica de FRX portátil foca em elementos mais pesados, a porcentagem restante da massa corresponde à matriz orgânica de carbono e hidrogênio que compõe a base do poliestireno.

6 CONCLUSÃO

Este estudo demonstrou a viabilidade técnica e o benefício ambiental da conversão de resíduos de poliestireno expandido (EPS) pós-consumo em membranas eletrofiadas para a remoção de contaminantes metálicos, transformando um passivo ambiental inerte de baixa biodegradabilidade em um material adsorvente de alto valor agregado, alinhado aos princípios de sustentabilidade.

A modificação química por sulfonação homogênea com acetilsulfato mostrou-se eficiente e controlada, alcançando um grau de sulfonação de 13,9%. A inserção de grupos sulfônicos ativos no anel aromático foi confirmada por FTIR e TGA, evidenciando a funcionalização do polímero. A incorporação desses grupos promoveu aumento da hidrofilicidade da superfície, comprovado pela redução do ângulo de contato, favorecendo a interação com espécies iônicas em meio aquoso. A utilização de uma blenda polimérica foi fundamental para garantir estabilidade reológica durante a eletrofiação, possibilitando a obtenção de membranas com rede fibrosa tridimensional contínua, morfologia microporosa e elevada área superficial específica, características determinantes para o desempenho adsorativo. As análises por DRX indicaram que o processo de funcionalização não induziu cristalinidade, preservando a natureza amorfa do polímero original.

No desempenho adsorativo, as membranas sulfonadas apresentaram eficiência de remoção de 84,5% para íons Fe^{3+} após dois ciclos de filtração, evidenciando boa estabilidade funcional. Para íons Co^{2+} , a eficiência foi de 55,33% no primeiro ciclo, mantendo-se em 54,00% nos ciclos subsequentes, indicando possível saturação dos sítios ativos ou ocorrência de dessorção parcial.

De modo geral, a associação entre eletrofiação e sulfonação mostrou-se uma rota promissora para a valorização de resíduos poliméricos e mitigação da poluição hídrica por metais pesados. Como perspectivas futuras, destacam-se a otimização do grau de sulfonação, estudos de cinética e regeneração das membranas, além da ampliação da aplicação para outros íons metálicos e efluentes industriais reais, consolidando seu potencial de aplicação tecnológica em escala prática.

REFERÊNCIAS

- ABDELHAFIZ, Mahmoud *et al.* An energetic nano-fiber composite based on polystyrene and 1,3,5-trinitro-1,3,5-triazinane fabricated via electrospinning technique. **Defence Technology**, v. 27, p. 1–8, set. 2023.
- AFIFI, Kholoud A. *et al.* Modified polystyrene-chitosan composite as an electrolyte membrane: structure-property relationship. **Egyptian Journal of Petroleum**, v. 33, n. 1, 7 abr. 2024.
- AKCELRUD, L. **Fundamentos da ciência dos polímeros**. 1. ed. Barueri: Manole, 2007.
- ANDRADE, Bruna Torres Negreiros Cordeiro; BEZERRA, Augusto Cesar da Silva; CALADO, Claudinei Rezende. Adding value to polystyrene waste by chemically transforming it into sulfonated polystyrene. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 24, n. 3, p. e12417, 2019.
- AOUCHICHE, Fairouz *et al.* Use of activated sulfonated polystyrene for a model wastewater effluent purification by adsorption of cesium (Cs), strontium (Sr), and cobalt (Co). **Desalination and Water Treatment**, v. 279, p. 42–47, dez. 2022.
- ARROSYID, Bagas Haqi *et al.* High-efficiency water filtration by electrospun expanded polystyrene waste nanofibers. **ACS Omega**, v. 8, n. 26, p. 23664–23672, 4 jul. 2023.
- ARUCHAMY, Kanakaraj; MAHTO, Ashesh; NATARAJ, S. K. Electrospun nanofibers, nanocomposites and characterization of art: Insight on establishing fibers as product. **Nano-Structures & Nano-Objects**, v. 16, p. 45–58, 2018.
- BADDAM, Yeshaswini; IJAOLA, Ahmed Olanrewaju; ASMATULU, Eylem. Fabrication of flame-retardant and superhydrophobic electrospun nanofibers. **Surfaces and Interfaces**, v. 23, p. 101017, abr. 2021.
- BALDING, Paul *et al.* Physical Properties of Sodium Poly (styrene sulfonate): Comparison to Incompletely Sulfonated Polystyrene. **Macromolecules**, v. 55, n. 5, p. 1747–1762, 8 mar. 2022.
- BARRERA, Luisa V. Garcia *et al.* A recycling alternative for expanded polystyrene residues using natural esters. **Journal of Polymers and the Environment**, v. 30, n. 9, p. 3832–3839, 23 set. 2022.
- BRAZEL, Christopher S.; ROSEN, Stephen L. **Fundamental principles of polymeric materials**. 3. ed. Nova Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2012.
- CALLISTER JÚNIOR, William D.; RETHWISCH, David G. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 9. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2016.
- CANEVAROLO JÚNIOR, Sebastião Vicente. **Ciência dos polímeros: um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. rev. 2 ed. São Paulo: Artliber, 2006.

CAPRICHIO, Jaworski C. *et al.* Upcycling polystyrene. **Polymers**, v. 14, n. 22, p. 5010, 18 nov. 2022.

CHANG, Shih-Hsien *et al.* Waste expanded polystyrene modified with H₂SO₄/biodegradable chelating agent for reuse: As a highly efficient adsorbent to remove fluoroquinolone antibiotic from water. **Chemosphere**, v. 288, p. 132619, fev. 2022.

DAMIRI, Fouad *et al.* Recent advances in adsorptive nanocomposite membranes for Heavy metals Ion removal from contaminated water: a comprehensive Review. **Materials**, v. 15, n. 15, p. 5392, 5 ago. 2022.

DARDEER, Hemat. M. *et al.* Adsorption of cationic methylene blue dye on polystyrene sulfonic acid composites from waste: Kinetics and equilibrium. **Egyptian Journal of Chemistry**, v. 0, n. 0, p. 0–0, 27 dez. 2022.

DOĞAN, Kemal *et al.* Examining the hydrophobic properties of electrospun oxide-induced polystyrene nanofibers for application in oil-water separation. **International Advanced Researches and Engineering Journal**, v. 6, n. 2, p. 100–105, 15 ago. 2022.

DU, Yijun; SHAO, Linjun; QI, Chenze. Sulfonated and cross-linked polystyrene ultrafine fibers for the esterification of palmitic acid for biodiesel production. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 138, n. 14, 10 abr. 2021.

DYBKA-STĘPIEŃ, Katarzyna *et al.* Disposable food packaging and serving materials-trends and biodegradability. **Polymers**, v. 13, n. 20, p. 3606, 19 out. 2021.

EL-KORDY, Abderrazek *et al.* Manufacturing of novel zeolite-clay composite membrane from natural clay and diatomite, an electrochemical study of the surface and application towards heavy metals removal. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 12, n. 2, p. 112143, abr. 2024.

ESFAHANI, Amirsalar R. *et al.* Removal of heavy metals from water using electrospun polyelectrolyte complex fiber mats. **Journal of Water Process Engineering**, v. 37, p. 101438, out. 2020.

FAROUQ, Rania. Functionalized graphene/polystyrene composite, green synthesis and characterization. **Scientific Reports**, v. 12, n. 1, p. 21757, 16 dez. 2022.

GORENINSKII, Semen I. *et al.* Electrospinning of polyetherketoneketone fibers: the effect of fabrication regime on the morphology, physico-chemical and biological characteristics. **Polymer**, v. 311, p. 127549, 2024.

GORZA, Filipe D. S. *et al.* Electrospun polystyrene-(emeraldine base) mats as high-performance materials for dye removal from aqueous media. **Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers**, v. 82, p. 300–311, jan. 2018.

HAIDER, Adnan; HAIDER, Sajjad; KANG, Inn-Kyu. A comprehensive review summarizing the effect of electrospinning parameters and potential applications of nanofibers in biomedical and biotechnology. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 11, n. 8, p. 1165–1188, 2018.

HANSEN, Adriana Petrella; DA SILVA, Gil Anderi; KULAY, Luiz. Evaluation of the environmental performance of alternatives for polystyrene production in Brazil. **Science of The Total Environment**, v. 532, p. 655–668, nov. 2015.

HE, Haijun; KARA, Yahya; MOLNAR, Kolos. Effect of needle characteristic on fibrous PEO produced by electrospinning. **Resolution and Discovery**, v. 4, n. 1, p. 7–11, dez. 2019.

IBRAHIM, Yasseen S. *et al.* Melt electrospinning designs for nanofiber fabrication for different applications. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 20, n. 10, p. 2455, 17 maio 2019.

JALAL, Noor M. *et al.* Sulfonated electrospun polystyrene as cation exchange membranes for fuel cells. **Energy Reports**, v. 6, p. 287–298, fev. 2020.

JIA, Jizhen *et al.* Conversion of waste polystyrene foam into sulfonated hyper-crosslinked polymeric adsorbents for cadmium removal in a fixed-bed column. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 142, p. 346–354, fev. 2019.

KAILASA, Saraswathi *et al.* Electrospun nanofibers: materials, synthesis parameters, and their role in sensing applications. **Macromolecular Materials and Engineering**, v. 306, n. 11, p. 2100410, 16 nov. 2021.

KAPOOR, Riti Thapar; RAFATULLAH, Mohd. Leveraging biotechnological approaches for the degradation of plastics: A sustainable tool for plastic waste management and environment protection. **Journal of Water Process Engineering**, v. 69, p. 106736, jan. 2025.

KHALIQ, Kashmala *et al.* Development of sulfonated polystyrene resin-supported tungsten oxide for Pb²⁺ ion sequestration. **RSC Advances**, v. 15, n. 18, p. 14158–14169, 2025.

KHOMEIN, Piyachai *et al.* Sulfonated aromatic polymer as a future proton exchange membrane: A review of sulfonation and crosslinking methods. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 137, p. 110471, mar. 2021.

KUCHI, Charan; HARISH, G. S.; REDDY, P. Sreedhara. Effect of polymer concentration, needle diameter and annealing temperature on TiO₂-PVP composite nanofibers synthesized by electrospinning technique. **Ceramics International**, v. 44, n. 5, p. 5266–5272, abr. 2018.

LEÓN-CONDÉS, Cristina A. *et al.* A novel sulfonated waste polystyrene / iron oxide nanoparticles composite: Green synthesis, characterization and applications. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 7, n. 1, p. 102841, fev. 2019.

LI, Guoqiang *et al.* Recent advances in the preparation and applications in separation processes of electrospun nanofiber-based materials. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 13, n. 2, p. 115174, abr. 2025.

LI, Li *et al.* Electrospun nanofiber membrane: an efficient and environmentally friendly material for the removal of metals and dyes. **Molecules**, v. 28, n. 8, p. 3288, 7 abr. 2023.

LIANG, Chengzhi *et al.* Electrospinning technology: a promising approach for tendon–bone interface tissue engineering. **RSC Advances**, v. 14, n. 36, p. 26077–26090, 2024.

LIMA, Felipe de Aquino *et al.* Multifactorial evaluation of an ultra-fast process for electrospinning of recycled expanded polystyrene to manufacture high-efficiency membranes for nanoparticle air filtration. **Journal of Environmental Management**, v. 362, p. 121352, jun. 2024.

LIMA, Felipe de Aquino *et al.* Analysis of recycled polystyrene electrospinning process: Fiber diameter, morphology, and filtration applications. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 13, n. 2, p. 115435, abr. 2025.

LINO, Fátima A. M.; ISMAIL, Kamal A. R.; CASTAÑEDA-AYARZA, Juan A. Municipal solid waste treatment in Brazil: A comprehensive review. **Energy Nexus**, v. 11, p. 100232, set. 2023.

LIU, Shu-Hui *et al.* Rapid modification of waste expanded polystyrene with H₂SO₄/trace persulfate in one pot for effective adsorption of fluoroquinolone antibiotic and its regeneration. **Chemosphere**, v. 271, p. 129529, maio 2021.

LOGOZZO, Laura A. *et al.* Contributions of Fe(III) to UV–Vis absorbance in river water: a case study on the connecticut river and argument for the systematic tandem measurement of Fe(III) and CDOM. **Biogeochemistry**, v. 160, n. 1, p. 17–33, 16 ago. 2022.

MAAFA, Ibrahim M. Pyrolysis of polystyrene Waste: a review. **Polymers**, v. 13, n. 2, p. 225, 11 jan. 2021.

MANCIPE, Javier Mauricio Anaya; DIAS, Marcos Lopes; THIRÉ, Rossana Mara da Silva Moreira. Avaliação morfológica de fibras eletrofiadas de policaprolactona em função do tipo de solvente. **Matéria**, v. 24, n. 3, p. 12, 2019.

MANURUNG, Renita *et al.* Synthesis and characterization of polystyrene sulfonic acid from expanded polystyrene foam as a catalyst in the synthesis of triacetin. **Indonesian Journal of Chemistry**, v. 21, n. 5, p. 1111, 5 out. 2021.

MARRERO, Jacqueline Costa *et al.* Sulfonation degree effect on ion-conducting SPEEK-titanium oxide membranes properties. **Polímeros**, v. 27, n. 3, p. 189–194, 21 set. 2017.

MARTEN, Brooke; HICKS, Andrea. Expanded polystyrene life cycle analysis literature review: an analysis for different disposal scenarios. **Sustainability: The Journal of Record**, v. 11, n. 1, p. 29–35, fev. 2018.

MERCANTE, Luiza *et al.* Nanofibras eletrofiadas e suas aplicações: avanços na última década. **Química Nova**, v. 44, n. 6, p. 717–736, 2021.

MITRA, Saikat *et al.* Impact of heavy metals on the environment and human health: novel therapeutic insights to counter the toxicity. **Journal of King Saud University - Science**, v. 34, n. 3, p. 101865, abr. 2022.

MOHAMMED, Aveen Mustafa *et al.* Recent advances in electrospun fibrous membranes for effective chromium (VI) removal from water. **Journal of Molecular Liquids**, v. 383, p. 122110, ago. 2023.

MOSTAFA, Mayar *et al.* Synthesis and characterization of polystyrene with embedded silver nanoparticle nanofibers to utilize as antibacterial and wound healing biomaterial. **Heliyon**, v. 8, n. 1, p. e08772, jan. 2022.

MOULAY, Saâd. Functionalized polystyrene and polystyrene-containing material platforms for various applications. **Polymer-Plastics Technology and Engineering**, v. 57, n. 11, p. 1045–1092, 24 jul. 2018.

MOUNTASSIR, Amira *et al.* Sulfenamides as standalone flame retardants for polystyrene. **Polymer Degradation and Stability**, v. 188, p. 109588, jun. 2021.

MOURA, Maria do Céu de Sena *et al.* Workers' perception of solid waste management in higher education institutions in the Amazon region of Brazil. **Waste Management Bulletin**, v. 3, n. 1, p. 153–162, abr. 2025.

MUTHUKUMAR, Janani; KANDUKURI, Venkata Aditya; CHIDAMBARAM, Ramalingam. A critical review on various treatment, conversion, and disposal approaches of commonly used polystyrene. **Polymer Bulletin**, v. 81, n. 4, p. 2819–2845, 30 fev. 2024.

NADAF, Arif *et al.* Recent update on electrospinning and electrospun nanofibers: current trends and their applications. **RSC Advances**, v. 12, p. 23808–23828, 2022.

NADY, Norhan; REHIM, Mona H. Abdel; BADAWY, Abdelrahman A. Dye removal membrane from electrospun nanofibers of blended polybutylenesuccinate and sulphonated expanded polystyrene waste. **Scientific Reports**, v. 13, n. 1, p. 15455, 18 set. 2023.

NASIR, Atikah Mohd *et al.* Adsorptive nanocomposite membranes for heavy metal remediation: Recent progresses and challenges. **Chemosphere**, v. 232, p. 96–112, out. 2019.

NGUYEN, Quoc Hung *et al.* Plastic waste as a valuable resource: strategy to remove heavy metals from wastewater in bench scale application. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 29, n. 28, p. 42074–42089, 7 jun. 2022.

OBAID, M. *et al.* Facile fabrication of superhydrophilic and underwater superoleophobic nanofiber membranes for highly efficient separation of oil-in-water emulsion. **Separation and Purification Technology**, v. 272, p. 118954, out. 2021.

OLDAL, Diana G. *et al.* Green electrospinning of biodegradable cellulose acetate nanofibrous membranes with tunable porosity. **ACS Sustainable Chemistry & Engineering**, v. 11, n. 3, p. 994–1005, 2023.

OLEIWI, Ahmed *et al.* Morphology characterization of electrospun polystyrene membranes. **Journal of Applied Sciences and Nanotechnology**, v. 0, n. 0, p. 1–8, 21 jan. 2024.

OLEIWI, Ahmed H.; JABUR, Akram R.; ALSALHY, Qusay F. Preparation of Polystyrene/Polyacrylonitrile Blends by Electrospinning Technique. **Journal of Physics: Conference Series**, v. 1879, n. 2, p. 022065, 2021.

PASCOALINO, Liege Aguiar *et al.* Caracterização e avaliação do comportamento termorresponsivo de fibras de Ecovio®/ PNIPAAm eletrofiadas. **Matéria**, v. 25, n. 3, 2020.

PENNA, Isabela C.; MARTINS, Tarcísio S.; SILVEIRA, João V. W. Electrospun fibers applied on heavy metals removal from mining wastewaters: a systematic review. **Revista Virtual de Química**, v. 14, n. 3, p. 415–426, 2022.

PUTRI, Faizah Alivia *et al.* Polystyrene sulfonate-chitosan membrane from styrofoam waste as the adsorbent for Fe (III) metals from ex-tin mining. **Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi**, v. 26, n. 11, p. 445–450, 25 dez. 2023.

QASEM, Naef A. A.; MOHAMMED, Ramy H.; LAWAL, Dahiru U. Removal of heavy metal ions from wastewater: a comprehensive and critical review. **NPJ Clean Water**, v. 4, n. 1, p. 36, 8 jul. 2021.

RAJAK, Abdul *et al.* Controlled morphology of electrospun nanofibers from waste expanded polystyrene for aerosol filtration. **Nanotechnology**, v. 30, n. 42, p. 425602, 18 out. 2019.

RAJAK, Abdul *et al.* Electrospun nanofiber from various source of expanded polystyrene (EPS) waste and their characterization as potential air filter media. **Waste Management**, v. 103, p. 76–86, 2020.

RAKSA, Apinya; NUMPAISAL, Piya-on; RUKSAKULPIWAT, Yupaporn. The effect of humidity during electrospinning on morphology and mechanical properties of SF/PVA nanofibers. **Materials Today: Proceedings**, v. 47, p. 3458–3461, 2021.

RAN, Baopu *et al.* Synthesis and application of sulfonated polystyrene as an efficient desiccant for finned tube heat exchangers. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v. 64, n. 5, p. 3034–3044, 5 fev. 2025.

RAULO, Avinash *et al.* Bio-inspired poly(3,4-ethylenedioxythiophene): poly(styrene sulfonate)-sulfur@polyacrylonitrile electrospun nanofibers for lithium-sulfur batteries. **Journal of Power Sources**, v. 431, p. 250–258, ago. 2019.

REZEKI, Yulianto Agung *et al.* Fabrication of nanofiber membranes from waste-expanded polystyrene (EPS) combined with zinc oxide nanoparticles (ZnO NPs) and its photocatalytic activity. **Trends in Sciences**, v. 21, n. 11, p. 8329, 1 out. 2024.

RICCARDIS, Maria Federica de. Electrospun nanofibrous membranes for air filtration: a critical review. **Compounds**, v. 3, n. 3, p. 390–410, 14 jul. 2023.

SALMAN, Nahla S.; ALSHAMSI, Hassan A. Synthesis of sulfonated polystyrene-based porous activated carbon for organic dyes removal from aqueous solutions. **Journal of Polymers and the Environment**, v. 30, n. 12, p. 5100–5118, 14 dez. 2022.

SAMIR, Aya *et al.* Recent advances in biodegradable polymers for sustainable applications. **npj Materials Degradation**, v. 6, n. 1, p. 68, 19 ago. 2022.

SARAVANAN, A. *et al.* Effective water/wastewater treatment methodologies for toxic pollutants removal: Processes and applications towards sustainable development. **Chemosphere**, v. 280, p. 130595, out. 2021.

SAYED, Moubarak A. *et al.* Sulfonated polystyrene pellets for effective sorption of barium from aqueous solutions: isotherm and kinetics studies. **Polymer Bulletin**, 20 jun. 2025.

SHARIFUL, M. I. *et al.* Adsorption capability of heavy metals by chitosan/poly(ethylene oxide)/activated carbon electrospun nanofibrous membrane. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 135, n. 7, 15 fev. 2018.

SILVA, LUCIANO DA *et al.* Degree of sulfonation (DS) - determination by different analytical techniques in ionomers derived from polystyrene, 9 set. 2025.

SINGH, Rahul Kumar; LYE, Sun Woh; MIAO, Jianmin. Holistic investigation of the electrospinning parameters for high percentage of β -phase in PVDF nanofibers. **Polymer**, v. 214, p. 123366, 2021.

TANG, Bowei *et al.* Transforming agricultural straw waste into functional nanofibers via electrospinning: A sustainable approach. **Journal of Agriculture and Food Research**, v. 18, p. 101490, dez. 2024.

TANG, Hongzhe; HAN, Dong; ZHANG, Jian. Electrospinning fabrication of polystyrene-silica hybrid fibrous membrane for high-efficiency air filtration. **Nano Express**, v. 2, n. 2, p. 020017, 2021.

THAMER, Badr M. *et al.* Activated carbon-decorated electrospun polystyrene fibers for highly efficient removal of hazardous crystal violet dye from water. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 688, p. 133612, maio 2024.

THUY, Pham Thi. Evaluation of ion exchange material from sulfonated polystyrene waste synthesized for removal Cr^{3+} from aqueous solution by column experiment. **Journal of Science and Technology in Civil Engineering (STCE) - NUCE**, v. 13, n. 2, p. 92–100, 30 abr. 2019.

TOFONI, Alessandro *et al.* Determination of contact ion-pair formation in CoCl_2 aqueous, methanol, and ethanol dilute solutions by UV-vis and X-ray absorption spectroscopies. **New Journal of Chemistry**, v. 48, n. 46, p. 19519–19529, 2024.

TOPUZ, Fuat *et al.* Nanofiber engineering of microporous polyimides through electrospinning: Influence of electrospinning parameters and salt addition. **Materials & Design**, v. 198, p. 109280, jan. 2021.

TRAN, Anh T. K. *et al.* From waste disposal to valuable material: sulfonating polystyrene waste for heavy metal removal. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 8, n. 5, p. 104302, out. 2020.

TRAN, Anh Thi-Kim; HOANG, Nhung Thi-Tuyet; NGUYEN, Phuong Thao. Optimizing sulfonation process of polystyrene waste for hardness and heavy metal removal. **Case Studies in Chemical and Environmental Engineering**, v. 8, p. 100396, dez. 2023.

TUAH, Khairool Azhar; CHIN, Suk-Fun; PANG, Suh-Chem. Fabrication of drug-loaded starch-based nanofibers via electrospinning technique. **Biointerface Research in Applied Chemistry**, v. 11, n. 3, p. 10801–10811, 15 nov. 2020.

TURNER, Andrew. Foamed polystyrene in the marine environment: sources, additives, transport, behavior, and impacts. **Environmental Science & Technology**, v. 54, n. 17, p. 10411–10420, 1 set. 2020.

UTTARAVALLI, Appala Naidu; DINDA, Srikanta; GIDLA, Bhanu Radhika. Scientific and engineering aspects of potential applications of post-consumer (waste) expanded polystyrene : a review. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 137, p. 140–148, maio 2020.

VARYAMBATH, Anuraj *et al.* Upcycling of Expanded Polystyrene Wastes into Reusable High-Performance Volatile Organic Compound Adsorbents. **ACS Sustainable Resource Management**, v. 2, n. 5, p. 815–824, 22 maio 2025.

WANG, Jue *et al.* Synthesis of sodium polystyrene sulfonate resins for the removal of methylene blue from wastewater. **Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers**, v. 159, p. 105501, jun. 2024.

WELLE, Frank. Diffusion Coefficients and Activation Energies of Diffusion of Organic Molecules in Polystyrene below and above Glass Transition Temperature. **Polymers**, v. 13, n. 8, p. 1317, 16 abr. 2021.

WU, Gwomei *et al.* Study of high performance sulfonated polyether ether ketone composite electrolyte membranes. **Polymers**, v. 11, n. 7, p. 1177, 12 jul. 2019.

WU, Yuanquan *et al.* Turning waste into wealth: bifunctional electrospun membrane based on waste expanded polystyrene for oil-water separation and anti-counterfeiting. **Chemical Engineering Journal**, v. 506, p. 160165, jan. 2025.

XUE, Jiajia *et al.* Electrospun nanofibers: new concepts, materials, and applications. **Accounts of Chemical Research**, v. 50, n. 8, p. 1976–1987, 15 ago. 2017.

YAM-CERVANTES, Marcial Alfredo *et al.* Asymmetric membranes obtained from sulfonated HIPS waste with potential application in wastewater treatment. **Membranes**, v. 14, n. 12, p. 247, 22 nov. 2024.

YANG, Dongxue *et al.* Functionalized chitosan electrospun nanofiber membranes for heavy-metal removal. **Polymer**, v. 163, p. 74–85, fev. 2019.

YE, Cuizhu; PAN, Ziyang; SHEN, Yi. Facile conversion of polystyrene waste into an efficient sorbent for water purification. **Polymers**, v. 14, n. 21, p. 4477, 22 out. 2022.

YIN, Xing *et al.* Ultra-fine electrospun nanofibrous membranes for multicomponent wastewater treatment: Filtration and adsorption. **Separation and Purification Technology**, v. 242, p. 116794, jul. 2020.

YUROVA, Polina *et al.* Grafted membranes based on polyvinylidene fluoride and sulfonated polystyrene doped with polyaniline for ion separation by electrodialysis. **Journal of Macromolecular Science, Part A**, v. 62, n. 8, p. 669–681, 3 ago. 2025.

ZENNAKI, M. el A. *et al.* Removal of methylene blue dye from an aqueous solution by an adsorption technique using sulfonated polystyrene as three low-cost adsorbents. **Physical Chemistry Research**, v. 12, n. 2, p. 453–465, jun. 2024a.

ZENNAKI, Mohamed el Amine *et al.* Comparison of three materials derived from waste EPS for heavy metal removal efficiency. **Water, Air, & Soil Pollution**, v. 235, n. 1, p. 31, 26 jan. 2024b.

ZENNAKI, Mohammed el Amine; TENNOUGA, Lahcene; BALKAID, Soraya. Preparation of sulfonated polystyrene-iron composite material and study of their cationic and anionic dyes adsorption properties. **Journal of Macromolecular Science, Part B**, v. 63, n. 5, p. 314–332, 3 maio 2024.

ZHANG, Ning *et al.* Bottom-up and up-down strategy to obtain the highly porous polystyrene foam for oily water remediation. **Separation and Purification Technology**, v. 262, p. 118233, maio 2021.

ZHANG, Yuhan *et al.* Scalable synthesis of monodisperse and recyclable sulphonated polystyrene microspheres for sustainable elimination of heavy metals in wastewater. **Environmental Technology**, v. 43, n. 25, p. 3848–3860, 10 nov. 2022.

ZHANG, Yujie; WU, Shikang; SUN, Peizhe. Estimation of stability constants of Fe (III) with antibiotics and dissolved organic matter using a novel UV–vis spectroscopy method. **Science of The Total Environment**, v. 899, p. 165702, nov. 2023.

ZHU, Fan *et al.* A critical review on the electrospun nanofibrous membranes for the adsorption of heavy metals in water treatment. **Journal of Hazardous Materials**, v. 401, p. 123608, jan. 2021.

ZHUANG, Guo-Liang; TSENG, Hui-Hsin; WEY, Ming-Yen. Feasibility of using waste polystyrene as a membrane material for gas separation. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 111, p. 204–217, jul. 2016.