



## CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DE MICROFIBRAS ELETROFIADAS DE POLIESTIRENO

## MORPHOLOGICAL CHARACTERIZATION OF ELECTROSPUN POLYSTYRENE MICROFIBERS

Beatriz Marques Carvalho, Gabriel da Cruz Dias, Luz Marina Andrade Maruoka, Rosane Freire Boina, Deuber Lincon da Silva Agostini

Universidade Estadual Paulista – UNESP, SP.

e-mail: [beatriz.carvalho@unesp.br](mailto:beatriz.carvalho@unesp.br); [gc.dias@unesp.br](mailto:gc.dias@unesp.br) ; [luz.maruoka@unesp.br](mailto:luz.maruoka@unesp.br); [rosane.freire@unesp.br](mailto:rosane.freire@unesp.br); [deuber.agostini@unesp.br](mailto:deuber.agostini@unesp.br)

**RESUMO** – Sendo o tratamento de águas residuais algo de grande interesse na sociedade, é importante o desenvolvimento de técnicas que fazem esse tratamento removendo poluentes como corantes, pesticidas e metais. Nesse contexto, a adsorção se destaca por ser um método promissor no tratamento de efluentes, aliado a isso, as membranas poliméricas melhoram consideravelmente a capacidade de remoção de poluentes. Aditivos a base de carbono, como o óxido de grafeno, vêm sendo utilizados na área de adsorção por ser um adsorvente capaz de remover íons metálicos e corantes. Dessa forma, é interessante realizar estudos do polímero poliestireno com o óxido de grafeno, visando a produção de membranas adsorventes. Para isso, analisou-se primeiramente a produção do poliestireno, para futuramente adicionar na matriz polimérica o óxido de grafeno. Assim, produziu-se microfibras de poliestireno através da técnica de eletrospinning e analisou-as morfológicamente, por meio, de microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Com o auxílio dos *softwares ImageJ* e *OriginPro 8.5* criou-se um histograma da distribuição da frequência de diâmetros das microfibras e a curva normal. Através dos resultados obtidos observou-se que, houve a produção de microfibras com morfologia considerável, pois não se observou fibras com *beads* e aglomerados. Pelo histograma, notou-se que as microfibras apresentaram um diâmetro médio de 5,73  $\mu\text{m}$ .

**Palavras-chave:** adsorção, membranas poliméricas, óxido de grafeno.

**ABSTRACT** – Since wastewater treatment is of great interest to society, it is important to develop techniques that perform this treatment by removing pollutants such as dyes, pesticides, and metals. In this context, adsorption stands out as a promising method in the treatment of effluents, allied to this, as polymeric membranes considerably improve the ability to remove pollutants. Carbon-based additives, such as graphene oxide, have been used in the area of adsorption because they are an adsorbent capable of removing metallic ions and dyes. Thus, it is interesting to carry out studies of the polystyrene polymer with graphene oxide, aiming at the production of adsorbent membranes. To this end, the production of polystyrene was first analyzed, with graphene oxide added to the polymer matrix in the future. Thus, polystyrene microfibras were produced using the electrospinning technique and analyzed morphologically using optical microscopy and scanning electron microscopy (SEM). With the help of *ImageJ* and *OriginPro 8.5* software, a histogram of the frequency distribution of microfiber diameters

and the normal curve was created. Through the results obtained, it was observed that there was the production of microfibers with considerable morphology, as fibers with beads and agglomerates were not observed.. From the histogram, it was noted that the microfibers had an average diameter of 5.73  $\mu\text{m}$ .

**Keywords:** Adsorption, polymeric membranas, graphene oxide.

## 1. INTRODUÇÃO

O tratamento de águas residuais é algo de grande interesse da sociedade, devido à escassez de água limpa e a leis cada vez mais rígidas para o gerenciamento e tratamento de efluentes residenciais e industriais (ELIASSON, 2015).

A contaminação química da água a partir de poluentes como corantes, pesticidas, metais e outros, causam prejuízos tanto aos seres humanos como a fauna presente no corpo hídrico. Dessa forma, surge a necessidade de desenvolver tecnologias com o intuito de remover esses poluentes (NASCIMENTO *et al.*, 2020).

A adsorção é um dos métodos mais promissores para esse fim, esta consiste em uma operação de transferência de massa, sendo que os materiais adsorventes possuem a capacidade de concentrar na sua superfície determinadas substâncias, possibilitando a sua separação (NASCIMENTO *et al.*, 2020).

A espécie que se acumula na interface do material é denominada de adsorvato ou adsorbato, e a superfície sólida na qual o adsorvato se acumula, de adsorvente ou adsorbente (RUTHVEN, 1984).

Essa técnica é influenciada por muitos fatores como a interação adsorvato/adsorvente, área de superfície do adsorvente, tamanho da partícula, temperatura, pH e tempo de contato. Para o adsorvente é necessário considerar sua área superficial, o tamanho do poro, sua densidade, os grupos funcionais presentes na superfície e sua hidrofobicidade. Por outro lado, a natureza do adsorvato depende da polaridade, do tamanho da molécula, da solubilidade e da acidez ou basicidade (COONEY, 1999).

A principal vantagem da adsorção recentemente passou a ser o uso de materiais de baixo custo, o que reduz o custo do procedimento (KYZAS; FU; MATIS, 2013).

O uso de membranas constituídas por fibras com nano/microestrutura se tornou uma alternativa viável para aplicação na adsorção, pois seu uso melhora significativamente a capacidade de remoção de poluentes, devido a sua facilidade de incorporar materiais nanoestruturados, além de oferecer uma elevada área superficial (GORZA *et al.*, 2018).

A eletrofiliação é uma técnica simples e versátil que permite a produção de membranas poliméricas com diâmetros na ordem de nanômetros a micrometros. As vantagens oferecidas pelas fibras eletrofiadas são: elevada área superficial, estrutura porosa e condutividade elétrica, possuindo aplicações nas áreas ambientais, médicas e industriais (ARAÚJO *et al.*, 2013).

Essa técnica envolve um processo eletrohidrodinâmico, durante o qual uma gota de líquido é eletrificada para gerar um jato, seguido de estiramento e alongamento para gerar fibras (XUE *et al.*, 2019). Para que este processo ocorra é necessário haver uma solução polimérica, que é uma mistura de um polímero e um solvente, colocada em uma seringa equipada com uma agulha, que deve ser conectada a uma fonte de alta tensão, que varia de 0 a 30 kV, e um coletor aterrado que é responsável por coletar as fibras.

O poliestireno (PS) é um dos plásticos mais conhecidos e utilizados, por ser de boa processabilidade, baixo custo, ter rigidez e transparência (TRINDADE, 2017). Seu uso mostrou-se promissor como membrana adsorvente, pois além de ser um material poroso apresenta uma matriz polimérica hidrofóbica (SILVEIRA, 2018), pesquisadores mostraram que nanofibras obtidas pela técnica de eletrofiliação, aliam as propriedades adsorventes do PS com a alta área superficial obtidas pelo processamento do material em nanofibras (AN *et al.*, 2022).

Além do PS, materiais a base de carbono como o óxido de grafeno (GO), vêm sendo utilizado como material adsorvente, possuindo capacidade de adsorver uma variedade de íons metálicos (GENG, *et al.* 2019) e corantes. O GO é um derivado do grafeno, obtido através da oxidação do grafeno, no qual os grupos funcionais de oxigênio podem potencializar as interações entre o substrato e o adsorvato de interesse, sendo um potencial adsorvente para a remoção de variados poluentes (FANTINEL, 2021).

Assim, as fibras de poliestireno com óxido de grafeno mostram-se promissoras devido a sua capacidade de adsorção, podendo atuar na remoção de corantes e metais pesados, como mostra Farias em seu estudo, em que fibras de PS com GO foram aplicadas na adsorção do corante azul de metileno para tratamento de água (FARIAS, 2020), Fantinel que avaliou o uso de adsorventes a base de óxido de grafeno para remover íons cromo hexavalente de soluções aquosas (FANTINEL, 2021), Geng que na mesma linha de estudo avaliou a aplicação do óxido de grafeno para remoção de produtos perigosos como o cromo hexavalente (GENG et al., 2019) e Silveira que realizou um estudo sobre a aplicação de nanofibras de poliestireno como membrana adsorventes (SILVEIRA, 2018), estes são alguns exemplos de como o poliestireno e o óxido de grafeno já estão sendo estudados e aplicados na área de adsorção.

Dessa forma, o objetivo desse trabalho é analisar morfologicamente as fibras de PS obtidas pela técnica de eletrofição. Se trata de um estudo inicial para que futuramente o óxido de grafeno seja incorporado na matriz polimérica do PS. Para isso, preparou-se a solução de PS e fibras foram produzidas e analisadas por microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

## 2. METODOLOGIA

### 2.1. Materiais

Utilizou-se copos descartáveis feitos de poliestireno (PS) e como solvente utilizou-se o dimetilformamida (DMF) (99,8%), comercializado pela Synth.

### 2.2. Métodos

#### 2.2.1. Preparação da solução de poliestireno

Primeiramente, os copos descartáveis foram higienizados e depois cortados em pequenos pedaços para facilitar a sua diluição no solvente.

A solução de PS em DMF foi preparada em uma concentração de 30%, a solução ficou sob agitação magnética em temperatura ambiente (25 °C) por 2 horas, Figura 1.

**Figura 1.** Solução de PS sob agitação magnética.



Fonte: A autora, 2023.

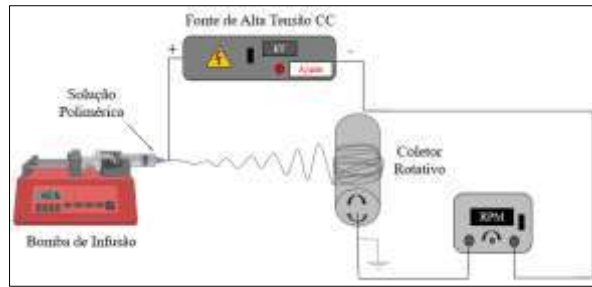
#### 2.2.2. Preparação das fibras de poliestireno

Após a preparação da solução de PS pôde-se preparar as fibras eletrofiadas.

Desse modo, a solução de PS foi colocada em uma seringa de 5 mL equipada com uma agulha metálica de 1,60x40 mm (16G), inseriu-se a seringa em uma bomba de infusão, em seguida, conectou-se a agulha com uma fonte de alta tensão, com uma saída de carga positiva e o coletor rotativo metálico sendo aterrado na saída negativa, com isso, gerou-se um campo elétrico entre a ponta da agulha e o coletor, devido a diferença de potencial aplicado que foi mantido em 15 kV.

Assim, as soluções foram ejetadas da agulha em direção ao coletor rotativo, visto na Figura 2. Além disso, outros parâmetros de processo como: o fluxo de vazão da solução polimérica foi mantido em 1 mL/h e a distância entre a agulha e o coletor em 12 cm.

**Figura 2.** Sistema para eletrofição.



Fonte: Adaptado de Gois, 2020.

### 2.2.3. Caracterização da amostra

Para que as fibras pudessem ser caracterizadas por microscopia óptica colocou-se no coletor rotativo uma lâmina de vidro, utilizou-se o Microscópio Óptico trinocular da Opton (código: TNB-01T-INF-LED), com três lentes com ampliações de 10x, 40x e 100x, do Laboratório de Eletrofição e Tecnologia (LabEITec) FCT Unesp, campus de Presidente Prudente. Para que as fibras fossem analisadas por MEV revestiu-se o coletor com papel laminado, Figura 3, para isso utilizou-se o microscópio eletrônico de varredura Carl Zeiss modelo EVO LS15 equipado com detector de elétrons secundários (SE) em alto vácuo e temperatura constante, da FCT Unesp, campus de Presidente Prudente.

**Figura 3.** Coletor rotativo envolto em papel laminado e com uma lâmina de vidro.



Fonte: Autora, 2023.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Primeiramente, as fibras de PS foram analisadas por microscopia óptica, em uma escala de 50  $\mu\text{m}$ , como mostra a Figura 4. É utilizada a microscopia óptica como forma de análise inicial, feita assim que as fibras são produzidas. Observa-se que as fibras ficaram orientadas aleatoriamente, não houve presença de aglomerados ou *beads*. É possível ver na imagem com escala de 15  $\mu\text{m}$  que as fibras aparentam ter poros, sendo essa uma característica importante para o poliestireno ser aplicado como material adsorvente (SILVEIRA, 2018).

**Figura 4.** Imagem de microscopia óptica das fibras de poliestireno em diferentes escalas.

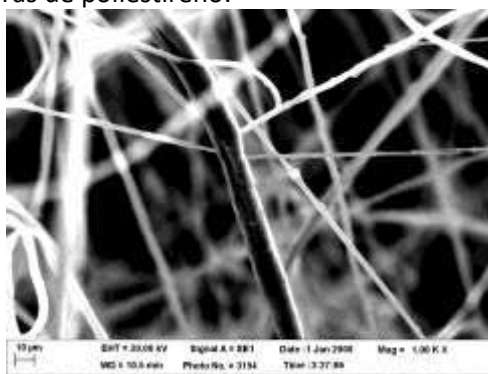




Fonte: Autora, 2023.

Quanto a imagem de MEV, Figura 5, observa-se fibras homogêneas com ausência de defeitos ou rompimentos. Apresentam ainda um aspecto rugoso. O MEV foi utilizado como forma de complementar a análise feita com a microscopia óptica e para produzir o histograma exibido no Gráfico 1.

**Figura 5.** Imagem de MEV das fibras de poliestireno.

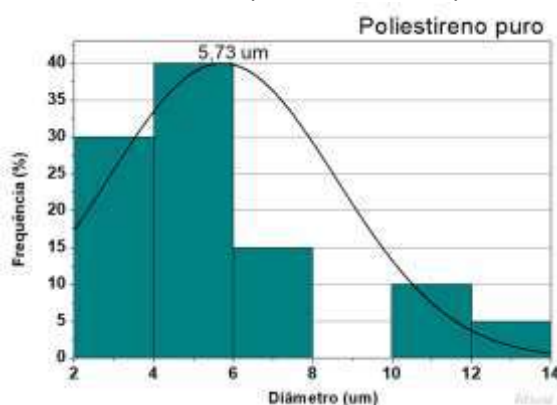


Fonte: LabMEV–FCT/UNESP

A fim de se obter a espessura média das fibras de PS, utilizou-se o software *ImageJ* para coletar medidas de espessuras das fibras, posteriormente, com o software *OriginPro 8.5* foi possível construir o histograma da distribuição de frequência dos diâmetros e a curva normal, considerando a imagem de MEV exibido na Figura 5.

Observa-se no histograma que as microfibras possuem um diâmetro médio de 5,73  $\mu\text{m}$ , com diâmetros que variam de 2  $\mu\text{m}$  a 14  $\mu\text{m}$ , sendo que a maior parte das fibras apresentam diâmetros que variam de 2  $\mu\text{m}$  a 6  $\mu\text{m}$ .

**Gráfico 1.** Distribuição da frequência de diâmetros para as fibras de poliestireno.



Fonte: Autora, 2023.

#### 4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Pode-se concluir que é possível produzir microfibras do polímero poliestireno usando a técnica de eletrofiação.

Pelas imagens de microscopia óptica e de MEV observou-se que a produção de fibras ocorreu de forma considerável, elas apresentaram boa morfologia, sem a presença de aglomerados e *beads*.

Pelo histograma, notou-se que as microfibras apresentaram um diâmetro médio de 5,73  $\mu\text{m}$ , sendo que a maior parte das fibras possuem diâmetros menores que 6  $\mu\text{m}$ .

Sendo possível produzir uma manta feita de microfibras de poliestireno, futuramente será acrescentado a essas fibras o óxido de grafeno, material adsorvente, que será incorporado a matriz polimérica para juntos serem aplicados como membranas adsorventes.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq, LabMEV–FCT/UNESP, INEO e FAPESP. CAPES-PRINT-UNESP 2022 - ORGFLEX. Esta pesquisa utilizou instalações do Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano), parte do Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), uma organização privada sem fins lucrativos sob a supervisão do Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovações do Brasil (MCTI). A equipe do (NNano é reconhecida pela assistência durante os experimentos (20230903). O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

## REFERÊNCIAS

AN, J. *et al.* Polystyrene nanofibers as an effective sorbent for the adsorption of clonazepam: kinetic and thermodynamic studies. **RSC advances**, v. 12, n. 6, p. 3394-3401, 2022.

<https://doi.org/10.1039/D1RA08134A>

ARAÚJO, T. M.; SINHA-RAY, S.; PEGORETTI, A.; YARIN, A. L. Electrospinning of a blend of a liquid crystalline polymer with poly(ethylene oxide): Vectran nanofiber mats and their mechanical properties. **Journal of Materials Chemistry C**, v. 1, n. 2, p. 351, 2013. <https://doi.org/10.1039/C2TC00048B>

COONEY, D. O. **Adsorption design for wastewater treatment**, CRC Pres. INC., Boca Raton, Florida, USA, 1999.

ELIASSON, J. The rising pressure of global water shortages. **Nature**, v. 517, n. 7532, p. 6-6, 2015.

<https://doi.org/10.1038/517006a>

FANTINEL, L. A. **Avaliação do uso de adsorventes a base de óxido de grafeno e celulose para a remoção de íons cromo hexavalente de soluções aquosas**. 2021. Dissertação (Mestrado) - Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, RS, 2021.

FARIAS, L. M. S. **Preparação e caracterização de fibras de poliestireno/óxido de grafeno aplicadas à adsorção do corante azul de metileno em tratamento de água**. 2020. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Pernambuco, Recife, PE, 2020.

GENG, J. *et al.* Polyethyleneimine cross-linked graphene oxide for removing hazardous hexavalent chromium: Adsorption performance and mechanism. **Chemical Engineering Journal**, v. 361, p. 1497-1510, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.cej.2018.10.141>

GOIS, B. H. S. **Desenvolvimento e caracterização de nanofibras condutoras de poli(álcool vinílico) com poli(3,4-etilenodioxifenol): poli(estireno sulfonado) (PVA/PEDO:PSS) e polipirrol (PVA/PPy)**, obtidas por eletrofição para aplicação em sensores. 2020. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Faculdade de Ciências e Tecnologia, Presidente Prudente, SP, 2020.

GORZA, F. 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, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2017.10.034>

KYZAS, G. Z.; FU, J.; MATIS, K. A. The change from past to future for adsorbent materials in treatment of dyeing wastewaters. **Materials**, v. 6, n. 11, p. 5131-5158, 2013. DOI: <https://doi.org/10.3390/ma6115131>

NASCIMENTO, R. F. *et al.* **Adsorção: aspectos teóricos e aplicações ambientais**. Fortaleza: Imprensa Universitaria, 2020. Ebook. Disponível em: <http://www.repositorio.ufc.br/handle/riufc/10267>. Acesso em: 10 set.. 2023

RUTHVEN, D. M. **Principles of Adsorption and Adsorption Process**. [S.l.]: University of New Brunswick, 1984.

SILVEIRA, K. P. **Produção de nanofibras adsorventes de poliestireno através de fiação por jato de ar**. Porto Alegre: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2018.

TRINDADE, L. C. **Influência da extrusão no stress cracking de filmes de poliestireno**. 2017. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2017.

XUE, J. *et al.* Electrospinning and electrospun nanofibers: Methods, materials, and applications. **Chemical reviews**, v. 119, n. 8, p. 5298-5415, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.8b00593>