



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO  
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS - CTG  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

LÚCIO FLÁVIO MOREIRA CAVALCANTI

**Membranas de Poliestireno Revestidas com Óxido de Grafeno e Polipirrol para  
Remoção do Corante Preto de Eriocromo T em Meio Aquoso**

Recife

2025

LÚCIO FLÁVIO MOREIRA CAVALCANTI

**Membranas de Poliestireno Revestidas com Óxido de Grafeno e Polipirrol para  
Remoção do Corante Preto de Eriocromo T em Meio Aquoso**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para a banca de doutorado na Pós-graduação em Engenharia Mecânica. Área de concentração: Engenharia de Materiais e Fabricação.

Orientador: Dr. Kleber Gonçalves Bezerra Alves

Orientador: Dr. Celso Pinto de Melo

Coorientador: Dr. Braúlio Silva Barros

Recife

2025

.Catalogação de Publicação na Fonte. UFPE - Biblioteca Central

Cavalcanti, Lúcio Flávio Moreira.

Membranas de poliestireno revestidas com óxido de grafeno e polipirrol para remoção do corante Preto de Eriocromo T em meio aquoso / Lúcio Flávio Moreira Cavalcanti. - Recife, 2025.  
137f.: il.

Tese (Doutorado) - Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2025.

Orientação: Kleber Gonçalves Bezerra Alves.

Coorientação: Celso Pinto de Melo.

Coorientação: Braúlio Silva Barros.

Inclui referências e apêndices.

1. Eletrofiação; 2. Óxido de grafeno; 3. Polipirrol; 4. Preto de Eriocromo T; 5. Tratamento de águas. I. Alves, Kleber Gonçalves Bezerra. II. Melo, Celso Pinto de. III. Barros, Braúlio Silva. IV. Título.

UFPE-Biblioteca Central

LÚCIO FLÁVIO MOREIRA CAVALCANTI

**Membranas de Poliestireno Revestidas com Óxido de Grafeno e  
Polipirrol para Remoção do Corante Preto de Eriocromo T em Meio Aquoso**

Tese apresentada ao Programa de  
Pós-Graduação em Engenharia Mecânica  
da Universidade Federal de Pernambuco,  
para obtenção do título de Doutor

**BANCA EXAMINADORA**

---

**Prof. Dr. Kleber Gonçalves Bezerra Alves (Universidade Federal de  
Pernambuco/ Dep. de Eng. Mecânica)**

---

**Prof. Dra. Glória Maria Vinhas (Universidade Federal de Pernambuco/  
Dep. de Eng. Química)**

---

**Prof. Dra. Yêda Medeiros Bastos de Almeida (Universidade Federal de  
Pernambuco/ Dep. de Eng. Química)**

---

**Prof. Dra. Carolina Lipparelli Morelli (Universidade Federal de  
Pernambuco/ Dep. de Ciências dos Materiais)**

---

**Prof. Dr. Eduardo Padrón Hernández (Universidade Federal de Pernambuco/  
Dep. de Física)**

## AGRADECIMENTOS

Minhas primeiras palavras são de profunda reverência e gratidão a Deus e aos Espíritos Iluminados, pela luz, força e clareza mental concedidas ao longo de toda esta jornada. O amparo e a fé foram a base para a superação dos momentos de maior incerteza e para a sustentação da esperança na concretização deste objetivo maior.

Minha gratidão estende-se ainda, ao meu alicerce pessoal e emocional. Aos meus pais, Edmilson e Carminha, por serem o porto seguro e a fonte inesgotável de força. De forma especial, agradeço a minha mãe, Carminha, professora por vocação e ofício, cujo exemplo de dedicação e incentivo constante me inspirou a perseguir o mais alto grau acadêmico. Seu apoio incondicional e sua crença em meu potencial foram o motor que me impulsionou nos momentos de maior desafio. Aos meus queridos sobrinhos, João Gabriel e Clarice, pela inspiração e por me lembrarem da beleza e leveza da vida. Dedico, com saudade e carinho, *in memoriam* de minha avó, Mãe Silva, e de minha tia, Socorro, cuja memória de amor e cuidado me acompanha e me inspira em cada conquista. A vitória desta tese é, também, a nossa vitória.

A concretização desta tese só foi possível graças ao apoio incondicional de uma vasta rede de suporte. A este trabalho, dedico o meu profundo reconhecimento a todas as pessoas e instituições que, com suas contribuições intelectuais, financeiras e emocionais, tornaram esta jornada acadêmica uma realidade compartilhada.

O rigor e o sucesso desta tese foram erguidos sob a guia de dois pilares intelectuais a quem manifesto minha profunda gratidão: o Professor Dr. Kleber Gonçalves Alves Bezerra e o Professor Dr. Celso Pinto de Melo. Ao Professor Kleber, sou grato por sua orientação perspicaz, por instigar o rigor metodológico e por ser uma fonte constante de motivação e incentivo crítico, essenciais para a evolução do trabalho. Ao Professor Celso, líder do Laboratório de Polímeros Não Convencionais, estendo meu reconhecimento por abrir as portas de seu ambiente de pesquisa, compartilhar seu vasto conhecimento técnico e garantir as condições estruturais que permitiram a concretização dos experimentos. Finalmente, ao

Professor Dr. Bráulio Silva Barros, meu Coorientador, agradeço pelas contribuições estratégicas, pelo olhar atento às análises e pelo valioso tempo dedicado às discussões que refinaram significativamente a abordagem desta pesquisa. A sinergia e a visão compartilhada desse trio foram essenciais para transformar os desafios desta tese em resultados concretos.

A ciência é, antes de tudo, colaboração. Registro minha sincera gratidão aos amigos e parceiros de laboratório: Winnie, Andressa e Maurício. A convivência e a parceria diária no Laboratório de Polímeros Não Convencionais foram inestimáveis. Agradeço, em particular, pelo tempo dedicado a me auxiliar e transmitir conhecimentos cruciais sobre a manipulação e análise de polímeros não convencionais. O ambiente de troca e aprendizado proporcionado por vocês foi fundamental para o sucesso das etapas experimentais desta tese. Igualmente essenciais foram os amigos Isaac, Kennedy, Elton Marlon, Laurertan, Mônica, Markus Porangaba, Virginia, Gustavo, Dido e Gabriela, que estiveram presentes em vários momentos cruciais, oferecendo o apoio incondicional, a escuta atenta e o incentivo necessário para a manutenção do foco e do bem-estar ao longo desta caminhada.

É ainda fundamental, prestar meu profundo reconhecimento à esfera institucional que tornou este trabalho viável. Agradeço ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da UFPE por fornecer o ambiente acadêmico e intelectual necessário. Meu reconhecimento se estende à infraestrutura de pesquisa do Laboratório de Polímeros Não Convencionais. Por fim, sou imensamente grato às Agências de Fomento – em especial à CAPES e ao CNPq – pelo crucial apoio financeiro. Estendo este agradecimento ao Governo Federal e, em particular, ao Presidente Luiz Inácio Lula da Silva, pelo investimento e incentivo contínuo às políticas públicas de ciência, tecnologia e educação, fundamentais para a formação de pesquisadores e para a concretização de estudos como esta Tese de Doutorado.

Finalizo este ciclo com a certeza de que a conquista acadêmica é um meio, e não um fim. Como professor da Educação Básica, ter concluído esta tese de doutorado representa a realização de um sonho pessoal e profissional que, tenho esperança, impactará positivamente a minha atuação em sala de aula e na formação

de novas gerações de estudantes. Que este trabalho seja um legado de inspiração e dedicação à Ciência e à Educação.

## RESUMO

Neste estudo, desenvolvemos e caracterizamos membranas de poliestireno (PS) produzidas por eletrofiação, funcionalizadas com óxido de grafeno ( $\text{OG}_f$ ) e polipirrol (PPI) para a remoção do corante Preto de Eriocromo T (EBT) de meios aquosos. As membranas de PS foram fabricadas através da técnica de eletrofiação, seguidas de tratamento com plasma de ar para aumentar a hidrofiliabilidade, permitindo o revestimento uniforme com  $\text{OG}_f$  e PPI polimerizado *in situ*. As análises de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), Difração de Raios X (DRX) e Espectroscopia UV-Vis validaram a funcionalização das membranas, comprovando que o  $\text{OG}_f$  e o PPI foram incorporados com sucesso à superfície de PS. Os resultados confirmaram a preservação da estrutura amorfa do material original, garantindo a manutenção das propriedades estruturais da membrana após as etapas de modificação. Experimentos de adsorção foram realizados para avaliar os efeitos do pH, tempo de interação, concentração inicial do corante, temperatura e força iônica na eficiência de remoção. A maior capacidade de adsorção ( $q_e$ ) de  $110 \text{ mg g}^{-1}$  foi alcançada a pH 2, à temperatura ambiente, com um tempo de equilíbrio de 150 minutos. A modelagem cinética indicou que o modelo de pseudo-segunda ordem (PSO) descreveu melhor o processo de adsorção, enquanto os estudos de isotermas mostraram melhor concordância com o modelo de Langmuir, sugerindo que a adsorção ocorre pela formação de monocamadas em uma superfície homogênea. A análise termodinâmica confirmou que o processo é endotérmico e espontâneo, com o maior valor de  $q_e$  de  $473,3 \text{ mg g}^{-1}$  sendo registrado a 333 K. Os testes de reutilização demonstraram que a membrana PS/ $\text{OG}_f$ /PPI manteve a eficiência de adsorção em pelo menos seis ciclos de adsorção/dessorção. Além disso, o desempenho de adsorção foi aprimorado na presença de NaCl e KCl, o que indica que o aumento da força iônica favorece a remoção do corante. Esses resultados destacam o potencial das membranas PS/ $\text{OG}_f$ /PPI como adsorventes eficientes, reutilizáveis e escaláveis para a remoção de corantes de ambientes aquosos, sendo um material promissor no tratamento de amostras reais de águas residuais.

**Palavras-chave:** Eletrofiação; óxido de grafeno; polipirrol; Preto de Eriocromo T; Tratamento de águas.



## ABSTRACT

In this study, we developed and characterized electrospun polystyrene (PS) membranes functionalized with graphene oxide (fGO) and polypyrrole (PPy) for the removal of Eriochrome Black T (EBT) dye from aqueous media. The PS membranes were fabricated via electrospinning, followed by air plasma treatment to enhance hydrophilicity, enabling uniform coating with fGO and in situ polymerized PPy. Scanning Electron Microscopy (SEM), Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), X-ray Diffraction (XRD), and UV-Vis Spectroscopy analyses validated the functionalization of the membranes, confirming the successful incorporation of fGO and PPy onto the PS surface. The results confirmed the preservation of the original material's amorphous structure, ensuring that the structural properties of the membrane were maintained throughout the modification stages. The highest adsorption capacity ( $q_e$ ) of  $110 \text{ mg g}^{-1}$  was achieved at pH 2 and room temperature, with an equilibrium time of 150 minutes. Kinetic modeling indicated that the pseudo-second-order (PSO) model best described the adsorption process, while isotherm studies showed better agreement with the Langmuir model, suggesting monolayer adsorption on a homogeneous surface. Thermodynamic analysis confirmed that the process is endothermic and spontaneous, with the highest  $q_e$  of  $473.3 \text{ mg g}^{-1}$  recorded at 333 K. Reusability tests demonstrated that the PS/fGO/PPy membrane maintained adsorption efficiency over at least six adsorption/desorption cycles. Moreover, the adsorption performance was enhanced in the presence of NaCl and KCl, indicating that the increase in ionic strength favors dye removal. This effect can be attributed to the compression of the electrical double layer around the adsorbent, which reduces the electrostatic repulsion between the dye molecules and the material's surface, thereby facilitating adsorption. These findings highlight the potential of PS/fGO/PPy membranes as efficient, reusable, and scalable adsorbents for dye removal from aqueous environments, making them a promising material for the treatment of real wastewater samples.

**Keywords:** Electrospinning; Graphene Oxide; Polypyrrole; Eriochrome Black T; Water Treatment.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Estrutura química de determinados polímeros condutores.	14
Figura 2 - Representação estrutural do óxido de grafeno.	19
Figura 3 - Estrutura do composto 3-aminopropiltietoxissilano .	21
Figura 4 - Ilustração do processo de eletrofiliação.	22
Figura 5 - Estrutura química do preto de eriocromo T.	32
Figura 6 - Esquema de funcionamento de um FTIR.	42
Figura 7 - Componentes de um microscópio eletrônico de varredura.	44
Figura 8 - Representação da gota de um líquido sobre uma superfície sólida.	45
Figura 9 - Diagrama de espectroscopia de absorção ultravioleta-visível.	46
Figura 10 - Equipamentos utilizados para a produção das membranas de poliestireno pela técnica de eletrofiliação.	51
Figura 11 - Esquema experimental do ensaio de adsorção para o estudo do efeito do pH.	56
Figura 12 – Experimento de dessorção das membranas de PS/OGf/PPi.	58
Figura 13 – Experimento de dessorção e reutilização das membranas de PS/OGf/PPi.	59
Figura 14 – Experimento de estudo de termodinâmica das membranas de PS/OGf/PPi.	60
Figura 15 – Membrana de PS antes (A) e depois (B) do tratamento térmico mecânico.	62
Figura 16 – Recobrimento do óxido de grafeno funcionalizado com APTES nas membranas de poliestireno.	64
Figura 17 – Micrografia das fibras de 30% de PS e PS - Plasma após o processo de eletrofiliação.	66
Figura 18 – Micrografia OGf puro, PS/OGf e PS/OGf/PPi.	67
Figura 19: Diâmetro das membranas de Poliestireno.	68
Figura 20 - Medida do ângulo de contato mostrando o caráter hidrofílico das membranas de PS (a), PS-Plasma (b).	69
Figura 21 - Medida do ângulo de contato mostrando o caráter hidrofílico das membranas de PS/OGf-Plasma (c), PS/OGf/PPi-Plasma (d).	69
Figura 22 - Estruturas de difração de raios X referentes aos compósitos poliméricos.	71
Figura 23 – Espectro do UV-Vis: da membrana de PS/OGf/PPi.	72
Figura 24 – Espectro de FTIR das membranas de PS, OGf puro, PS/OGf e PS/OGf/PPi.	74
Figura 25 - Efeito do pH sobre a remoção do corante Preto de Eriocromo T pela membrana PS/OGf/PPi.	76
Figura 26 - Efeito do tempo de interação sobre a remoção do corante Preto de Eriocromo T pela membrana PS/OGf/PPi.	78
Figura 27- Remoção e a capacidade de adsorção da membrana PS/OGf/PPi.	81
Figura 28 - Isotermas de adsorção de dados experimentais, Langmuir (a), Freundlich (b) e Temkin (c) do corante EBT para membrana PS/OGf/PPi e ajuste linear(d) conforme modelo de Langmuir.	84
Figura 29 - Cinética de dessorção para o corante EBT por uma solução do surfactante SDS.	85
Figura 30 - Desempenho da membrana PS/OGf/PPi quando submetida a sucessivos ciclos de adsorção/dessorção.	87
Figura 31 - Efeito da temperatura no processo de adsorção do corante Preto de Eriocromo T pela membrana PS/OGf/PPi.	88

Figura 32 - Variação da constante de equilíbrio de Langmuir K com a temperatura do processo de adsorção de corante EBT pela membrana PS/OGf/PPI.

89

Figura 33 - Efeito da força iônica do corante Preto de Eriocromo.

91

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades químicas do efluente de corante têxtil de acordo com o padrão da OMS.	27
Tabela 2 - Picos de FTIR observados em membrana de poliestireno, óxido de grafeno funcionalizado com APTES e pirrol.	73
Tabela 3 – Parâmetros da cinética de pseudo-primeira ordem, pseudo-segunda ordem, Morris-Weber, Elovich (quimissorção) para a adsorção do corante EBT sobre as membranas de PS/OGf/PPi.	79
Tabela 4 – Parâmetros das isotermas de Langmuir, Freundlich, Temkin para a adsorção do corante para a adsorção do corante EBT sobre as membranas de PS/OGf/PPi.	83
Tabela 5 – Dados termodinâmicos para a adsorção do corante EBT pela membrana PS/OGf/PPi.	90
Tabela 6 – Comparação entre o Compósito PS/OGf/PPi com Adsorventes da Literatura.	92

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

a	Taxa de adsorção do modelo de Elovich
APS	Persulfato de amônio
APTES	3-AMINOPROPILTTRIETOXISILANO
AM	Azul de Metileno
AT	Constante de equilíbrio
b	Constante de Langmuir
b	Coeficiente de dessorção do modelo de Elovich
bT	Constante isotérmica
C	Constantes de velocidade de difusão intrapartícula
$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	cloreto férrico hexahidratado
$C_e$	Concentração no equilíbrio
cm	Centímetros
$C_o$	Concentração inicial
DMF	Dimetilformamida
DRX	Difração de Raios-X
EBT	Preto de Eriocromo T
$\text{FeCl}_3$	Cloreto férrico
FTIR	Espectroscopia de Absorção no Infravermelho por Transformada de Fourier
g	grama
$\text{H}_2\text{SO}_4$	Ácido sulfúrico
HCl	Ácido clorídrico
K	Kelvin
$k_1$	Constante de adsorção de pseudo-primeira ordem
$k_2$	Constante de adsorção de pseudo-segunda ordem

KBr	Brometo de Potássio
$K_f$	Constante de Freundlich
$K_{id}$	Taxa de adsorção do modelo cinético de Morris-Weber
K	Constante de equilíbrio
$K_L$	Constante de equilíbrio em diferentes temperaturas
LC/PPi	<i>Luffa cylindrica</i> funcionalizada com polipirrol
m	Massa do adsorvente
M	Molar
MEV	Microscopia Eletrônica de varredura
NaCl	Cloreto de sódio
NaOH	Hidróxido de sódio
nm	Nanômetros
OG	Óxido de grafeno
$OG_f$	Óxido de grafeno funcionalizado
PANI	Polianilina
PCs	Polímeros Condutores
PTh	Politiofeno
PPI	Polipirrol
PES	Polietersulfona
PET	Poli(tereftalato de etileno)
PS	Poliestireno
PS/ $OG_f$ /PPI	Membrana eletrofiada de poliestireno, óxido de grafeno funcionalizado com APTES e polipirrol
PSOG	Filmes de poliestireno cobertos com óxido de grafeno
PSF	Polissulfona
ppm	Partes por milhão
$q_e$	Capacidade de adsorção

$q_{\max}$	capacidade de adsorção máxima
$q_T$	Capacidade de adsorção no instante t
R	constante universal de gás
RPM	Rotação por minuto
SDS	Dodecil sulfato de sódio
t	Tempo
T	Temperatura
UV-Vis	Espectroscopia de Absorção na Região do Ultravioleta-Visível
V	Volume
$\Delta G^\circ$	Energia livre de Gibbs
$\Delta S^\circ$	Entropia
$\Delta H^\circ$	Entalpia
$^\circ\text{C}$	Graus Celsius

## LISTA DE SÍMBOLOS

$\theta$	Ângulo de contato
$^{\circ}$	Graus
$\pi$	pi
$\lambda$	Comprimento de onda
$\varepsilon$	Coeficiente de absorção molar
$\mu$	Micro



## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b>	<b>1</b>
<b>2 OBJETIVOS</b>	<b>5</b>
2.1 OBJETIVO GERAL	5
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	5
<b>3 REVISÃO DE LITERATURA</b>	<b>6</b>
3.1 POLÍMEROS	6
3.1.1 Polímeros e Classificação	6
3.1.1.1 Poliestireno (PS)	7
3.1.2 Polímeros Não Convencionais	8
3.1.2.1 Polímeros Biodegradáveis	9
3.1.2.2 Polímeros biomiméticos	9
3.1.2.3 Polímeros Condutores (PCs)	9
3.1.4 Polipirrol e suas Propriedades	14
3.2 DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS E MEMBRANAS À BASE DE POLÍMEROS PARA TRATAMENTO DE ÁGUA	16
3.3 ÓXIDO DE GRAFENO (OG)	18
3.4 3-AMINOPROPILTETROXISILANO (APTES)	20
3.5 PRINCÍPIO DE ELETROFIAÇÃO	21
3.6 ADSORÇÃO	24
3.7 ESTUDO DE CORANTES	25
3.7.1 Métodos físicos-químicos de tratamento para remoção de corantes têxteis presentes em águas residuais	28
3.7.2 Compósitos baseados em polímeros condutores para a remoção de corantes	28
3.7.3 Corante Preto de Eriocromo T (EBT)	31
3.8 ESTUDOS TERMODINÂMICOS	32
3.9 MODELAGEM MATEMÁTICA DE ISOTERMAS DE ADSORÇÃO	34
3.9.1 Isotermas de Adsorção	34
3.9.1.1 Isotermas de Langmuir	35
3.9.1.2 Isotermas de Freundlich	36
3.9.1.3 Isotermas de Temkin	37
3.9.2 Cinética de Adsorção	37
3.9.2.1 Pseudo-primeira ordem	38
3.9.2.2 Pseudo-segunda ordem	39
3.9.2.3 Morris Weber	40
3.9.2.4 Quimissorção	40
3.10 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO	41
3.10.1 Espectroscopia de Absorção no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)	41
3.10.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	43

3.10.3 Ângulo de Contato	44
3.10.4 Espectroscopia de Absorção na Região do Ultravioleta-Visível (UV-Vis)	45
<b>4 METODOLOGIA</b>	<b>48</b>
4.1 MATERIAIS	48
4.2 PREPARAÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO (OG)	48
4.3 PREPARAÇÃO DO ÓXIDO DE GRAFENO FUNCIONALIZADO COM APTES(OGf -APTES)	49
4.4 FABRICAÇÃO DE MEMBRANAS DE POLIESTIRENO POR ELETROFIAÇÃO	50
4.5 PROCESSO DE TRATAMENTO TÉRMICO-MECÂNICO	51
4.6 PROCESSO DE TRATAMENTO POR PLASMA	52
4.7 RECOBRIMENTO DAS MEMBRANAS PS/OGf	52
4.8 RECOBRIMENTO DAS MEMBRANAS PS/OGf/PPi	52
4.9 MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO DAS MEMBRANAS POLIMERIZADAS	53
4.9.1 Microscopia eletrônica de varredura	53
4.9.2 Ângulo de Contato	53
4.9.3 Espectroscopia de absorção no Ultravioleta e visível	54
4.9.4 Espectroscopia de absorção no infravermelho com transformada de Fourier	54
4.9.5 Difração de Raios -X	55
4.10 UTILIZAÇÃO DAS MEMBRANAS POLIMERIZADAS PARA REMOÇÃO DE CORANTES EM MEIOS AQUOSOS	55
4.10.1 Influência do pH do meio	55
4.10.2 Efeito do tempo de interação	56
4.10.3 Experimentos de equilíbrio	57
4.10.4 Experimentos de dessorção da membrana de PS/OGf/PPi	58
4.10.5 Experimentos de reutilização da membrana de PS/OGf/PPi	58
4.10.6 Experimentos do estudo de termodinâmica	60
4.11 ESTUDOS DE SAIS (EFEITO DA FORÇA IÔNICA)	60
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	<b>61</b>
5.1 PRODUÇÃO DAS MEMBRANAS DE POLIESTIRENO	61
5.2 RECOBRIMENTO DO ÓXIDO DE GRAFENO FUNCIONALIZADO COM APTES NAS MEMBRANAS DE POLIESTIRENO	62
5.3 RECOBRIMENTO DO POLIPIRROL NAS MEMBRANAS PS/OGf	64
5.4 CARACTERIZAÇÃO DAS MEMBRANAS	66
5.4.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	66
5.4.2 Ângulo de Contato	68
5.4.3 Difração de raios-X	70
5.4.4 Espectroscopia de absorção no Ultravioleta e visível	71
5.4.5 Espectroscopia de absorção no infravermelho por transformada de Fourier	

(FTIR)	72
5.5 ESTUDO DA ADSORÇÃO DO CORANTE PRETO DE ERIOCROMO (EBT)	74
5.5.1 Influência do pH do meio	75
5.5.2 Efeito do tempo de interação	77
5.5.3 Cinética de adsorção	78
5.5.4 Efeito da concentração inicial do contaminante	80
5.5.4.1 Isotermas de adsorção	82
5.5.5 Estudo da dessorção do corante Preto de Eriocromo da membrana PS/OGf/PPi	85
5.5.6 Estudo de reutilização da membrana PS/OGf/PPi através da adsorção/dessorção do corante Preto de Eriocromo	86
5.5.7 Estudo de Termodinâmica	88
5.6 ESTUDOS DE SAIS (EFEITO DA FORÇA IÔNICA)	90
5.7 COMPARAÇÃO COM OUTROS MATERIAIS DA LITERATURA	92
<b>6 CONCLUSÃO</b>	<b>94</b>
<b>7 PERSPECTIVAS</b>	<b>95</b>
<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>96</b>
<b>APÊNDICE A – PRODUÇÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	<b>113</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Na indústria têxtil, os processos de tingimento e acabamento consomem enormes quantidades de água e, conseqüentemente, geram grandes quantidades de efluentes. Se tratados inadequadamente, os efluentes têxteis são perigosos para o meio ambiente e para a saúde pública, devido serem altamente poluentes devido à sua alta toxicidade, mutagenicidade, carcinogenicidade e não biodegradabilidade. pois contêm altos níveis de compostos orgânicos e inorgânicos. As águas residuais da indústria têxtil caracterizam-se por serem altamente coloridas (KHAN *et al.*, 2024).

Durante o processo de tingimento, uma parte dos corantes aplicados aos tecidos permanece não fixada e é lavada. A eficiência de fixação de corantes têxteis é geralmente de cerca de 60%, o que significa que quantidades substanciais de compostos de cor são liberados nas águas residuais. Se o efluente têxtil for descartado sem tratamento no meio ambiente, ele bloqueia a passagem da luz pela água, afetando a fotossíntese e reduzindo os níveis de oxigênio dissolvido. Além disso, estudos mostraram que alguns corantes, especialmente corantes azoicos reativos, podem ser cancerígenos e mutagênicos (DUTTA *et al.*, 2024).

A compatibilidade ambiental e a viabilidade financeira determinam o método de escolha para o tratamento de águas residuais industriais. As técnicas mais utilizadas são a coagulação e floculação, flotação por espuma, filtração por membrana, processos biológicos e processos químicos (VASISTHA *et al.*, 2021). No entanto, essas técnicas têm se mostrado difíceis de aplicar, ineficazes e não ecologicamente corretas para o tratamento de águas residuais têxteis. Embora tais métodos sejam frequentemente usados para remover corantes de águas residuais, eles transformam os contaminantes de uma fase líquida em uma fase sólida, o que não resolve o problema (THANIGAIVEL *et al.*, 2022).

Assim, a regeneração de materiais adsorventes e o pós-tratamento de resíduos sólidos são operações caras, porém necessárias, para a degradação completa de poluentes após tratamentos tradicionais de efluentes têxteis. A coagulação pode remover corantes dispersos, mas não é eficiente na remoção de corantes solúveis e produz grandes quantidades de lama química. Para garantir a qualidade dos efluentes e atender aos padrões legais, as indústrias devem utilizar

técnicas de tratamento de água capazes de degradar compostos poluentes (SRINIVASAN *et al.*, 2021).

A contaminação por resíduos químicos pode causar danos irreversíveis à fauna e flora dos ecossistemas aquáticos, além de afetar a qualidade da água para consumo humano, comprometendo a saúde da população (IWUOZOR *et al.*, 2022).

A busca por soluções para os desafios ambientais tem impulsionado a aplicação de nanomateriais, como o óxido de grafeno (OG). Com sua estrutura plana de átomos de carbono e grupos funcionais de oxigênio, o OG é hidrofílico e pode aprimorar a microestrutura de polímeros, aumentando sua estabilidade térmica e resistência mecânica (ZHAN *et al.*, 2025). Além disso, o OG tem se mostrado eficaz na filtração de água, removendo contaminantes orgânicos e inorgânicos. A funcionalização do óxido de grafeno com reagentes como o 3-aminopropiltrietoxissilano (APTES) é uma estratégia para otimizar suas propriedades de superfície, tornando-o mais reativo para aplicações específicas (SAHOO *et al.*, 2020).

Em contrapartida, a incorporação do PPI em matrizes poliméricas é motivada pela presença de grupos funcionais contendo nitrogênio em sua cadeia principal, os quais atuam como sítios ativos para a captura de corantes aniônicos através de interações eletrostáticas e ligações de hidrogênio (GOLBA; JUREK-SULIGA, 2025). Dessa forma, a combinação do polipirrol com o óxido de grafeno funcionalizado permite o desenvolvimento de materiais compósitos ternários com propriedades sinérgicas, capazes de potencializar significativamente a eficiência de adsorção de contaminantes em soluções aquosas.

Em conjunto com esses avanços materiais, a eletrofiação tem se consolidado como uma técnica essencial para a produção de membranas poliméricas ultrafinas com diâmetros nanométricos (WEN *et al.*, 2022). Este processo, que utiliza alta tensão elétrica para ejetar um jato fino de solução polimérica, resulta em membranas com alta área superficial, porosidade controlada e grande potencial de funcionalização, sendo amplamente utilizadas em engenharia de tecidos, sistemas de filtração e dispositivos eletrônicos (WEN *et al.*, 2022).

No entanto, é importante ressaltar que, apesar de toda essa capacidade de desenvolvimento de materiais para tratamento de resíduos, existem diversas

substâncias químicas que são frequentemente encontradas nos resíduos líquidos industriais, como metais pesados, solventes orgânicos, produtos químicos industriais e agentes contaminantes provenientes de processos de produção. Apesar disso, não é incomum que esses resíduos sejam liberados diretamente nos rios, lagos e oceanos, ou ainda despejados nos sistemas de tratamento de esgoto sem o devido tratamento (IWUOZOR *et al.*, 2022).

Nesse contexto, por ser bastante utilizado como indicador metalocrômico em titulações de complexação para a determinação da dureza da água, o Preto de Eriocromo T é um corante Azo aniônico, cuja fórmula química é  $C_{20}H_{12}N_3O_7 Na$ , e a massa molar é 461,381 g/mol. frequentemente encontrado em concentrações elevadas em resíduos líquidos, o que torna necessário desenvolver tratamentos para o seu adequado descarte (WAGHCHAURE; ADOLE; JAGDALE, 2022).

Todavia, a remoção de corantes de efluentes industriais constitui um desafio ambiental significativo, sendo abordada por diversas metodologias. Os métodos mais comuns de remoção de corantes de efluentes industriais envolvem oxidação biológica, floculação, precipitação química e adsorção de carvão ativado. Dentre essas técnicas, o processo de adsorção surge como uma abordagem particularmente notável para a despoluição de efluentes em geral, e especificamente para a remoção de corantes. A importância da adsorção advém de sua simplicidade operacional, desempenho superior e aplicabilidade em uma vasta gama de concentrações de poluentes. Consequentemente, características como a razoável reciclabilidade do material adsorvente e o baixo custo inerente ao processo a posicionam como uma solução ideal para a remediação eficaz de águas residuais contaminadas por corantes. (BANSAL; PATNALA; DUGMORE, 2020).

Para o tratamento de efluentes contendo o corante Preto de Eriocromo T, pode-se utilizar processos físico-químicos, como a adsorção utilizando membranas eletrofiadas para corantes (SINGH *et al.*, 2024). Em nossa pesquisa, a adsorção se baseou no uso de membranas eletrofiadas com poliestireno que têm afinidade pelo corante e conseguem removê-lo da solução durante todo o processo de interação entre a membrana e o corante, utilizando um processo denominado efluente simulado.

Como os corantes azo são de natureza tóxica e cancerígenos, sendo seus produtos de degradação, como a naftoquinona, ainda mais perigosos, é essencial removê-los das águas residuais de um tratamento. Esses corantes são não biodegradáveis e sua presença em grande concentração diminui a penetração da luz solar nos corpos d'água, dificultando a fotossíntese dos organismos aquáticos. Esses corantes são altamente resistentes à luz, ao calor, ao tratamento químico e microbiano, sendo, portanto, extremamente difíceis de remover (KUMAR; ANWAR; PRABHU, 2024).

Assim, é importante assegurar que, antes de o efluente ser descartado no ambiente, seja garantido que os rejeitos estejam dentro dos parâmetros legais de lançamento. Por isso, é imprescindível realizar análises laboratoriais para verificar a eficiência do tratamento e se certificar de que os limites de concentração do corante Preto de Eriocromo T estão dentro dos padrões estabelecidos (INGRASSIA *et al.*, 2024). Dessa forma, é essencial considerar a otimização dos parâmetros operacionais ao selecionar uma tecnologia sustentável e eficaz para o tratamento de águas residuais.

O objetivo principal do presente estudo será avaliar o desempenho da membrana eletrofiada de poliestireno/óxido de grafeno funcionalizado com APTES/polipirrol através de estudos de adsorção para a remoção de corantes. A pesquisa sobre a remoção de corantes industriais tem como foco principal a conscientização sobre as questões ambientais, sendo uma área de crescente preocupação devido às limitações dos métodos de tratamento químico. Nesse contexto, a remoção de corantes por meio de reações de adsorção se apresenta como uma alternativa promissora para o tratamento de águas residuais.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Desenvolver e caracterizar membranas eletrofiadas de poliestireno, revestidas com óxido de grafeno e polipirrol, visando à remoção do corante Preto de Eriocromo de soluções aquosas.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Sintetizar o óxido de grafeno através método de Hummers modificado;
- Funcionalizar o óxido de grafeno com APTES ( $OG_f$ -APTES);
- Preparar membranas poliméricas de PS/DMF pelo processo de eletrofiação;
- Incorporar o  $OG_f$ -APTES nas membranas de PS/DMF;
- Polimerizar o pirrol sobre as membranas PS/ $OG_f$ -APTES e fazer sua caracterização através de análises de MEV, FTIR, medidas de ângulo de contato e UV-visível;
- Realizar estudos cinéticos e de equilíbrio (isotermas) para determinar a capacidade máxima de adsorção e os mecanismos de transferência de massa envolvidos;
- Utilizar a membrana para a remoção de corantes, analisando a natureza de interação adsorvato-adsorvente.



### 3 REVISÃO DE LITERATURA

O presente capítulo dedica-se à consolidação do referencial teórico que serve de alicerce para esta tese, estabelecendo o contexto científico, o estado da arte e a relevância das questões investigadas. A Revisão de Literatura foi estruturada para fornecer uma compreensão sólida dos conceitos fundamentais e dos avanços mais recentes nas áreas temáticas centrais deste estudo.

#### 3.1 POLÍMEROS

##### 3.1.1 Polímeros e Classificação

Polímero é todo material orgânico ou inorgânico, natural ou sintético, que tenha elevada massa molar com unidades estruturais repetitivas, sendo que normalmente esta unidade que se repete é de baixa massa molar (PARIDA *et al.*, 2024). Os polímeros são conhecidos por suas propriedades físicas e químicas especiais, como: flexibilidade, resistência e capacidade de formar ligações covalentes. Eles podem ser resistentes a altas temperaturas, possuir alta resistência mecânica, ser flexíveis, ter baixo custo de produção e ser facilmente processados (CANEVAROLO, 2002).

No entanto, os polímeros também apresentam algumas desvantagens. Eles em grande parte são materiais não biodegradáveis, por isso contribuem para a poluição ambiental quando descartados de forma incorreta. Além disso, alguns polímeros podem ser tóxicos e causar problemas de saúde. Assim, é necessário o uso responsável e sustentável dos polímeros, a fim de minimizar os impactos negativos no meio ambiente e na saúde humana (CANEVAROLO, 2002).

Normalmente, os polímeros são classificados sob diferentes formas, a depender do objetivo. As maneiras mais comuns de classificação são a partir do ponto de vista de sua estrutura química, do método de preparação, das características tecnológicas e do comportamento mecânico. Os polímeros são classificados como termoplásticos (plásticos), termofixos, borrachas e fibras (CANEVAROLO JR *et al.*, 2004).

A palavra plástico vem do grego, plastikos, que significa material adequado à moldagem. Os termoplásticos são materiais que, embora sólidos à temperatura ambiente em seu estado final, quando aquecidos acima da temperatura de

“amolecimento” tornam-se fluidos e passíveis de serem moldados por ação isolada ou conjunta de calor e pressão. Alguns exemplos de termoplásticos são o polipropileno (PP), o polietileno (PE), o Poli(tereftalato de etileno) (PET), o Policloreto de Vinila (PVC) e o poliestireno (PS). Os termoplásticos são materiais poliméricos que se tornam maleáveis ao serem aquecidos, possibilitando sua remodelação diversas vezes, o que facilita tanto a sua produção quanto a sua reutilização. Suas propriedades incluem baixa densidade, boa aparência, as propriedades de isolamento térmico e elétrico, resistência ao impacto e baixo custo. Essa combinação de propriedades resulta em uma vasta gama de aplicações em diversos setores, impulsionando o crescimento contínuo do consumo de polímeros em escala global (SPINACÉ; DE PAOLI, 2005; DE *et al.*, 2024).

Portanto, a versatilidade dos polímeros, especialmente dos termoplásticos, mostra sua importância na indústria atual. A capacidade de serem reciclados várias vezes sem perder muito das suas características, junto com qualidades como leveza, durabilidade e baixo custo, os torna essenciais em usos que vão desde embalagens e peças automotivas até aparelhos eletrônicos e materiais de construção (BARAI *et al.*, 2025). A classificação desses materiais por critérios estruturais, tecnológicos e de desempenho ajuda no desenvolvimento de soluções novas e sustentáveis em muitas áreas do conhecimento e da economia.

#### **3.1.1.1 Poliestireno (PS)**

O poliestireno (PS) é um dos materiais termoplásticos mais utilizados devido a sua baixa densidade, excelente processabilidade e baixo custo de processamento, também considerado um polímero sintético. O PS é usado principalmente para embalagens, armazenamento de energia (quando combinado a aditivos condutores) e como materiais compósitos. Além disso, desempenha um papel fundamental na construção civil, como isolante térmico e acústico, e na indústria de eletrodomésticos, onde é aplicado em revestimentos internos de refrigeradores e componentes de dispositivos eletrônicos (OLIVEIRA; CALADO, 2024).

Devido a sua alta demanda, a produção de materiais PS aumenta constantemente a cada ano. Os resíduos de PS degradam-se a um ritmo muito lento (mais de 500 anos) em aterros, o que resulta na elevada produção de resíduos de polímeros de PS, o que leva a graves problemas ambientais e problemas de saúde.

A produção mundial de poliestireno (PS), que em 2016 ultrapassou a marca de 14,7 milhões de toneladas, apresenta projeções de crescimento exponencial. Diante deste cenário, torna-se imperativa a implementação de estratégias de reciclagem e valorização de seus resíduos (GAUTAM *et al.*, 2023)

O poliestireno (PS) destaca-se pela elevada resistência à tração, estabilidade química e excelente processabilidade térmica, o que viabiliza seu reprocessamento. Somado a isso, sua viabilidade econômica e a alta área superficial, característica das variações expandidas, justificam sua ampla utilização em diversos setores industriais. No entanto, o uso generalizado de microplásticos de poliestireno (PS-MPs) na cadeia alimentar devido a ação de microorganismos levantou preocupações globais em relação à saúde marinha e humana. O PS é amplamente utilizado a nível industrial devido ao seu baixo custo e estabilidade química (SIDDIQUI *et al.*, 2023).

Portanto, a ampla presença do poliestireno em nosso cotidiano, de embalagens a componentes industriais, demanda uma análise além de suas vantagens práticas e econômicas. É crucial reconhecer nossa responsabilidade coletiva diante de sua constante presença. A presença constante desse material no nosso dia a dia nos chama a refletir sobre nossos hábitos de consumo e descarte. Para mudar essa realidade, precisamos de soluções inovadoras e do engajamento de todos — desde a indústria até cada um de nós, consumidores, garantindo que a praticidade de hoje não se transforme em um fardo insustentável para as gerações futuras (DONG *et al.*, 2024). Assim, o desenvolvimento de materiais funcionais a partir do PS não apenas atende a uma demanda tecnológica por adsorventes eficientes, mas também mitiga o impacto ambiental de polímeros persistentes, alinhando a viabilidade industrial a soluções sustentáveis para o tratamento de efluentes.

### **3.1.2 Polímeros Não Convencionais**

Polímeros não convencionais são uma classe de materiais que se distinguem dos plásticos tradicionais (como o PE, PVC e PET) por suas propriedades únicas, métodos de síntese inovadores ou por sua origem e impacto ambiental diferenciados, representam grande avanço da ciência dos materiais, buscando

superar as limitações dos polímeros convencionais, como a falta de condutividade elétrica e o longo tempo de degradação (SCHAULET; RIBEIRO; JACQUES, 2024) .

#### **3.1.2.1 Polímeros Biodegradáveis**

Diferentemente dos plásticos convencionais que persistem no meio ambiente por séculos, os polímeros biodegradáveis se destacam por sua capacidade de se degradar naturalmente em semanas ou meses, oferecendo uma solução promissora para a crise do lixo plástico. Muitos desses materiais são sintetizados a partir de fontes renováveis como o amido e a celulose, ou até mesmo por microrganismos, como é o caso dos polihidroxialcanoatos (PHAs). O polilactídeo (PLA), por exemplo, é obtido pela fermentação do amido de milho. Embora possam ter propriedades mecânicas ainda inferiores às dos plásticos derivados do petróleo, a pesquisa avança para aprimorá-las, permitindo seu uso atual em diversas aplicações, como embalagens, sacolas de supermercado, utensílios descartáveis e até mesmo em suturas cirúrgicas (OLONISAKIN *et al.*, 2025).

#### **3.1.2.2 Polímeros biomiméticos**

Polímeros biomiméticos constituem uma área de pesquisa promissora que busca replicar as estruturas e funcionalidades dos sistemas biológicos, com o objetivo de criar materiais superiores em eficiência, resistência e sustentabilidade. A inspiração para a síntese desses polímeros vem de fenômenos naturais de alto desempenho, como a notável resistência e elasticidade da seda de aranha, que serve de base para o desenvolvimento de fibras ultra resistentes e biomateriais para a engenharia de tecidos. Outro exemplo são os adesivos inspirados nas lagartixas, que utilizam a adesão seca e reversível para aplicações em curativos médicos e robótica. Da mesma forma, a capacidade de autolimpeza da folha de lótus, que repele água e sujeira, está sendo imitada para a produção de revestimentos autolimpantes para janelas e fachadas (BERNARDO *et al.*, 2021).

#### **3.1.2.3 Polímeros Condutores (PCs)**

O desenvolvimento dos polímeros condutores começa com sua descoberta, em 1977, e tem se concentrado na investigação dos fundamentos físicos e químicos para melhor compreender as propriedades destes materiais, como: condutividade elétrica, processabilidade, estabilidade química, flexibilidade e leveza, capacidade

de armazenamento de carga, sensibilidade a estímulos externos e propriedades ópticas (MACDIARMID, 2001; ROHLAND, 2022). Neste contexto, o comportamento de polímeros sob a influência de campos eletromagnéticos na faixa de micro-ondas tem sido amplamente investigado, com ênfase na compreensão das propriedades de transporte elétrico e térmico, especialmente em função da frequência aplicada (SILVA et al., 2024). Estudos recentes indicam que tais interações podem revelar mecanismos de condução dependentes da estrutura molecular e da frequência de excitação (SILVA et al., 2024).

Os PCs são materiais orgânicos que apresentam propriedades eletrônicas similares às dos metais, permitindo a condução elétrica devido à presença de sistemas de ligações  $\pi$ -conjugadas. As ligações duplas alternadas entre átomos de carbono formam um arranjo eletrônico que facilita a movimentação dos elétrons ao longo da cadeia polimérica, um processo fundamental para a condução elétrica (MELO, 1987; MALIK et al., 2023). Estudos recentes indicam que a condutividade desses materiais pode ser ajustada para níveis semelhantes aos dos condutores metálicos, dependendo da sua estrutura molecular e dopagem, o que amplia significativamente suas aplicações tecnológicas, como em dispositivos eletrônicos e sensores (GAO et al., 2023).

Os PCs representam uma categoria distinta de materiais semicondutores, eletroativos e responsivos, além de possuírem a vantagem de facilitar a preparação e alto potencial de aplicação (MACDIARMID, 2001). Devido às suas limitações em processabilidade, é comum que polímeros condutores sejam incorporados em compósitos com materiais tanto orgânicos quanto inorgânicos, o que aprimora suas propriedades de processamento e funcionalidade (SONIKA et al., 2022). Os PCs constituem uma categoria de materiais que exibe condutividade elétrica, uma característica atípica e distinta da maioria dos polímeros tradicionais. Em particular, as nanofibras e os nanotubos de polímeros condutores unidimensionais têm atraído considerável atenção no âmbito das nanotecnologias, evidenciada pela quantidade de publicações dedicadas aos nanotubos de polipirrol (PPI) (IDUMAH, 2021).

Dessa forma, tanto a polianilina (PANI) quanto o PPI podem ser facilmente sintetizados por meio da oxidação química de seus respectivos monômeros em um meio aquoso ácido. O peroxidissulfato de amônio é o agente oxidante para a anilina,

enquanto o cloreto de ferro(III) é utilizado para o pirrol (MACDIARMID, 2001;STEJSKAL, 2020). Além do peroxidissulfato de amônio e do cloreto de ferro(III), que são amplamente utilizados, diversos outros oxidantes desempenham papéis importantes. O peróxido de hidrogênio ( $H_2O_2$ ), por exemplo, é um oxidante versátil para reações em meio aquoso, gerando radicais que iniciam a polimerização (DE ALMEIDA; GIMENEZ, 2022; NAMSHEER; ROUT, 2021). Já o permanganato de potássio ( $KMnO_4$ ) é um agente forte, empregado para obter polímeros de alta pureza e controlar sua morfologia, como na síntese do polipirrol (CHITTE; DALVI, 2021). Por fim, os sais de cério(IV), como o nitrato de cério e amônio ( $Ce(NH_4)_2(NO_3)_6$ ), são oxidantes fortes e têm sido cada vez mais utilizados em polimerizações catalisadas (PODDAR, PATEL S ; PATEL, 2021). A seleção adequada desses oxidantes é fundamental para otimizar as características dos polímeros condutores, ampliando significativamente suas aplicações tecnológicas.

A síntese de PCs vai além da oxidação química em meio aquoso, incorporando técnicas inovadoras que permitem um controle mais preciso sobre a estrutura e as propriedades do material. Destacam-se alguns dos métodos de síntese mais relevantes incluem:

- Síntese Eletroquímica: Este método é particularmente eficaz e oferece um controle preciso sobre a espessura do filme polimérico, sua morfologia e o grau de dopagem. A polimerização ocorre na superfície de um eletrodo imerso em uma solução contendo o monômero e um eletrólito. A aplicação de uma voltagem ou corrente elétrica induz a oxidação do monômero, formando o polímero condutor diretamente sobre o eletrodo. Esse método é amplamente utilizado para a produção de filmes finos de polianilina, polipirrol e politiofeno para aplicações em sensores e dispositivos eletrocromicos (KHALEQUE;ALY; KHAN,2025).
- Síntese por Radiação (Raios-X, Gama, UV): A irradiação com Raios-X, raios gama ou luz ultravioleta pode iniciar a polimerização de monômeros, especialmente em estado sólido ou em solução. Esses métodos geram radicais livres que promovem a formação do polímero. A vantagem reside na possibilidade de síntese em condições controladas de temperatura e pressão, além de permitir a modificação de polímeros existentes. A irradiação pode

também influenciar a cristalinidade e as propriedades mecânicas dos materiais (AHMAD, HAMMAD; RUBAB, 2022).

- Síntese por Plasma: A polimerização assistida por plasma envolve a exposição de monômeros gasosos a um plasma de baixa temperatura. Este método permite a deposição de filmes finos de polímeros condutores com alta adesão e uniformidade em diversas superfícies. A natureza do plasma (tipo de gás, potência, pressão) influencia diretamente as propriedades químicas e físicas do polímero resultante, tornando-o adequado para aplicações em revestimentos protetores e dispositivos eletrônicos flexíveis (JULIUS; MALAKONDAIAH; POTHIREDDY, 2025).

Nos últimos anos, os polímeros orgânicos condutores têm despertado crescente interesse devido à combinação de alta condutividade elétrica, propriedades ópticas notáveis e as características mecânicas e de processamento típicas dos plásticos (MERCANTE, *et al.*, 2021; DE SOUZA, *et al.*, 2021; FANG, *et al.*, 2024; BURRATTI, *et al.*, 2024). Além disso, tanto a condutividade quanto diversas outras propriedades desses materiais podem ser ajustadas de maneira controlada por meio do tipo de síntese adotada, permitindo a adaptação de suas características conforme as necessidades de aplicação (NAMSHEER; ROUT, 2021).

Os PCs podem ser caracterizados conforme o tipo de portador de carga que facilita a condução elétrica. Geralmente, esses materiais são classificados em três categorias principais: i) polímeros condutores de elétrons, ii) polímeros condutores de prótons e iii) polímeros condutores de íons.

1. Polímeros condutores de elétrons: Esses materiais conduzem eletricidade por meio da movimentação de elétrons, facilitada pelas ligações duplas alternadas entre átomos de carbono, que permitem a dispersão dos elétrons ao longo da cadeia polimérica. O polipirrol (PPI) é um exemplo representativo deste grupo de polímeros condutores, sendo amplamente utilizado devido à sua excelente condutividade elétrica e estabilidade química. O polipirrol é formado por unidades repetitivas de pirrol, com a dopagem (como o uso de dopantes ácidos) sendo um dos principais mecanismos para aumentar sua condutividade. Este tipo de polímero é utilizado em dispositivos eletrônicos,

sensores, células solares e baterias devido à sua versatilidade e desempenho em aplicações tecnológicas (MALIK *et al.*, 2023).

2. Polímeros condutores de prótons: Ao contrário dos polímeros condutores de elétrons, esses materiais conduzem eletricidade através do movimento de prótons. A condutividade é muitas vezes associada a interações químicas entre os prótons e a matriz polimérica, sendo particularmente relevante em aplicações como células de combustível e sistemas de armazenamento de energia, onde a condução de prótons é necessária. Exemplos incluem polímeros como o polipropileno sulfonado e outros compostos com grupos ácidos que favorecem a transferência de prótons. Pesquisas recentes destacam o papel crucial dos polímeros condutores de prótons em tecnologias emergentes, como células de combustível e sensores, devido à sua alta condutividade e estabilidade química (GAO *et al.*, 2023).
3. Polímeros condutores de íons: Este tipo de polímero facilita a condução elétrica por meio do movimento de íons dentro da estrutura polimérica. Geralmente, esses materiais são utilizados em dispositivos que envolvem troca iônica, como supercapacitores, baterias e membranas de eletrólitos para células de combustível. Polímeros como o polietileno glicol (PEG) e o poliestireno sulfonato são conhecidos por suas propriedades condutoras de íons, sendo empregados em sistemas de armazenamento de energia e em processos de ionização (NAMSHEER; ROUT, 2021).

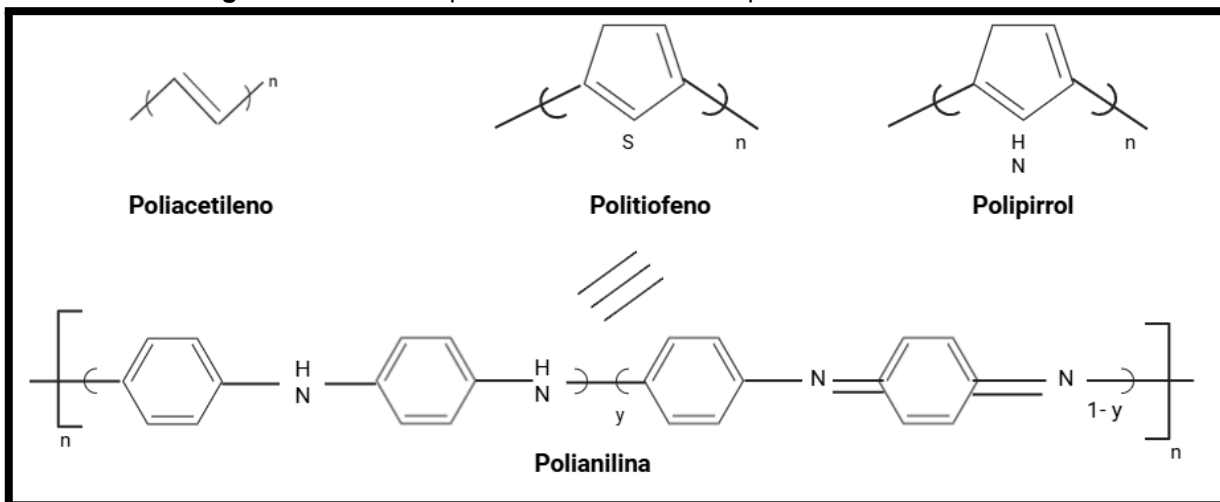
Cada tipo de polímero condutor apresenta vantagens e limitações, e sua escolha depende da aplicação específica desejada. A modificação das propriedades desses materiais, seja por meio de dopagem, adição de grupos funcionais ou controle da estrutura molecular, permite a criação de polímeros com características ajustáveis para diferentes necessidades tecnológicas, como eletrônica, sensores e sistemas de armazenamento de energia (MALIK *et al.*, 2023; GAO *et al.*, 2023).

Outra classificação é baseada na estrutura química e na unidade de repetição. Esses materiais mesclam as propriedades positivas dos metais e dos polímeros convencionais – a capacidade de conduzir carga, excelentes propriedades elétricas e ópticas – com flexibilidade no processamento e facilidade de



síntese (ESKANDARI *et al.*, 2020). Na Figura 1, é apresentadaa estrutura química de alguns polímeros condutores.

**Figura 1** - Estrutura química de determinados polímeros condutores.



Fonte: Próprio autor, 2024.

Os PCs encontram diversas aplicações, tais como na fabricação de dispositivos eletrônicos flexíveis (WANG *et al.*, 2024), sensores (MEI, *et al.* 2023), baterias recarregáveis (JING *et al.*, 2023), entre outros (SUGIARTO *et al.*, 2022). Além disso, esses materiais também são estudados para o desenvolvimento de novas tecnologias, como a eletrônica orgânica e a eletrônica molecular (PATERNO; MATTOSO; OLIVEIRA JR, 2001). No entanto, apesar de suas propriedades interessantes, o uso de polímeros condutores ainda encontram desafios, como a baixa condutividade elétrica em comparação com os metais e a dificuldade de processamento em grande escala (SUN *et al.*, 2025). Além disso, a versatilidade desses materiais se estende a importantes questões ambientais, com pesquisas emergentes focando na sua aplicação para a remoção eficiente de corantes de efluentes, um passo crucial para o tratamento de águas residuais.

### 3.1.4 Polipirrol e suas Propriedades

O polipirrol (PPI) é um polímero condutor amplamente estudado devido às suas propriedades elétricas e ópticas excepcionais. Ele é formado pela polimerização oxidativa do monômero pirrol, um heterociclo insaturado de cinco

membros. Em sua forma dopada, o PPI apresenta alta condutividade elétrica, tornando-o adequado para aplicações em dispositivos eletrônicos, sensores e sistemas de armazenamento de energia. Além disso, o PPI exibe propriedades ópticas notáveis, como sensibilidade à luz, que podem ser aprimoradas por meio da incorporação de materiais como o óxido de grafeno, resultando em compostos com desempenho superior em sensores ópticos (GOLBA; LOSKOT, 2023).

O polipirrol pode ser sintetizado a partir de uma reação de polimerização química ou eletroquímica. Na polimerização química, um agente oxidante, como o cloreto férrico, é usado para oxidar o pirrol e formar a cadeia polimérica. Na polimerização eletroquímica, o pirrol é oxidado eletroquimicamente na presença de um eletrólito e o polipirrol é formado (ATEH; NAVSARIA; VADGAMA, 2006).

O PPI é um dos polímeros não convencionais, mais utilizados e bem caracterizados, destacando-se como uma excelente matriz para a obtenção de materiais compósitos. Sua estrutura molecular permite a integração eficaz com diversos materiais, resultando em compósitos com propriedades elétricas, ópticas e mecânicas aprimoradas. Estudos recentes demonstram que a combinação do PPI com nanomateriais, como nanotubos de carbono e nanopartículas de prata, resulta em compósitos com desempenho superior em sensores eletroquímicos e dispositivos de armazenamento de energia (GURSU *et al.*, 2022). Esse polímero demonstra estabilidade ambiental e biocompatibilidade, bem como atividade antioxidante e alta condutividade elétrica (ZARE *et al.*, 2021). Devido a essas propriedades, o PPI encontrou muitas aplicações em campos como sensores (CHOWDHURY *et al.*, 2023), células de combustível (BAI *et al.*, 2023), atuadores (PANG *et al.*, 2022), supercapacitores (CHOWDHURY *et al.*, 2023), dispositivos de armazenamento de energia (SUGIARTO *et al.*, 2022) e revestimentos anticorrosivos (GNIADK *et al.*, 2023).

A incorporação de nanopartículas condutoras em matrizes poliméricas oferece diversas vantagens, criando compósitos com propriedades aprimoradas. Ao adicionar materiais como óxidos metálicos (ex.: óxido de zinco, óxido de estanho), nanotubos de carbono ou nanopartículas de prata, é possível obter benefícios significativos (ORTS MERCADILLO *et al.*, 2022).

Uma das principais vantagens é o aumento da condutividade elétrica. As nanopartículas condutoras, com sua alta área superficial, promovem uma maior transferência de elétrons, melhorando a capacidade do material de conduzir eletricidade. Essa abordagem, combinada com outras estratégias como dopagem química e modulação estrutural, amplia as aplicações dos polímeros em áreas como eletrônica flexível, sensores e dispositivos de armazenamento de energia (GUO *et al.*, 2024).

Além disso, a adição de nanopartículas pode gerar melhorias na resistência mecânica e térmica, além de conferir novas propriedades. Essas podem incluir magnetismo, propriedades ópticas especiais e funcionalidades antimicrobianas. Tais aprimoramentos tornam os materiais poliméricos mais versáteis e adequados para uma ampla gama de aplicações industriais e tecnológicas (PUNNAKKAL; ANILA, 2023).

Portanto, a incorporação de polímeros condutores, como o polipirrol, em matrizes poliméricas desponta como uma estratégia eficaz para otimizar as propriedades de materiais compósitos (LEE. *et al.*, 2009). Essa abordagem abre caminhos para o desenvolvimento de novos materiais com funcionalidades aprimoradas, capitalizando a interação vantajosa entre as características dos polímeros condutores e as da matriz polimérica (IYER *et al.*, 2024).

### 3.2 DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS E MEMBRANAS À BASE DE POLÍMEROS PARA TRATAMENTO DE ÁGUA

O crescente desafio global da escassez de água potável e a necessidade de remover contaminantes emergentes têm impulsionado a busca por soluções inovadoras no tratamento de água (UMEH *et al.*, 2025). Nesse cenário, o desenvolvimento de compósitos e membranas poliméricas representa uma fronteira tecnológica promissora, oferecendo alta eficiência e seletividade na remoção de poluentes diversos (BARATTA *et al.*, 2024). Essas tecnologias avançadas são cruciais para a garantia de recursos hídricos seguros, abordando desde a remediação de efluentes industriais até a purificação de água para consumo humano, e são fundamentais para o avanço das práticas de tratamento de água (SINGH *et al.*, 2024).

Considerando a importância fundamental da água é essencial entender que a exploração de fontes hídricas no espaço é uma missão primordial, já que a água representa a própria essência da vida (SCAFFARO *et al.*, 2024). Com o crescimento acelerado da população, as demandas de uma sociedade em expansão geram necessidades diversas que só podem ser atendidas por meio da produção em grande escala. (KORDBACHEH; HEIDARI, 2023).

Na maioria das indústrias, a produção de bens requer o uso de diversas matérias-primas, o que gera subprodutos que, muitas vezes, são descartados nos ecossistemas, especialmente em fontes de água próximas (SUN *et al.*, 2022). Essas descargas têm a capacidade de perturbar o delicado equilíbrio desses ecossistemas. A emissão de tais poluentes não apenas constitui uma ameaça ao estado desses ecossistemas, mas também causa impactos ambientais negativos em todos os organismos vivos (VALIEY *et al.*, 2023).

A natureza e a origem da contaminação nem sempre são evidentes, e a água pode ser poluída por diversas fontes simultaneamente. Por isso, há uma demanda contínua por métodos de tratamento de água eficazes e inovadores. Atualmente, é crucial encontrar uma estratégia confiável para essa questão. Hoje em dia, as impurezas da água podem ser removidas através de métodos químicos, físicos, biológicos ou uma combinação desses – todos esses métodos têm experimentado progressos notáveis nos últimos anos (ZHU *et al.*, 2023).

Os polímeros são materiais amplamente reconhecidos por suas propriedades únicas, que são difíceis de serem encontradas em outros tipos de materiais. Embora já exista uma vasta quantidade de pesquisa sobre eles, seu potencial parece ser quase infinito e, muitas vezes, subestimado pelos pesquisadores, possivelmente devido à enorme diversidade e à constante expansão dessa família de materiais. Ademais, a ausência de condutividade elétrica e térmica, a facilidade de processamento, a transparência, a adaptabilidade para alterações futuras e a acessibilidade são apenas algumas das características que fazem dos polímeros um material altamente desejado (WANG *et al.*, 2022).

Atualmente, os compósitos são definidos como materiais formados pela combinação de dois ou mais componentes distintos, que mantêm uma interface bem definida entre si. Esses materiais são amplamente utilizados como adsorventes

primários, integrando, em geral, uma fase adsorvente com capacidade de atrair e reter íons, moléculas ou partículas de fluidos como água ou ar (SILVA et al., 2023).

Nesse contexto, a busca por materiais com propriedades eletrônicas e estruturais superiores têm impulsionado a investigação de sistemas que incorporam polímeros condutores. No entanto, polímeros não convencionais, como a polianilina (PANI), polipirrol (PPI) e politiofeno (PTh), já mostraram eficácia na remoção de impurezas dissolvidas, incluindo metais pesados, micropoluentes, corantes e poluentes orgânicos de soluções aquosas (ZARE et al, 2018). Além disso, técnicas de separação, como membranas que operam com base em critérios de exclusão de tamanho ou peneiramento molecular, dependem em grande medida de polímeros. Neste contexto, materiais como fluoreto de polivinilideno (PVDF) (BAIG et al., 2022.), polissulfona (PSF) (WU et al., 2022.) e polietersulfona (PES) (MAHDAVI et al., 2022.) têm sido amplamente utilizados na fabricação de membranas poliméricas em diversos processos de separação, incluindo microfiltração (MF), ultrafiltração (UF), nanofiltração (NF) , osmose reversa (RO), osmose direta (FO) e osmose retardada por pressão (PRO) (GHANBARI; ZARE, 2024).

Sendo assim, o avanço no desenvolvimento de novos materiais é essencial para enfrentar os desafios atuais e futuros relacionados à qualidade da água. Essas soluções representam um caminho promissor para o tratamento de água, permitindo a remoção eficiente de uma vasta gama de contaminantes, desde poluentes orgânicos emergentes até íons metálicos pesados (ALGARADAH, 2024).

### 3.3 ÓXIDO DE GRAFENO (OG)

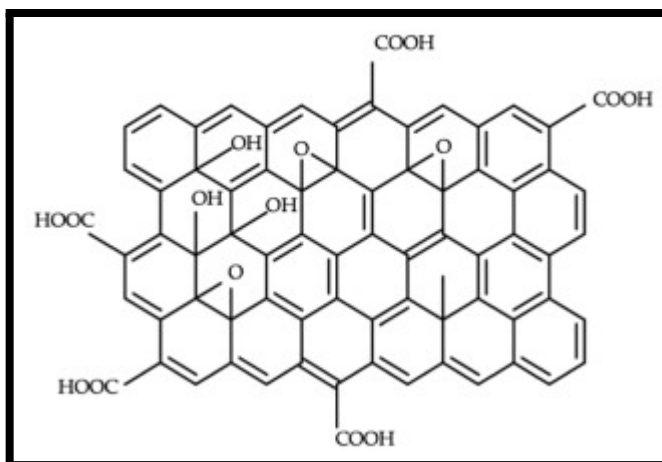
O óxido de grafeno é um nanomaterial que apresenta uma estrutura plana de átomos de carbono interligados em formato hexagonal, com orbitais hibridizados  $sp^2$  e  $sp^3$ . Devido à presença de grupos funcionais de oxigênio, como hidroxila, carboxila e carbonilo no plano basal e extremidades de sua estrutura molecular, o OG é um material hidrofílico. A incorporação do OG<sub>f</sub> à matriz de poliestireno promove um refinamento microestrutural, reduzindo a densidade de defeitos e otimizando a dissipação de tensões térmicas e mecânicas. Esse efeito de reforço é atribuído à eficiente transferência de carga na interface polímero-nanomaterial, resultando em

um incremento na estabilidade térmica e nas propriedades mecânicas do compósito (ROCHA *et al.*, 2021).

O óxido de grafeno pode ser utilizado para melhorar a eficiência de processos de filtração de água, especialmente na remoção de contaminantes orgânicos e inorgânicos. As nanofolhas de óxido de grafeno podem adsorver seletivamente e remover contaminantes, como metais pesados, corantes, produtos químicos orgânicos e microrganismos, devido a suas interações superficiais únicas e capacidade de formar ligações com essas substâncias. A adição de nanofolhas de óxido de grafeno às membranas pode levar à seletividade para íons específicos, permitindo a separação de íons de diferentes tamanhos e cargas, o que é essencial em muitos processos industriais, como a recuperação de metais valiosos de soluções aquosas (JANUÁRIO *et al.*, 2021).

O grafite pode ser transformado em outros compostos como grafeno e óxido de grafeno utilizando os processos adequados. O grafeno é uma única camada atômica de carbono com estrutura de grafite, enquanto o óxido de grafeno é o grafeno oxidado que consiste em uma monocamada de óxido de grafite. Isso faz com que a estrutura OG apresente alta afinidade por moléculas de água. Dessa forma, o OG e seus derivados são bastante utilizados como nanocargas em aplicações de membranas devido à presença de grupos funcionais de oxigênio, como grupo hidroxila, carboxila, carbonila e epóxi (Figura 2).

**Figura 2** - Representação estrutural do óxido de grafeno.



Fonte: NG; CHUA; NG, 2021.

Óxidos de grafeno funcionalizados podem assumir diversas formas físicas, como folhas, nanopartículas, aerogéis ou filmes finos, o que possibilita a criação de uma ampla gama de estruturas de membranas. Essas variações estruturais permitem otimizar as características de separação, como seletividade, permeabilidade e estabilidade mecânica, resultando em um desempenho aprimorado para aplicações em processos de filtração, purificação ou separação de gases e líquidos. (NG; CHUA; NG, 2021).

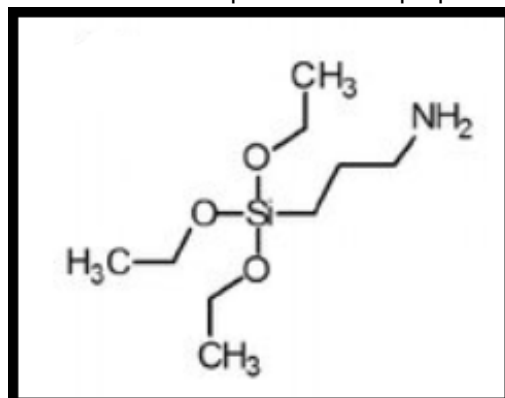
O óxido de grafeno (OG) emergiu nos últimos anos como um material adsorvente altamente eficaz, impulsionado pela redução significativa de seus custos de preparação, o que torna sua aplicação mais acessível em uma variedade de processos industriais e ambientais (ALATEAH, 2023). Assim, o OG se assemelha a uma folha de espessura atômica de carbono, cujos defeitos na rede (homogênea) cristalina são produzidos pela introdução covalentemente de grupos funcionais oxigenados no plano da estrutura cristalina (ALATEAH, 2023). O novo arranjo estrutural no OG resulta em átomos de carbono com hibridização  $sp^2$  (que é característico do grafeno) e  $sp^3$  (DHIMAN *et al.*, 2024). O controle relativo da fração relativa dos átomos de carbono  $sp^2$  permite explorar as propriedades ópticas e elétricas do OG (LOH *et al.*, 2010).

Sendo assim, o óxido de grafeno (OG) se destaca como um adsorvente promissor devido à sua produção mais econômica e estrutura atômica singular (NUNES FILHO *et al.*, 2021). No entanto, a funcionalização é essencial para maximizar o potencial de uma estrutura, garantindo sua estabilidade com outros materiais. Neste contexto, o 3-aminopropiltriétosisilano (APTES) é usado para criar híbridos orgânicos-inorgânicos, permitindo a ancoragem controlada do óxido de grafeno (OG) e abrindo caminho para diversas aplicações.

### 3.4 3-AMINOPROPILTRIETOXISILANO (APTES)

O reagente 3-aminopropiltriétosisilano (APTES), representado na Figura 3. Trata-se de um alcóxido de silício modificado com um grupo aminopropil, sendo classificado como precursor de híbridos orgânicos-inorgânicos (NASSAR; MESSADEQ; RIBEIRO, 2002; JUNIOR *et al.*, 2025).

**Figura 3** - Estrutura do composto 3-aminopropiltrietoxissilano .



Fonte: GILBERTO *et al.*, 2016.

A funcionalização do óxido de grafeno utilizando APTES (3-aminopropiltrietoxissilano) é um método frequentemente adotado para alterar a superfície do grafeno, aumentando sua reatividade ou adequação para aplicações específicas. O APTES, devido à presença de seu grupo amino ( $-NH_2$ ), pode formar ligações covalentes entre o grafeno e diversos materiais ou moléculas, promovendo a adesão de biomoléculas, íons ou outros tipos de compostos (LIANG *et al.*, 2014). Assim, a funcionalização do óxido de grafeno com APTES representa uma estratégia eficaz para otimizar sua superfície (NUNES FILHO *et al.*, 2021), ampliando sua aplicabilidade em diversas áreas ao permitir a ligação covalente com uma vasta gama de moléculas (AYALA-CLAVERIA, Martin *et al.*, 2024). Assim, a técnica de eletrofiação emerge como uma metodologia promissora para processar esses materiais avançados (incorporando nanopartículas, polímeros condutores e óxido de grafeno) na produção de nanofibras com funcionalidades aprimoradas.

### 3.5 PRINCÍPIO DE ELETROFIAÇÃO

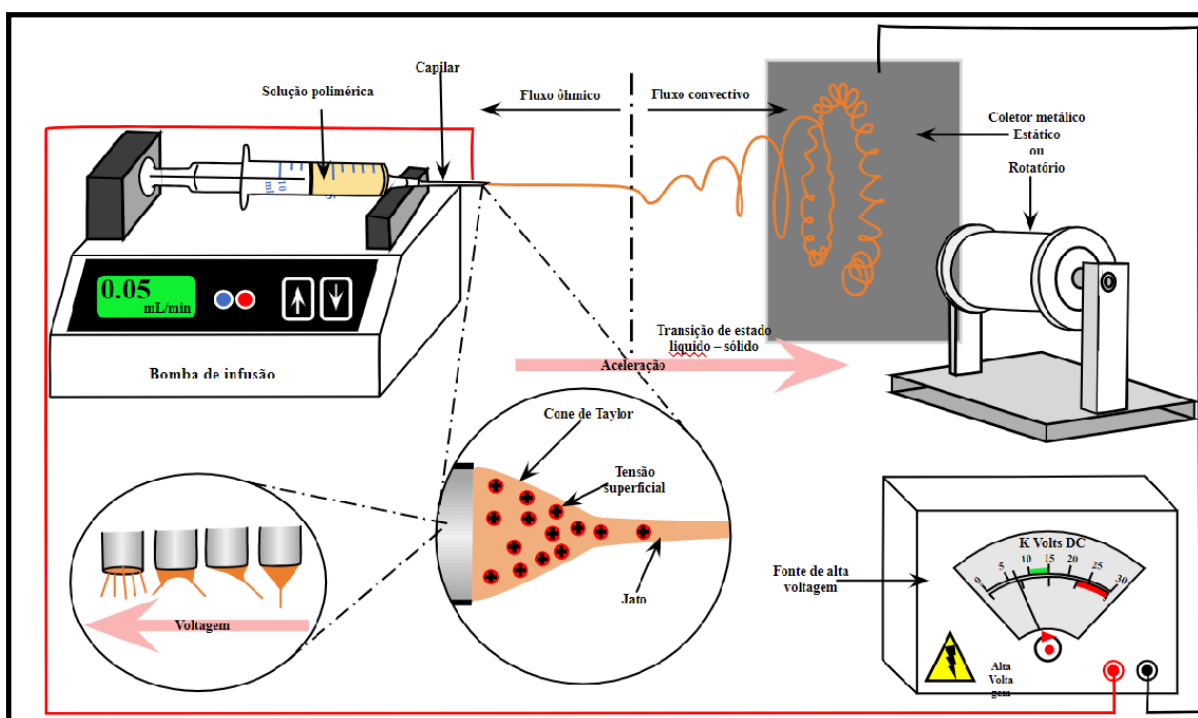
A eletrofiação é uma técnica amplamente utilizada para a produção de fibras poliméricas ultrafinas, com diâmetros que podem variar de alguns micrômetros até a escala nanométrica. O processo envolve a aplicação de uma alta tensão elétrica sobre uma solução ou fundido polimérico, geralmente contido em uma seringa com uma agulha metálica conectada a uma fonte de voltagem. Quando a tensão elétrica aplicada supera a tensão superficial da solução, forma-se uma estrutura denominada cone de Taylor, a partir do qual um jato fino de fluido é ejetado em



direção a um coletor aterrado. Durante esse trajeto, o solvente presente na solução evapora, e o polímero se solidifica, originando fibras contínuas e muito finas (DE AGUIAR *et al.*, 2021).

A eletrofiação destaca-se por sua simplicidade, versatilidade e capacidade de produzir materiais com elevada área superficial, porosidade controlada e grande potencial de funcionalização, sendo amplamente empregada em áreas como engenharia de tecidos, liberação controlada de fármacos, filtração, sensores e dispositivos eletrônicos flexíveis. A morfologia final das fibras pode ser ajustada por meio do controle de diversos parâmetros, como a viscosidade e condutividade da solução, a distância entre a agulha e o coletor, a taxa de fluxo e a intensidade do campo elétrico (AKHOUYA *et al.*, 2023; HAN *et al.*, 2022; ZOU *et al.*, 2022), conforme mostrado na Figura 4.

**Figura 4** - Ilustração do processo de eletrofiação.



Fonte: Próprio autor, 2024.

A fonte de alta tensão cria um campo elétrico entre a seringa/pipeta e o coletor. O polímero líquido é então alimentado através de uma agulha que está conectada à seringa/pipeta. Quando a tensão é aplicada, ocorre a eletroestiramento

da solução polimérica, levando à formação de um jato fino que se estica até atingir o coletor. Durante o processo de estiramento, ocorre a evaporação do solvente do polímero líquido, resultando na formação de fibras sólidas. A técnica de eletrofiação permite o controle do diâmetro das fibras produzidas, através da variação dos parâmetros do processo, como a tensão aplicada, a taxa de alimentação do polímero líquido, a distância entre agulha e o coletor, entre outros (ADPEKAR *et al.*, 2020).

As membranas eletrofiadas têm sido amplamente estudadas e utilizadas em diversos campos, como eletrônica flexível, energia, sensores e dispositivos biomédicos. Elas possuem propriedades únicas, como alta condutividade elétrica, flexibilidade, transparência e capacidade de conduzir cargas elétricas através da sua espessura (ADPEKAR *et al.*, 2020).

A eletrofiação é um método versátil e eficaz para produzir membranas flexíveis com estrutura interconectada que consiste em micro e nanofibras emaranhadas. As membranas eletrofiadas geralmente exibem uma alta porosidade (> 90%) em uma espessura controlável (CHALA *et al.*, 2018). Dentre as principais vantagens associadas à utilização de materiais eletrofiados, destacam-se suas características morfológicas estáveis e controláveis, tais como o diâmetro uniforme, a seção transversal circular e a superfície lisa. Em comparação com outras estruturas fibrosas, os materiais eletrofiados apresentam propriedades particularmente favoráveis aos processos de adsorção, incluindo elevada razão área superficial-volume, alta reatividade e biocompatibilidade, aspectos que os tornam especialmente promissores em um contexto de crescente demanda por soluções ambientalmente sustentáveis (MERCANTE, *et al.*, 2021).

Portanto, podemos afirmar que as membranas eletrofiadas são materiais promissores com uma ampla gama de aplicações. Sua capacidade de condução elétrica, flexibilidade e porosidade controlada, tornam essas membranas adequadas para diversas áreas da tecnologia, com potencial para melhorar o desempenho e expandir as funcionalidades de dispositivos eletrônicos, sistemas de energia, sistemas de separação de gases e remoção de contaminantes de águas residuais (SHAKIBA *et al.* 03, 2025). E ainda, a eletrofiação pode produzir materiais com

propriedades morfológicas diferenciadas, como grande área superficial e elevada porosidade, que os tornam especialmente promissores para a adsorção.

### 3.6 ADSORÇÃO

A adsorção é um fenômeno físico-químico em que ocorre a transferência de massa de uma substância presente na fase fluida ao ser adsorvida ou acumulada na superfície de uma fase sólida. As espécies dissolvidas podem ser transportadas por difusão para os poros do adsorvente e/ou adsorvidas em sua superfície interna. Os componentes acumulados na superfície são chamados de adsorvatos, enquanto a fase sólida, que retém o adsorvato, é chamada de adsorvente (COSTA *et al.*, 2022).

A eficiência do processo de adsorção está intimamente relacionada à capacidade do adsorvente de remover impurezas, parâmetros fundamentais como pH da solução, concentração inicial do corante, duração, dosagem do adsorvente e temperatura desempenham um efeito crucial (RUTHVEN, 1984).

Na literatura, é comum que estudos descrevam e avaliem adsorventes de acordo com sua caracterização, cinética e isoterma. A eficiência de um adsorvente é governada por um conjunto de parâmetros estruturais e econômicos. Entre os fatores críticos, destacam-se a morfologia porosa e a área superficial específica, que ditam a disponibilidade de sítios ativos. Paralelamente, a natureza do precursor e a relação custo-benefício são essenciais para garantir que o material seja não apenas eficiente, mas também tecnicamente viável para aplicações em larga escala (LEAL *et al.*, 2023; DE AGUIAR *et al.*, 2021; BRANDAO *et al.*, 2023). Além disso, a integração de múltiplas propriedades químicas e físicas em um único adsorvente é estratégica para otimizar a cinética e a capacidade de equilíbrio. A convergência de diferentes sítios ativos em materiais híbridos permite que o desempenho global supere a soma das capacidades individuais de seus componentes, fenômeno essencial para o tratamento eficiente de efluentes complexos (COSTA *et al.*, 2022).

A adsorção é o processo em que um ou mais componentes, que podem estar na forma líquida ou gasosa e são chamados de adsorvatos, se transferem para a superfície de um sólido, conhecido como adsorvente.(QIAN *et al.*, 2025). A eficiência da adsorção depende da taxa de transferência de massa através desses processos

e é influenciada pelas características do material adsorvente e pela concentração e gradiente de concentração da fase fluida (SARKAR *et al.*, 2024). Dessa forma, o processo de adsorção tem sido amplamente investigado como uma solução eficaz para o tratamento de efluentes industriais, especialmente aqueles contaminados por corantes, que representam um significativo problema ambiental (LEAL *et al.*, 2023; DE AGUIAR *et al.*, 2021; BRANDAO *et al.*, 2023).

### 3.7 ESTUDO DE CORANTES

A história dos corantes mostra a evolução do uso de corantes naturais para corantes sintéticos. A longa trajetória dos corantes remonta a milênios, iniciando-se em civilizações ancestrais, como as da Índia, Egito e Mesopotâmia, que faziam uso de corantes naturais para colorir tecidos e criar tintas que em sua maioria eram extraídos de vegetais (KUMAR *et al.*, 2024).

A obtenção do primeiro corante sintético aconteceu em 1856, quando o químico britânico William Henry Perkin acidentalmente encontrou o primeiro corante sintético, a malvaína (também referida como anilina púrpura), enquanto tentava criar um medicamento contra a malária, revolucionou a indústria têxtil e de coloração, permitindo a produção em massa de corantes de alta qualidade e uma ampla gama de cores (HOLME, 2006). Embora tenha trazido benefícios significativos, também levanta questões de sustentabilidade e saúde. Portanto, existem avanços no desenvolvimento de corantes mais seguros e ambientalmente amigáveis, garantindo um equilíbrio entre estética e responsabilidade (SAMSAMI *et al.*, 2020).

Os corantes são compostos químicos, naturais ou sintéticos, que se fixam em escala molecular a um substrato (RACHID, *et al.*, 2025). Os corantes sintéticos são utilizados em muitos campos de tecnologia avançada, como em indústrias de curtimento de couro, de plásticos, de cosméticos, têxteis, de papel, de borracha, de processamento de alimentos, de impressão e de fabricação de corantes (ABDI *et al.*, 2017).

Os corantes sintéticos são compostos coloridos que mantêm sua intensidade mesmo quando expostos à luz, água e a diversos produtos químicos. Isso se deve à sua complexa estrutura química e à sua natureza artificial (KUMARI *et al.* 2023). O

despejo de efluentes contendo corantes em águas receptoras sem tratamento adequado prejudica o crescimento das plantas aquáticas, criando condições anaeróbicas. A maioria das técnicas utilizadas para a remoção de corantes baseia-se na geração de radicais hidroxila, que são agentes oxidantes não seletivos e muito poderosos, capazes de reagir com orgânicos até sua mineralização geral. Estudos de processos de adsorção são fundamentais para a remoção de corantes de águas residuais (SAHU; POLER., 2024).

As águas residuais da indústria têxtil são uma das maiores ameaças para todos os setores industriais em termos de quantidade de produção e composição de efluentes. O hidróxido de sódio e outros sais são usados em métodos de processamento úmido para correção de cor na indústria têxtil, resultando em aumento da salinidade e alcalinidade (aproximadamente pH 10-11) do efluente têxtil. Esses resíduos têxteis são caracterizados por apresentarem coloração intensa, alta temperatura, elevada salinidade, pH variável, além da presença de sólidos em suspensão e metais pesados altamente tóxicos, como cádmio, cromo, cobre, chumbo, zinco, entre outros. Esse tipo de poluição, classificada como poluição industrial, afeta negativamente tanto o meio ambiente quanto a saúde humana.

A Tabela 1 mostra algumas características importantes das águas residuais têxteis, de acordo com os regulamentos da Organização Mundial da Saúde (OMS). No entanto, muitas vezes essas regras não são seguidas adequadamente, o que pode resultar em sérios riscos à saúde, incluindo o desenvolvimento de doenças como dermatites, problemas respiratórios, distúrbios hormonais e até câncer, dependendo do tipo e da intensidade da exposição aos poluentes (Das *et al.*, 2023).

**Tabela 1** - Propriedades químicas do efluente de corante têxtil de acordo com o padrão da OMS.

Parâmetros	Intervalo permitido
pH	6,5 – 8,5
Demanda bioquímica de oxigênio (DBO)	150–250 (mg L <sup>-1</sup> )
Demanda química de oxigênio (DQO)	100–300 (mg L <sup>-1</sup> )
Sólidos suspensos totais (SST)	100–00 (mg L <sup>-1</sup> )
Sólidos totais dissolvidos (TDS)	500–2000 (mg L <sup>-1</sup> )
Cloreto	250–1000 (mg L <sup>-1</sup> )
Nitrogênio	70–100 (mg L <sup>-1</sup> )
Temperatura	Não mais de 5 °C acima da temperatura ambiente dos corpos d'água receptores.

**Fonte:** (Das *et al.*, 2023)

Normalmente, os corantes são categorizados em corantes aniônicos, catiônicos e não iônicos com base em suas propriedades iônicas. O corante reativo e o corante ácido são duas categorias de corante aniônico. O corante básico é classificado como um corante catiônico, enquanto o corante disperso é categorizado como um corante não iônico. Os corantes destinados à indústria têxtil incluem corantes básicos, corantes ácidos, corantes reativos, corantes diretos, corantes azo, corantes mordentes, corantes de cuba, corantes dispersos e corantes de enxofre (SAMSAMI *et al.*, 2020). É essa ameaça global, imposta pelas características nocivas e persistentes dos corantes (aniônicos, catiônicos e não iônicos) e dos efluentes que exigem o desenvolvimento de abordagens eficazes de despoluição.

### **3.7.1 Métodos físicos-químicos de tratamento para remoção de corantes têxteis presentes em águas residuais**

A poluição com corantes têxteis em águas residuais das empresas é um desafio mundial, exigindo abordagens eficazes para proteger nossos recursos hídricos. Desse modo, métodos de tratamento físico, químico e biológico têm sido desenvolvidos e aplicados para remover os corantes de meios aquosos. Estes métodos incluem fotodegradação, ozonização, adsorção, nanofiltração, troca iônica, coagulação-floculação, precipitação, troca iônica, tratamentos aeróbicos e anaeróbicos, nanocompósitos e fotocatalisadores (SELVI; ESWARAMURTHI, 2023). Assim, essa diversidade de abordagens reflete a complexidade dos desafios impostos pelos diferentes tipos de corantes e matrizes de efluentes.

As técnicas físicas de remoção de corantes são, em geral, mais simples e frequentemente se baseiam em transferências de massa (ROSLI; AHMAD; NOH, 2024). Em comparação com métodos biológicos ou químicos, essas formas usam menos produtos químicos e são tidas como mais confiáveis, já que não contêm organismos vivos ou substâncias químicas complexas. Por isso, elas são muito usadas em processos de filtração e adsorção por membrana. A maioria das técnicas físicas de remoção de corantes apresenta eficiência de 86,8% a 99%, sendo o método de adsorção o que lidera a classificação (NACHIYAR *et al.*, 2023). Portanto, a adsorção, sendo uma ferramenta crucial na busca por efluentes mais limpos e um futuro sustentável para a indústria têxtil, é continuamente aprimorada pelo desenvolvimento de compósitos baseados em polímeros condutores. Logo, esses materiais avançados combinam as propriedades condutoras dos polímeros com a estrutura porosa de outras substâncias (como óxido de grafeno e *Luffa cylindrica*), visando superar a eficácia dos adsorventes tradicionais e estabelecer soluções mais sustentáveis para o tratamento de águas contaminadas.

### **3.7.2 Compósitos baseados em polímeros condutores para a remoção de corantes**

Diante da progressiva demanda por água própria para consumo e da premente necessidade de mitigar a contaminação ambiental, a procura por abordagens eficientes no tratamento de resíduos líquidos, em particular aqueles com

alta concentração de corantes, apresenta relevância (PERIYASAMY, 2024). Tais elementos nocivos, comumente resíduos de setores , frequentemente subprodutos de indústrias como a têxtil e alimentícia, configuram um grave perigo para os sistemas aquáticos e para a saúde das pessoas, em razão de sua toxicidade e durabilidade (PERIYASAMY, 2024). Assim, os materiais feitos com polímeros condutores surgem como uma boa opção. Substâncias como a polianilina (PANI), o polipirrol (PPI) e o politiofeno (PTh) já mostraram que conseguem eliminar as impurezas que estão dissolvidas. A combinação estratégica desses polímeros com outros materiais adsorventes pode resultar em compósitos capazes de otimizar significativamente a eficácia na remoção de corantes (SUMDANI *et al.*, 2022; GAO *et al.*, 2024).

Estudos recentes apontam para o desenvolvimento de novos materiais de adsorção para a despoluição de águas residuais contaminadas com corantes (DE AGUIAR *et al.*, 2023; DE FARIAS *et al.*, 2022; LEAL *et al.*, 2023). De acordo com pesquisas já publicadas, filmes desenvolvidos com fibras de poliestireno (PS) produzidas por eletrofição e entes orgânicos dissolvidos aprimoradas com óxido de grafeno (OG), denominados PSOG, foram produzidos e testados para verificar quão bem eles removem o corante azul de metileno (AM) da água, para verificar se os filmes podem ser usados na remoção de corante de meios aquosos, revelando que os filmes de poliestireno cobertos com óxido de grafeno (PSOG) são bons para adsorver o corante AM, por terem uma alta capacidade de adsorção (DE FARIAS *et al.*, 2022).

Em complemento, o uso de compósitos feitos a partir da *Luffa cylindrica* funcionalizada com polipirrol (LC/PPI) mostra uma alternativa eficaz na remoção de corantes orgânicos, como a tartrazina (E102), em meios aquosos. A estrutura porosa da *Luffa cylindrica*, combinada as propriedades do polipirrol - à condutividade elétrica e à forte afinidade por moléculas por espécies aniônicas - favorece a interação com as moléculas de corante, resultando em alta capacidade de adsorção. Portanto, o compósito LC/PPI surge como uma solução viável e com grande potencial técnico para o uso em tecnologias de tratamento de águas residuais que possuem poluentes orgânicos, como corantes, promovendo a remoção eficiente e sustentável desses contaminantes (AGUIAR *et al.*, 2023).



De acordo com resultados baseados em estudos anteriores, este artigo mostra que o desenvolvimento de membranas de poliacrilonitrila/polipirrol/polianilina (PAN/PPi/PANI), por meio da polimerização química *in situ* dos monômeros pirrol e anilina sobre uma membrana eletrofiada de poliacrilonitrila (LEAL *et al.*, 2023). Logo, a eficácia destas membranas em eliminar o corante Remazol Black B (RBB) dissolvido em água indica que as membranas PAN/PPi/PANI demonstram uma considerável capacidade de adsorção, tornando-as promissoras para o tratamento de águas contaminadas, apresentaram boa estabilidade durante os experimentos, possibilitando a recuperação eficiente dos corantes adsorvidos em múltiplos ciclos de absorção e dessorção (LEAL *et al.*, 2023).

Dentro do panorama da literatura analisada, um estudo descreve a síntese em etapa única de um compósito polimérico à base de carbono suportado por argila mineral (PBC) para remoção de corantes, demonstrando uma capacidade de adsorção significativamente superior em comparação com carvão ativado, polipirrol e bentonita. Essa abordagem representa um avanço crucial na síntese de adsorventes eficazes, combinando polímeros à base de carbono e bentonita em um processo simplificado que oferece eficiência e alta capacidade de remoção de corantes, tornando-o promissor para o tratamento de água (DHUMAL *et al.*, 2025).

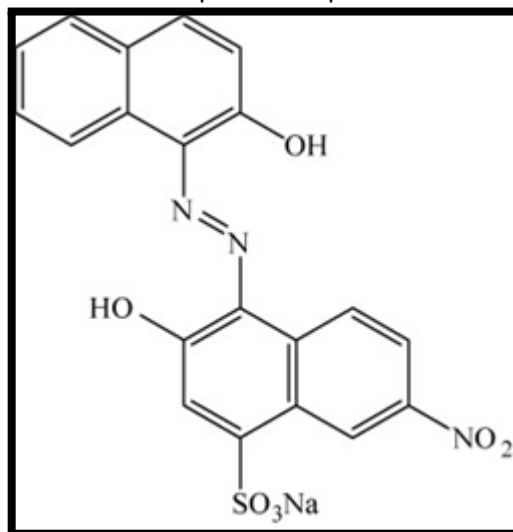
A evolução de compósitos baseados em polímeros não convencionais surge como um cenário promissor e crucial na luta contra a poluição de meios aquosos provocada por corantes (MEGHADADIAN; MAHMOODI, 2025). A combinação das propriedades únicas destes polímeros com a capacidade de adsorção de outros materiais, abre alternativas originais e super eficientes. Esses avanços, contribuem para a preservação dos ecossistemas aquáticos e a saúde humana, reforçam a relevância desses compósitos, tornando-os ferramentas imprescindíveis na busca por tratamentos de água mais sustentáveis e eficazes (HAMEED *et al.*, 2025). Assim, a busca por materiais avançados de adsorção, como os compósitos baseados em polímeros condutores, visa combater a poluição por corantes com maior eficácia, representando um avanço crucial na otimização dos métodos de tratamento. Essa necessidade de soluções aprimoradas conduz, portanto, à análise aprofundada de um contaminante específico, o qual se estabelece como o alvo ideal para a validação do potencial e do desempenho desses novos adsorventes.

### 3.7.3 Corante Preto de Eriocromo T (EBT)

O Preto de Eriocromo T é um corante azo aniônico ( $-N=N-$ ), com fórmula química  $C_{20}H_{12}N_3O_7SNa$  e massa molar de 461,381 g/mol. Em meio aquoso, é altamente solúvel, enquanto em solventes orgânicos como acetona e álcool, apresenta apenas solubilidade parcial. As moléculas desse corante possuem boa afinidade por superfícies adsorventes, especialmente materiais com carga oposta ou porosos, como carvões ativados, argilas modificadas e membranas eletrofiadas, que têm se destacado devido à sua alta área superficial e estrutura fibrosa. Além disso, o Preto de Eriocromo T é conhecido por sua resistência à luz e ao calor, o que o torna estável em diversos processos industriais. É amplamente utilizado nas indústrias têxtil e química, principalmente como indicador complexométrico em análises laboratoriais e no tingimento de fibras.

Em diversas titulações químicas, o Preto de Eriocromo T também é comumente utilizado como indicador (LAHMAR *et al.*, 2024). No entanto, sua exposição representa riscos à saúde: quando inalado, pode causar irritações no trato respiratório, e, em contato com a pele, pode provocar reações dermatológicas, como infecções ou inflamações. Na literatura, percebemos diversos estudos voltados para a remoção desse corante de fontes hídricas, com foco na remediação ambiental, dado seu potencial tóxico e persistência no meio ambiente (WAGHCHAURE; ADOLÉ; JAGDALE, 2022). Na Figura 5, é mostrada a estrutura química do corante preto de eriocromo.

**Figura 5** - Estrutura química do preto de eriocromo T.



Fonte: BEDOUI *et al.*, 2009.

Portanto, evidencia-se que o uso inadequado do corante Preto de Eriocromo T constitui uma preocupação significativa, dados os riscos que representa à saúde humana (KAMENICKÁ; KUCHTOVÁ, 2024). e ao meio ambiente (SHINDE *et al.*, 2024), reforçam criticamente o argumento central de que há uma necessidade premente de soluções inovadoras para o tratamento de água. Portanto, a toxicidade e a persistência do Preto de Eriocromo T no meio ambiente impulsionam a busca por métodos de remoção eficientes. A adsorção, como uma dessas soluções, só pode ser otimizada e compreendida em sua totalidade através de um rigoroso estudo termodinâmico.

### 3.8 ESTUDOS TERMODINÂMICOS

A temperatura desempenha um papel fundamental no fenômeno de adsorção, pois altera significativamente a capacidade de adsorção do adsorvente (ABDI *et al.*, 2017).

A análise termodinâmica de um sistema de adsorção é fundamental para compreender o impacto de fatores específicos do processo, especialmente aqueles relacionados à energia. Os parâmetros termodinâmicos incluem a energia livre de Gibbs,  $\Delta G^\circ$ , mudança de entalpia,  $\Delta H^\circ$ , e a mudança de entropia,  $\Delta S^\circ$  (IWUOZOR *et*

al., 2022). As grandezas termodinâmicas podem ser obtidas a partir das Equações 1 e 2:

$$\Delta G^0 = RT \ln K_L \quad , (1)$$

e

$$\ln K_L = \frac{\Delta S^0}{R} - \frac{\Delta H^0}{RT} \quad , (2)$$

onde,  $K_L$  é a constante de equilíbrio em diferentes temperaturas,  $R$  é a constante universal de gás e  $T$  é a temperatura na qual os dados de adsorção foram obtidos.

A análise termodinâmica desempenha um papel fundamental na compreensão dos processos de adsorção, permitindo determinar com precisão se a adsorção ocorre de forma espontânea, bem como identificar sua natureza energética, ou seja, se o processo é endotérmico ou exotérmico. Por meio da avaliação de parâmetros termodinâmicos como a variação de entalpia ( $\Delta H$ ), entropia ( $\Delta S$ ) e energia livre de Gibbs ( $\Delta G$ ), é possível interpretar os mecanismos envolvidos e prever o comportamento do sistema em diferentes condições. Um valor negativo de  $\Delta G$ , por exemplo, indica que a adsorção ocorre espontaneamente, enquanto a análise de  $\Delta H$  revela se há liberação ou absorção de calor durante o processo — caracterizando-o como exotérmico ou endotérmico, respectivamente. Esses dados são essenciais não apenas para a compreensão teórica do fenômeno, mas também para o desenvolvimento e otimização de sistemas de adsorção em aplicações industriais e ambientais (RUTHVEN, 1984).

Dessa forma, é possível perceber que a temperatura exerce um papel crucial no fenômeno de adsorção, uma vez que influencia diretamente a interação entre o adsorvato e o adsorvente. Alterações na temperatura podem modificar significativamente a capacidade de adsorção do material adsorvente, seja

favorecendo ou desfavorecendo o processo, dependendo da natureza endotérmica ou exotérmica da adsorção. Em processos endotérmicos, por exemplo, o aumento da temperatura tende a aumentar a quantidade de adsorvato retida na superfície do adsorvente, enquanto em processos exotérmicos, o aumento da temperatura pode reduzir essa capacidade. Portanto, o controle da temperatura é um fator determinante para a eficiência e a seletividade do processo de adsorção, sendo essencial para a otimização de aplicações práticas em áreas como tratamento de efluentes, purificação de gases e catálise heterogênea (ABDI *et al.*, 2017).

### 3.9 MODELAGEM MATEMÁTICA DE ISOTERMAS DE ADSORÇÃO

#### 3.9.1 Isotermas de Adsorção

A descrição matemática da capacidade de adsorção de equilíbrio é geralmente feita por meio de isoterma de adsorção, que é uma equação que relaciona a quantidade de adsorvato adsorvido no adsorvente ( $q_e$ ) com a concentração do adsorvato na fase gasosa ou líquida em equilíbrio ( $C_e$ ) (GIMBERT *et al.*, 2008).

As condições de equilíbrio no processo de adsorção são otimizadas quando uma quantidade definida de massa ( $m$ ) do material adsorvente é colocada em contato com um volume conhecido ( $V$ ) de uma solução contendo o adsorvato em uma concentração inicial previamente determinada ( $C_0$ , mg/L). A partir desse momento, inicia-se a interação entre as moléculas do adsorvato e a superfície ativa do adsorvente, caracterizada por forças físicas ou químicas, dependendo do tipo de adsorção envolvido. Esse processo não ocorre instantaneamente; ele demanda um certo intervalo de tempo até que o sistema atinja o chamado estado de equilíbrio. Esse equilíbrio é essencial para a determinação dos parâmetros que descrevem a capacidade e a eficiência do adsorvente. A capacidade de adsorção ( $q_e$ ) do adsorvato pode ser calculada (em mg/g) a partir da Equação 3:

$$q_e = \frac{V(C_0 - C_e)}{m} = , (3)$$

onde,  $V$  (L) é o volume da solução,  $C_0$  (mg/L) é a concentração inicial e  $C_e$  (mg/L) concentração de equilíbrio do adsorvato e  $m$  (g) é a massa do adsorvente (GIMBERT *et al.*, 2008).

Existem vários modelos de equações de isoterma de adsorção que foram desenvolvidas ao longo dos anos para descrever diferentes tipos de sistemas adsorventes e adsorvatos. Alguns exemplos de modelos isotérmicos mais comumente encontrados na literatura para observar os dados experimentais e descrever o equilíbrio da adsorção são os de Langmuir, Freundlich e Temkin (HO; PORTER; MCKAY, 2002).

Uma vez que a equação de isoterma de adsorção adequada é escolhida e ajustada aos dados experimentais, é possível determinar os parâmetros de adsorção importantes, como a capacidade de adsorção máxima ( $q_{max}$ ), a constante de equilíbrio ( $K$ ) e a energia de adsorção. Esses parâmetros são úteis para prever o comportamento de adsorção em diferentes condições experimentais e para comparar a eficiência de diferentes adsorventes para remover um adsorvato específico (LEAL *et al.*, 2023).

### 3.9.1.1 Isotermas de Langmuir

O modelo da isoterma de Langmuir descreve a adsorção de moléculas em uma superfície. Foi proposto por Irving Langmuir em 1918 e é amplamente utilizado em química e física de superfícies. Esse modelo afirma que o número de moléculas adsorvidas em uma superfície em equilíbrio está relacionado à pressão parcial ou concentração das moléculas na fase gasosa ou líquida, respectivamente (CHEN, X. *et al.*, 2022). As formas não lineares e lineares do modelo de Langmuir são as seguintes:

$$q_e = \frac{q_m b C_e}{1 + b C_e}, \quad (4)$$

e

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{bq_m} + \frac{C_e}{q_m} q_e, (5)$$

onde, onde  $q_m$  (mg/g) é a capacidade máxima de adsorção,  $b$  é a constante de isoterma de Langmuir,  $C_e$  (mg/L) é a concentração no equilíbrio e  $q_e$  (mg/g) é a capacidade adsorptiva no equilíbrio.

### 3.9.1.2 Isotermas de Freundlich

O modelo da isoterma proposto por Herbert Freundlich em 1906 é amplamente utilizado fundamentado em resultados experimentais, o qual descreve expressamente a adsorção de poluentes orgânicos e metais pesados em vários adsorventes. Esta isoterma é útil para caracterizar a capacidade de adsorção de diferentes adsorventes e pode ser utilizada para prever e otimizar processos de adsorção em diversas aplicações, como a remoção de contaminantes em águas residuais, a separação de misturas e a purificação de produtos químicos (CHEN, X. *et al.*, 2022).

O modelo de Freundlich descreve a adsorção em monocamada quando a quimissorção é o mecanismo de adsorção primário; ao passo que descreve a adsorção multicamadas quando a fisissorção é o mecanismo primário. As Equações não lineares e lineares do modelo de isoterma de Freundlich são as seguintes:

$$q_e = K_f C_e^{\frac{1}{n}}, (6)$$

e

$$\log q_e = \log k_f + \frac{1}{n} \log C_e, (7)$$

onde,  $K_f$  e  $N$  são os coeficientes relacionados à capacidade de adsorção e às constantes de resistência do modelo de isoterma de Freundlich, respectivamente e  $q_e$  (mg/g) é a capacidade de adsorção,  $1/n$  é a constante de heterogeneidade da superfície, e  $C_e$  (mg/L) é a concentração no equilíbrio do adsorvato (SRINIVASAN *et al.*, 2021).

É importante destacar que a isoterma de Freundlich é uma simplificação e não leva em consideração interações específicas entre o soluto e o adsorvente, como a formação de ligações químicas ou a competição entre diferentes espécies de adsorventes.

### 3.9.1.3 Isotermas de Temkin

O modelo de isoterma de Temkin é utilizado para descrever processos de adsorção nos quais as interações entre o adsorvato e o adsorvente não são negligenciáveis, sendo especialmente útil em sistemas onde a energia de adsorção diminui linearmente com o aumento da cobertura da superfície. (RANGABHASHIYAM *et al.*, 2014). Essa isoterma estabelece que o calor de adsorção do adsorvato diminui linearmente à medida que aumenta a cobertura da superfície. A Equação do modelo Temkin é expressa da seguinte forma:

$$q_e = \frac{RT}{b_t} \ln A_T + \frac{RT}{b_t} \ln C_e, \quad (8)$$

onde,  $A_T$  é a constante de ligação de equilíbrio da isoterma de Temkin (L/mg),  $b_T$  é a constante de isoterma de Temkin,  $R$  é a constante universal do gás (8,314 J/mol K),  $T$  é a temperatura (K).

### 3.9.2 Cinética de Adsorção

A cinética de adsorção à superfície do adsorvente é definida como a quantidade de soluto que se adere à superfície do material adsorvente varia ao longo do tempo. A cinética de adsorção analisa os diversos fatores que afetam a



taxa de adsorção, como a concentração da substância adsorvida, a temperatura, a natureza das substâncias envolvidas e a área da superfície do adsorvente. Existem vários modelos cinéticos geralmente utilizados para descrever a cinética de adsorção como: pseudo-primeira ordem, pseudo-segunda ordem, Morris-Weber e Elovich os quais serão apresentados a seguir:

### 3.9.2.1 Pseudo-primeira ordem

O modelo cinético de pseudo-primeira ordem, proposto por Lagergren em 1894, descreve o processo de adsorção de maneira empírica, assumindo que a taxa de adsorção é proporcional à diferença entre a capacidade máxima de adsorção e a quantidade de soluto já adsorvido no tempo  $t$  (HO; PORTER; MCKAY, 2002) é dada como:

$$\frac{dq_t}{dt} = k_1(q_e - q_t), \quad (9)$$

Integrando, e aplicando as condições de  $q_t = 0$  em  $t = 0$  e  $q_t = q_t$  em  $t = t$ , obtém-se a Equação 10:

$$\log(q_e - q_t) = \log(q_e) - \frac{k_1}{2,303} t, \quad (10)$$

sendo,  $q_e$  e  $q_t$  (mg/g) as capacidades adsorptivas do adsorvente no equilíbrio e num tempo  $t$ , e  $k_1$  é a constante de adsorção de pseudo-primeira ordem ( $\text{min}^{-1}$ ) (MOUSSOUT *et al.*, 2018). Assim, para adquirir os dados das constantes é fundamental fazer a regressão linear dos dados  $\log(q_e - q_t)$  em função do tempo.

### 3.9.2.2 Pseudo-segunda ordem

O modelo cinético de pseudo-segunda ordem, proposto por Ho e McKay (HO; MCKAY, 1999), é amplamente utilizado para descrever a cinética de adsorção em sistemas onde o processo de adsorção ocorre de forma mais complexa, com maior envolvimento das interações entre as moléculas de soluto e o adsorvente, é expresso pela Equação 11:

$$\frac{dq_t}{dt} = k_2(q_e - q_t)^2, \quad (11)$$

Integrando, e aplicando as condições de contorno  $q_t = 0$  em  $t = 0$  e  $q_t = q_t$  em  $t = t$ , temos:

$$\frac{1}{q_e - q_t} = \frac{1}{q_e} + k_2 t, \quad (12)$$

Linearizando a Equação 13, obtém-se:

$$\frac{1}{q_t} = \frac{1}{K_2 q_e^2} + \frac{t}{q_e}, \quad (13)$$

sendo,  $q_e$  a quantidade de material adsorvido no equilíbrio,  $q_t$  em um instante  $t$  (mg/g), e  $k_2$  é a constante da taxa de adsorção de pseudo-segunda ordem (mg/g min) (WU *et al.*, 2009). Realizando uma regressão linear dos dados  $t/q_t$  em função de  $t$ , teremos as constantes do modelo cinético de pseudo-segunda ordem.

### 3.9.2.3 Morris Weber

Para detectar o mecanismo de difusão na adsorção, o modelo de difusão por transferência de massa intrapartícula foi proposto por Weber e Morris. Logo, a Equação 14, desse modelo pode ser escrita da seguinte forma:

$$q_t = k_{id} t^{0,5} + C, (14)$$

onde  $k_{id}$  (min<sup>-1</sup>) e C são as constantes de velocidade de difusão intrapartícula obtidas pela regressão linear dos dados. Logo, se a difusão intrapartícula estiver envolvida no processo de adsorção, os gráficos de  $q_t$  em função de  $t^{0,5}$  deverão representar linhas retas, caso isso não ocorra o modelo não é ideal para o processo de adsorção (SRINIVASAN *et al.*, 2021).

### 3.9.2.4 Quimissorção

A Equação de Elovich mostra que as superfícies sólidas reais são energeticamente heterogêneas e que nem a dessorção nem as interações entre as espécies adsorvidas poderiam afetar substancialmente a cinética de adsorção em baixa cobertura superficial (GUPTA, SEN; BHATTACHARYYA, 2011). Portanto, a aplicabilidade da equação de Elovich fica restrita à parte inicial do processo de interação adsorvato-adsorvente, quando o sistema está relativamente longe do equilíbrio. Dessa forma, alguns pesquisadores usam o modelo de Elovich para descrever a evolução cinética de adsorção dos contaminantes a partir da Equação 15:

$$q_t = \frac{1}{b} \ln(ab) + \frac{1}{b} \ln t, (15)$$

onde, a e b, representam a taxa de adsorção inicial (mg/g min) e o coeficiente de dessorção (mg/g min), respectivamente, e  $q_t$  mg/g é a quantidade

de material adsorvido em diferentes tempos. Portanto, valores mais altos da taxa de adsorção inicial(a) que do coeficiente de dessorção (b), mostram que a taxa de adsorção é mais alta que a de dessorção, ou seja, o processo de dessorção se mostra mais eficaz (AHAMAD *et al.*, 2018).

A aplicação bem-sucedida deste modelo sugere que o mecanismo de retenção do corante não ocorre apenas por difusão física, mas envolve interações químicas entre os grupos funcionais do adsorvente e as moléculas do efluente têxtil. Além disso, a validade deste modelo é um indicativo de que a taxa de adsorção diminui exponencialmente à medida que a superfície do material atinge a saturação, refletindo a natureza heterogênea dos sítios ativos disponíveis (AHAMAD *et al.*, 2018).

### 3.10 TÉCNICAS DE CARACTERIZAÇÃO

Neste tópico, são apresentadas a fundamentação teórica e a revisão bibliográfica das diferentes técnicas de caracterização empregadas neste trabalho.

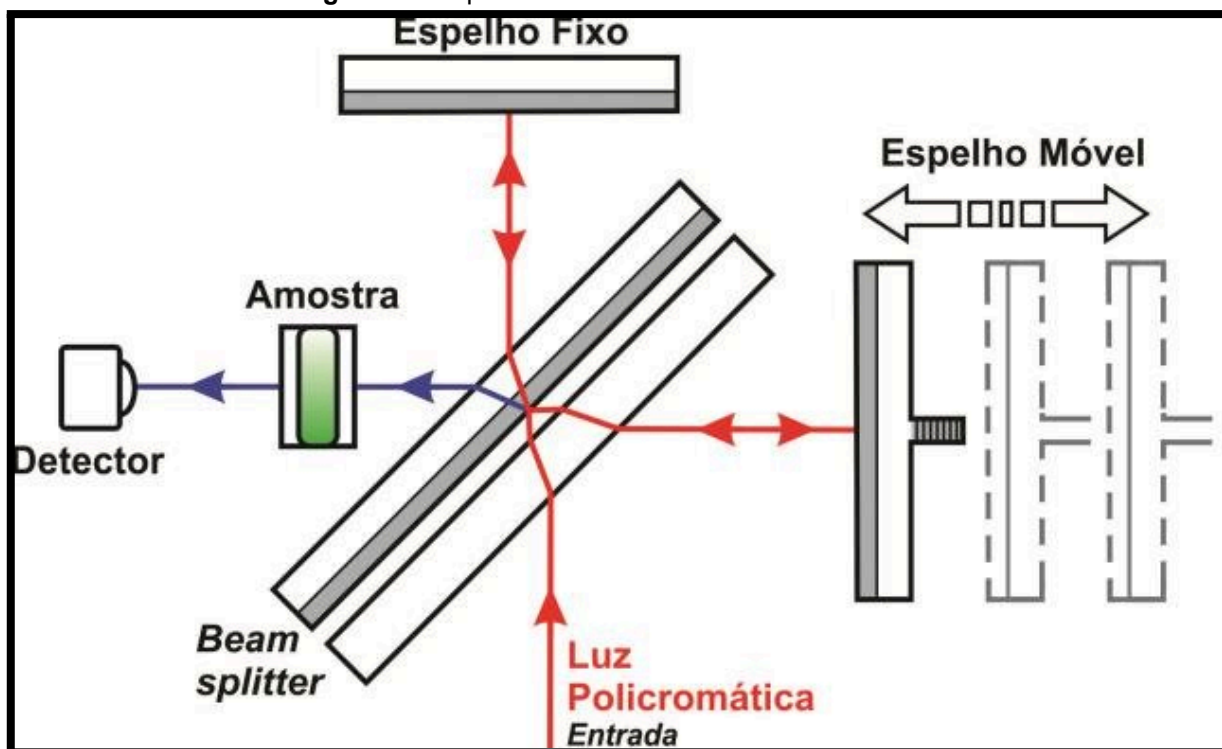
#### **3.10.1 Espectroscopia de Absorção no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR)**

A espectroscopia de absorção no infravermelho (FTIR) é uma técnica consolidada para a caracterização química de materiais em nível molecular. Nas transições infravermelhas ativas, os momentos dipolares dos grupos funcionais oscilantes variam à medida que interagem com a radiação infravermelha incidente, resultando na absorção dessa energia. As absorções da radiação IR por diferentes grupos funcionais dentro da amostra são registradas em função do comprimento de onda, geralmente apresentado em unidades de número de onda ou  $\text{cm}^{-1}$  (PETIT; PUSKAR, 2018).

A FTIR é uma técnica de espectroscopia vibracional baseada na capacitância de moléculas vibrantes de absorver radiação eletromagnética infravermelha (IR) e convertê-la em vibrações moleculares, para que os raios infravermelhos sejam absorvidos pelas moléculas vibrantes. A vibração deve estar relacionada a uma mudança no momento dipolar da molécula. Na espectroscopia FTIR, a molécula a

ser analisada é formulada em uma amostra de teste e depois exposta ao espectro de vibração IR entre  $4.000$  e  $400\text{ cm}^{-1}$ . Isso faz com que a molécula absorva certas frequências IR e mude de um estado vibracional mais baixo para um mais alto. Isso faz com que a molécula absorva certas frequências IR e mude de um estado vibracional mais baixo para um mais alto. A frequência IR absorvida por uma molécula é determinada pelas propriedades vibracionais moleculares do grupo funcional. É importante notar que o FTIR mede a quantidade e a frequência da radiação infravermelha absorvida pela molécula para produzir um espectro de absorção (BERTHOMIEU; HIENERWADEL, 2009). Na Figura 6, temos uma representação do funcionamento de um espectrômetro de infravermelho por transformada de Fourier.

**Figura 6** - Esquema de funcionamento de um FTIR.



Fonte: XAVIER, 2018.

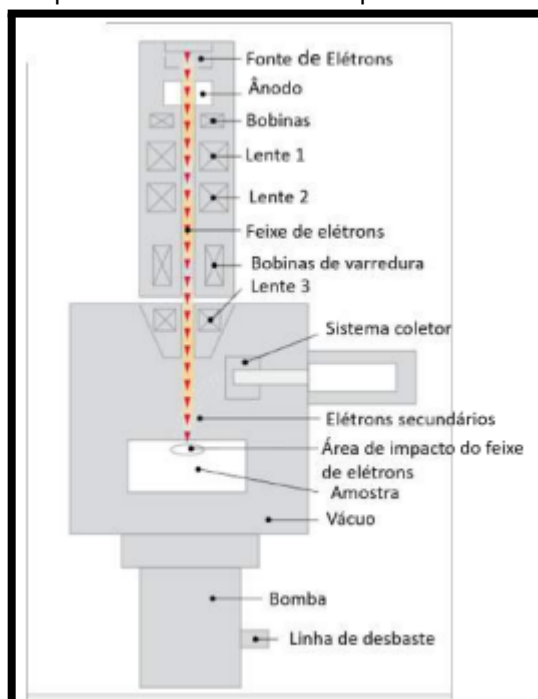
Dessa forma, espera-se que as frequências vibracionais de um determinado grupo químico ocorram em regiões específicas, dependendo dos tipos de átomos e das ligações químicas envolvidas. É fornecida uma tabela dos grupos químicos e cadeias laterais de aminoácidos mais importantes. Dentro destas faixas vibracionais, a frequência de um grupo químico é sintonizada pelo ambiente específico desse

grupo. Uma análise detalhada de espectroscopia no infravermelho (IR) deve ser realizada para estabelecer uma relação clara entre a frequência dos modos vibracionais e as propriedades estruturais de um determinado resíduo. Isso é particularmente importante quando os dados específicos não estão disponíveis em tabelas, ou para compostos modelo simplificados. A interpretação dos resultados experimentais pode ser complementada com abordagens de química ambiental (como análise em solventes) e/ou métodos teóricos.(BERTHOMIEU; HIENERWADEL, 2009).

### **3.10.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)**

O MEV apresenta uma gama de aspectos bastante importantes. O instrumento é operado em uma escala ampla de aumentos, desde 10X até 100.000X. O MEV tem grande profundidade de foco. Como consequência, a topografia superficial de objetos sólidos pode ser examinada com grande facilidade, e as micrografias têm aspecto tridimensional. A resolução obtida com o MEV depende de uma série de fatores. O diâmetro da sonda do feixe eletrônico varrendo o espécime é o mais importante de todos, mas a natureza do espécime e a interação deste com o feixe também são influentes, bem como a velocidade de varredura e o número de linhas na imagem. Na prática, uma resolução de cerca de 10 nm pode ser conseguida sob condições favoráveis (GALLETI, 2003). Nesse sistema, as imagens são formadas por sinais coletados após a amostra ser “varrida” pelo feixe de elétrons e, a interação entre o feixe e a amostra pode liberar diversos sinais (elétrons secundários, elétrons retroespalhados, raios X, etc.). Desta forma, diferentes informações podem ser obtidas da mesma amostra usando diferentes detectores, Figura 7.

**Figura 7** - Componentes de um microscópio eletrônico de varredura.



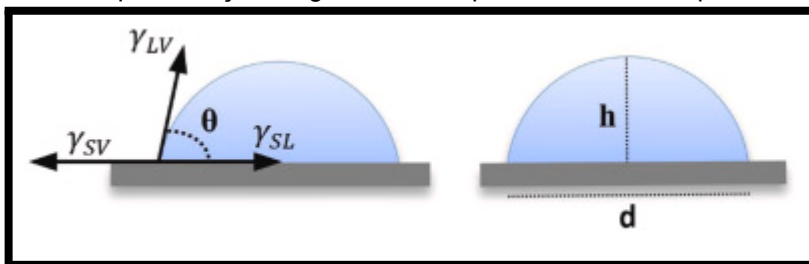
Fonte: BRANDÃO, 2016.

A técnica de microscopia eletrônica de varredura analítica (MEV) é usada em toda a ciência dos materiais devido à sua capacidade única de investigar a microestrutura de alta resolução de uma variedade de materiais. A MEV pode fornecer informações químicas e estruturais valiosas usando técnicas como espectroscopia de energia dispersiva de raios X e difração de retroespalhamento de elétrons (BUSCH *et al.*, 2021).

### 3.10.3 Ângulo de Contato

A molhabilidade da superfície é frequentemente caracterizada pela técnica da medida do ângulo de contato e está diretamente relacionada aos parâmetros de desempenho da membrana. Um dos métodos experimentais para medir o ângulo de contato é o método da gota sésil. Uma gota sésil é uma gota líquida em contato com uma superfície sólida. A forma da gota forma um ângulo ( $\theta$ ) entre a superfície sólida e a linha tangente entre a gota líquida e a atmosfera ambiente (gás ou vapor) começando no ponto triplo (gota sólida-atmosfera) em direção à fase líquida, conforme mostrado na Figura 8.  $\theta$  é definido como o ângulo de contato (SCHUSTER; SCHVEZOV; ROSENBERGER, 2018).

**Figura 8** - Representação da gota de um líquido sobre uma superfície sólida.



Fonte: SCHUSTER; SCHVEZOV; ROSENBERGER, 2018.

O ângulo de contato de Young ( $\theta_Y$ ) ou equilíbrio estático ( $\theta_e$ ) é o ângulo de contato entre um líquido e uma superfície sólida ideal, que pode ser definida usando a equação de Young:

$$\cos \theta_Y = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}}, \quad (16)$$

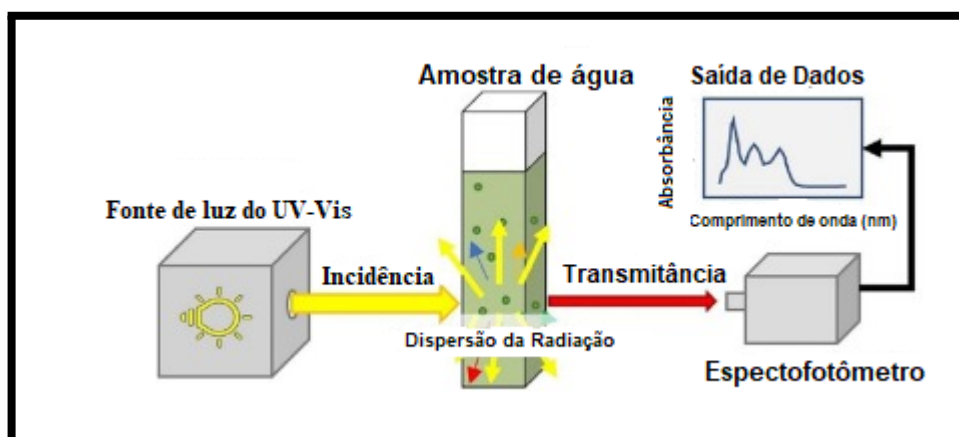
onde,  $\gamma_{SV}$  (ou  $\gamma_s$ ),  $\gamma_{LV}$  (ou  $\gamma_L$ ) e  $\gamma_{SL}$  são as tensões interfaciais sólido-vapor, líquido-vapor e sólido-líquido, respectivamente (ÇITAK; YARBAŞ, 2022).

#### 3.10.4 Espectroscopia de Absorção na Região do Ultravioleta-Visível (UV-Vis)

A espectroscopia de absorção é uma técnica analítica utilizada para determinar a concentração de uma substância em uma amostra, por meio da medição da quantidade de luz absorvida pela substância em diferentes comprimentos de onda. A espectroscopia de absorção baseia-se no princípio de que cada substância absorve a luz em comprimentos de onda específicos, representada na Figura 9. Em princípio, portanto, a espectroscopia de absorção pode ser utilizada como uma ferramenta para a quantificação de constituintes químicos na matéria. O comprimento de onda da luz normalmente absorvido por moléculas que podem ser usadas para análises quantitativas varia de ultravioleta (UV; 180–400 nm) a visível (Vis; 400–700 nm), até infravermelho próximo e de ondas curtas (INFV -OC; 700–2500 nm) (CARTER *et al.*, 2023).



**Figura 9** - Diagrama de espectroscopia de absorção ultravioleta-visível.



Fonte: CARTER *et al.*, 2023.

Na espectroscopia de absorção, um feixe de luz de comprimento de onda variável é direcionado para a amostra, e a quantidade de luz absorvida pela substância é medida por meio de um detector. O resultado é um espectro de absorção, que mostra a absorbância (quantidade de luz absorvida) em função do comprimento de onda (CARTER *et al.*, 2023).

A absorção de energia molecular na região do ultravioleta e do visível acontece quando elétrons presentes em orbitais moleculares ou atômicos de baixa energia são estimulados a se deslocar para orbitais de energia mais elevada (Junges *et al.*, 2022). Essa assimilação ocorre quando os elétrons recebem energia suficiente para serem excitados para um nível de energia superior. Esse fenômeno é comumente desencadeado pela interação dos elétrons com a radiação eletromagnética presente nesses intervalos de energia (LEAL *et al.*, 2023).

Quando um elétron absorve energia suficiente para fazer essa transição, ele salta para um orbital de maior energia. Essa promoção de elétrons para orbitais de maior energia é responsável pela absorção da luz nessas regiões do espectro eletromagnético. A quantidade de energia necessária para essas transições depende da diferença de energia entre os orbitais envolvidos (POLITANO *et al.*, 2013).

Em uma solução, a concentração de corantes é obtida medidas de absorvância (A), que são relacionadas com a intensidade da radiação eletromagnética (UV-Vis) antes ( $I_0$ ) e após (I) a passagem através da solução (LEAL, 2021), segundo a Equação 17:

$$A = -\log(I/I_0), (17)$$

Usando a Lei de Beer-Lambert, é possível determinar a concentração do adsorvato remanescente na solução ao longo do tempo, a partir da medição da absorvância por espectrofotometria UV-Vis. Essa lei estabelece uma relação linear entre a absorvância (A) de uma substância e sua concentração (C) em solução, expressa pela Equação:

$$A = \varepsilon \cdot l \cdot c, (18)$$

onde, A é a absorvância medida,  $\varepsilon$  é o coeficiente de absorção da amostra, l é o comprimento óptico (distância percorrida na amostra) e c é concentração da substância absorvente (LEAL, 2021).

## 4 METODOLOGIA

Este capítulo descreve detalhadamente os materiais e métodos empregados no desenvolvimento do adsorvente compósito. Serão apresentados os procedimentos para a produção das membranas de poliestireno, o recobrimento sequencial com óxido de grafeno funcionalizado (OG<sub>f</sub>) via APTES e polipirrol, e os procedimentos necessários para a aplicação do material na adsorção de corantes.

### 4.1 MATERIAIS

Poliestireno (PS)(PM:250000 g/mol) foi adquirido da Acros (EUA), persulfato de amônio (APS), dodecil sulfato de sódio (SDS) e pirrol (C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>N) foram adquiridos da Sigma Aldrich (EUA). Dimetilformamida (DMF) e o hidróxido de sódio (NaOH), cloreto férrico (FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O) foram obtidos pela Dinâmica (Brasil). O ácido clorídrico (HCl) foi comprado da Química Moderna (Brasil), o corante Preto de Eriocromo T (Color Index – Eriochrome Black T, EBT, C<sub>20</sub>H<sub>12</sub>N<sub>3</sub>O<sub>7</sub>SNa) foi escolhido como sistema modelo. Todos os reagentes foram utilizados tal como recebidos, com exceção do monômero de pirrol, que foi destilado sob pressão reduzida, antes do uso. Em todos os experimentos utilizamos água deionizada após passagem por um sistema de purificação (Millipore, EUA).

### 4.2 PREPARAÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO (OG)

O óxido de grafeno foi sintetizado seguindo o método de Hummers modificado (ANUAR *et al.*, 2023).

O processo iniciou-se com a adição de 27 mL de ácido sulfúrico concentrado (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) e 1 g de grafite a um béquer de 500 mL, que foi mantido em um banho de gelo e agitado magneticamente por 15 minutos. Em seguida, ainda sob banho de gelo, 3,0 g de permanganato de potássio (KMnO<sub>4</sub>) foram adicionados lentamente à mistura, que continuou sob agitação por mais 15 minutos. Durante esta etapa, foi crucial monitorar a temperatura interna do béquer, garantindo que não ultrapassasse 10°C.

Após essa fase, o béquer foi removido do banho de gelo e a mistura foi agitada em temperatura ambiente por 4 horas. Decorrido esse tempo, 50 mL de água destilada foram adicionados cuidadosamente, resultando em um aumento da temperatura interna para aproximadamente 65°C. Imediatamente após, a temperatura da chapa de aquecimento foi elevada para 95°C, mantendo a mistura sob agitação por 15 minutos.

Posteriormente, a chapa foi desligada e mais 140 mL de água foram adicionados, seguidos pela adição de 10 mL de peróxido de hidrogênio (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>). A mistura resultante foi então centrifugada, e o sólido obtido foi submetido a quatro ciclos de lavagem com água destilada. Após a lavagem, a suspensão foi transferida para um béquer de 100 mL e sonicada por 50 minutos à temperatura ambiente, utilizando o equipamento Vibra-Cell VC505 (Sonics, USA), com amplitude de 40% e em ciclos de 6 segundos ligado (on) e 2 segundos desligado (off).

Finalizada a sonicação, todo o material foi vertido em uma placa de Pétri que secou em uma estufa a 95°C por 12 horas. Por fim, o filme de óxido de grafeno obtido foi macerado com o auxílio de um almofariz e pistilo para a obtenção do pó.

#### 4.3 PREPARAÇÃO DO ÓXIDO DE GRAFENO FUNCIONALIZADO COM APTES(OG<sub>f</sub>-APTES)

A síntese do óxido de grafeno funcionalizado com APTES (3-Aminopropiltrimetoxissilano) foi realizada adaptando a metodologia proposta por Biswas e colaboradores (Biswas *et al.* 2020).

O processo iniciou-se com a dispersão de 200 mg de óxido de grafeno em 60 mL de água destilada em um béquer de 100 mL. Essa suspensão foi sonicada por 10 minutos à temperatura ambiente. As condições de sonicação utilizadas foram: amplitude de 40% e um pulso de 6 segundos ligado (on) e 2 segundos desligado (off).

Em seguida, 0,211 mL de APTES foram adicionados à suspensão. A mistura foi então submetida à sonicação por mais 10 minutos, mantendo as mesmas condições de potência e pulso já estabelecidas.

Após a dispersão, a mistura foi transferida para um agitador magnético e mantida em agitação moderada por 24 horas. Ao término desse período, o material foi centrifugado e lavado três vezes com água destilada.

Por fim, o produto obtido foi transferido para uma placa de Petri e levado para uma estufa, onde secou a 60°C por 12 horas. O material seco corresponde ao óxido de grafeno funcionalizado com APTES.

#### 4.4 FABRICAÇÃO DE MEMBRANAS DE POLIESTIRENO POR ELETROFIAÇÃO

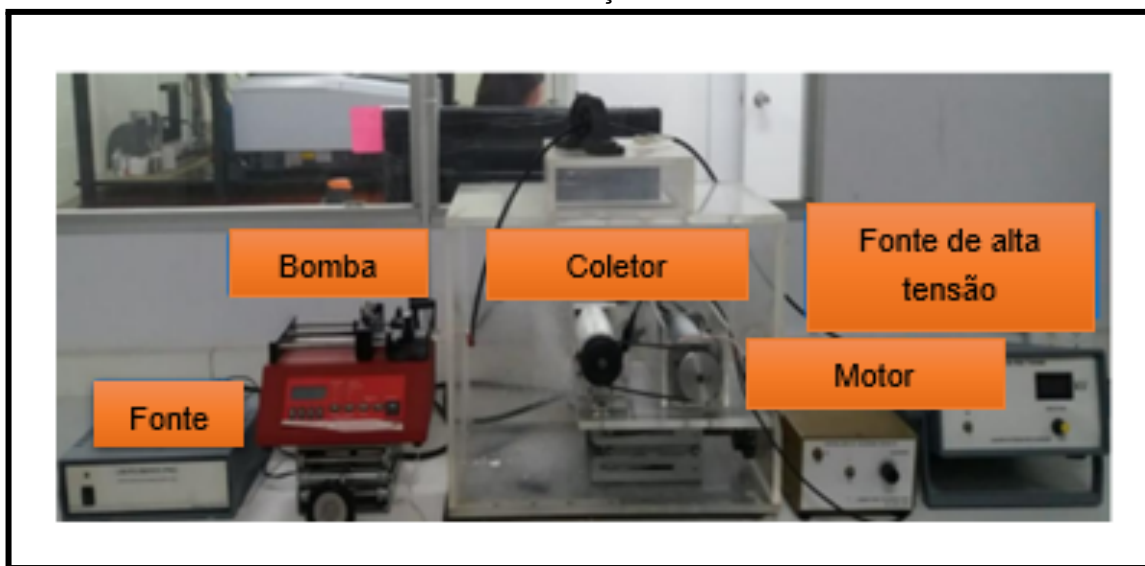
As membranas de Poliestireno (PS) foram preparadas utilizando a técnica de eletrofiação, um processo que envolveu a preparação da solução polimérica e a montagem do sistema experimental.

O primeiro passo foi preparar a solução polimérica, dissolvendo 3 gramas de PS em 10 mL de dimetilformamida (DMF) em um frasco de laboratório de 15 mL. Em seguida, o frasco contendo a solução foi transferido para um recipiente submetido a um agitador magnético e mantido a uma temperatura de 80°C por 24 horas, garantindo a homogeneização completa. É importante ressaltar que essa etapa foi conduzida dentro de uma capela com o exaustor ligado para manipulação segura do solvente.

Concluída a etapa de dissolução, iniciou-se a preparação para o processo de eletrofiação. Um volume de 2,5 mL da solução polimérica foi adicionado a uma seringa descartável de 3 mililitros, a qual foi acoplada a uma agulha metálica de 1,20 X 40 mm. O mecanismo experimental foi montado em formato horizontal, utilizando uma bomba de seringa NE-4000 (New Era, EUA) para o controle preciso do fluxo, juntamente com um coletor rotativo para a deposição das nanofibras, de acordo com a Figura 10 abaixo.

Os parâmetros operacionais para a eletrofiação das membranas foram estabelecidos com uma taxa de infusão de 0,5 mL/h e uma diferença de potencial de 17 kV. A distância entre a extremidade da agulha e o coletor (revestido com folha de alumínio) foi fixada em 15 cm. Após o período de 1 h de deposição, as membranas foram coletadas e submetidas à secagem em temperatura ambiente por 12 h para a completa evaporação do solvente residual.

**Figura 10** - Equipamentos utilizados para a produção das membranas de poliestireno pela técnica de eletrofiação.



Fonte: Próprio autor (2023).

Conforme a descrição metodológica apresentada no texto, a Figura 10 ilustra de forma clara o arranjo experimental horizontal empregado para a eletrofiação. A imagem destaca os componentes chave do sistema, incluindo a bomba de seringa, a fonte de alta tensão e o coletor rotativo, confirmando visualmente a instrumentação utilizada para a síntese das membranas de poliestireno. Este aparato assegurou a precisão no controle dos parâmetros críticos de fluxo e voltagem, resultando na morfologia de nanofibras desejada.

#### 4.5 PROCESSO DE TRATAMENTO TÉRMICO-MECÂNICO

Dando continuidade ao processamento, as membranas foram submetidas a um tratamento térmico-mecânico, com o objetivo de otimizar a estabilidade mecânica do material, realizou-se um tratamento térmico sob compressão. O material foi posicionado entre lâminas de papel alumínio, sob uma massa de 250 g, e transferido para uma estufa a 80 °C durante um intervalo de 24 horas. Ao final do processo, a membrana tratada foi devidamente recortada em quadrados de 1 cm de lado para ensaios de adsorção.

#### 4.6 PROCESSO DE TRATAMENTO POR PLASMA

Como as membranas poliméricas de poliestireno são bastante hidrofóbicas, o que não possibilita sua interação com a água, as submetemos a um tratamento com plasma para torná-las hidrofílicas.

Para isso, foi realizado o tratamento da membrana de PS por um plasma de ar, com o uso do equipamento Plasma Cleaner PDC-002 (Harrick, EUA), durante 6 minutos. Assim, obtivemos membranas de poliestireno com caráter hidrofílico (PS-Plasma), elas mudaram sua estrutura hidrofóbica para hidrofílica, fato que é confirmado pelo estudo do ângulo de contato. Tal tratamento foi utilizado para melhorar a adesão da membrana para um solvente adequado, no nosso caso, à água, possibilitando assim, o recobrimento das fibras com o OG<sub>f</sub> e posteriormente com o polímero condutor polipirrol, mas antes desse processo as membranas serão pesadas.

#### 4.7 RECOBRIMENTO DAS MEMBRANAS PS/OG<sub>f</sub>

O recobrimento da membrana ocorreu após o tratamento por plasma. Para isso, as membranas foram pesadas, antes da incorporação de 1mg de OG<sub>f</sub> em uma solução de 2mL de água, a qual foi agitada em um agitador orbital operando em 300 rpm, em temperatura ambiente, por um tempo de 1 hora e 30 minutos. Em seguida, o material foi lavado com água deionizada, e seco a temperatura ambiente. Por fim, a membrana foi pesada para observar a quantidade de OG<sub>f</sub> que está incorporado à membrana.

#### 4.8 RECOBRIMENTO DAS MEMBRANAS PS/OG<sub>f</sub>/PPI

O revestimento das membranas de poliestireno com polímeros condutores foi feito pela polimerização *in situ* do monômero polimérico condutor na presença das fibras, mas antes do recobrimento das membranas foi necessário o tratamento por plasma para tornar as membranas hidrofílicas.

Então, o recobrimento com PPI foi realizado usando um béquer de 250 mL, no qual foram adicionados 48 mL de água deionizada, em seguida, foi adicionado a membrana de PS/OG<sub>r</sub> e 0,345 mmol do pirrol, deixando-o sob agitação a 120 rpm e 5 °C por 15 minutos. Finalizando, adicionou-se 1mL de uma solução de cloreto férrico, agente oxidante responsável pela polimerização do pirrol e sua dopagem. O processo de polimerização foi mantido sob as mesmas condições de temperatura e rotação por 1 hora. Após o período de polimerização, as membranas foram lavadas com água deionizada e secas à temperatura ambiente, para posterior pesagem.

#### 4.9 MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO DAS MEMBRANAS POLIMERIZADAS

As membranas PS/OG<sub>r</sub>/PPI depois de preparadas foram submetidas aos seguintes processos de caracterização:

##### 4.9.1 Microscopia eletrônica de varredura

A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada para observar a morfologia e o diâmetro das fibras, as quais foram analisadas utilizando o microscópio eletrônico de varredura MIRA3 da TESCAN, pertencente ao Departamento de Química Fundamental. As amostras foram fixadas em suportes com fita de carbono e foram revestidas com uma fina camada de ouro de cerca de 10 nm, utilizando a metalizadora SC-701 da SANYU ELECTRON, situada na mesma universidade.

##### 4.9.2 Ângulo de Contato

Para estudar a molhabilidade da membrana, medimos o ângulo de contato de gotas de água em sua superfície usando um medidor de ângulo de contato CAM 100 (KSV, Finlândia). Esse ângulo foi observado em cinco áreas diferentes da superfície, e a média dos valores obtidos foi considerada como o resultado desejado. Dessa forma, a análise foi obtida em diferentes etapas: na superfície da membrana de PS, antes e depois do tratamento térmico, após a eletrofiação e tratamento térmico-mecânico, após o revestimento com óxido de grafeno funcionalizado com APTES e, por fim, após a deposição de polipirrol.



#### **4.9.3 Espectroscopia de absorção no Ultravioleta e visível**

Esse experimento foi realizado utilizando o espectrofotômetro UV – 2600, da marca Shimadzu, utilizando uma faixa de comprimento de onda da luz ultravioleta variando cerca de 10 a 400 nanômetros (nm), enquanto a luz visível varia de aproximadamente 200 a 800 nm. A absorção de energia nessas faixas está relacionada à energia necessária para excitar elétrons em moléculas, onde os picos de absorção observados em comprimentos de onda específicos, associados a transições eletrônicas características das moléculas analisadas.

Dessa forma, utilizamos uma membrana de PS/OG<sub>r</sub>/PPi dopada com o corante EBT, como amostra de interesse e como branco de referência utilizamos o corante EBT. A primeira amostra a ser analisada foi a membrana PS/OG<sub>r</sub>/PPi dopada com o corante EBT, ambas comparadas com a amostra referência. As membranas foram posicionadas de modo a que os feixes de luz as atravessassem.

#### **4.9.4 Espectroscopia de absorção no infravermelho com transformada de Fourier**

Para visualizar os grupos funcionais presentes nas membranas de PS, PS/OG<sub>r</sub> e PS/OG<sub>r</sub>/PPi, empregamos a técnica de espectroscopia de absorção no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR). Inicialmente, removemos a umidade de uma quantidade específica de brometo de potássio (KBr) da marca Specac, sediada nos EUA, ao deixá-la em estufa por 4 horas a uma temperatura de 120°C. As amostras foram também secas em um dessecador. Para as três amostras a serem analisadas, moemos 30 mg de KBr em um almofariz, transferindo o pó resultante para um molde de pastilha que foi posteriormente fixado a uma prensa de bancada. O conjunto KBr-amostra foi então prensado com um peso de 2 toneladas por 10 minutos. O resultado foi a obtenção de pastilhas transparentes, que permitem a passagem de luz de um lado para o outro e foram inseridas no compartimento do espectrofotômetro IRTracer-100, fabricado pela Shimadzu, Japão. Na etapa inicial da medição, empregamos KBr como padrão branco e então analisamos as pastilhas KBr-amostra em cada cenário.

#### 4.9.5 Difração de Raios -X

As medidas de difração de raios X foram realizadas utilizando-se um difratômetro comercial SmartLab da marca Rigaku, no Laboratório de Difração de Raios – X, do Departamento de Física/UFPE. As medidas foram realizadas em geometria de reflexão  $\theta$  - $2\theta$  utilizando-se ânodo de cobre ( $\lambda = 1,541 \text{ \AA}$ ). Os perfis foram obtidos no intervalo de  $5^\circ$  a  $50^\circ$  com passo angular de  $2^\circ$  a cada minuto. A intensidade da radiação espalhada foi coletada por um detector do tipo D/Tex – Ultra 250.

#### 4.10 UTILIZAÇÃO DAS MEMBRANAS POLIMERIZADAS PARA REMOÇÃO DE CORANTES EM MEIOS AQUOSOS

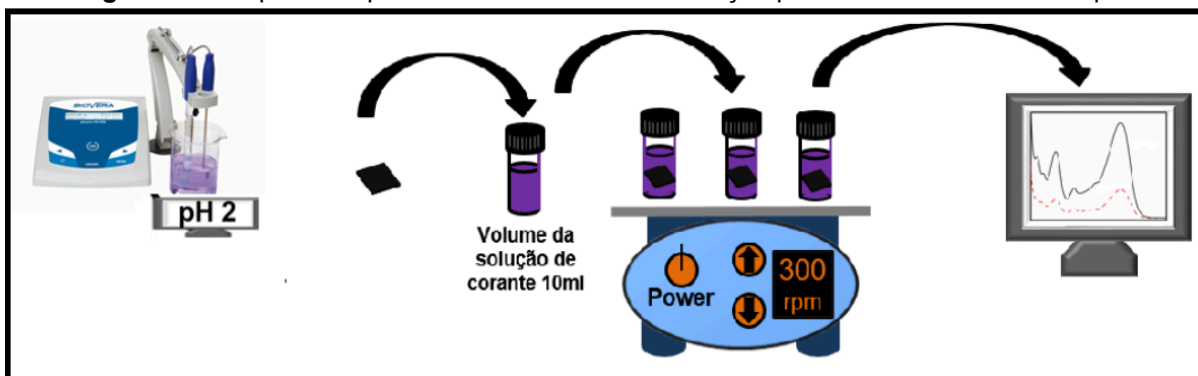
Nessa etapa, vamos verificar a eficiência da membrana de PS/OG/ $\gamma$ -PPI na remoção de corantes, implementamos um estudo da adsorção, onde todos os experimentos serão realizados em triplicatas, utilizando tubos de penicilina de 15 ml, com um volume de 10 mL da solução do corante sendo inserido em cada recipiente.

Os experimentos de adsorção a serem executados nesse estudo serão: estudo do pH, estudo do tempo de interação (cinética), estudo de concentração (equilíbrio), estudo da dessorção, estudo de reutilização e estudo de temperatura (termodinâmica).

##### 4.10.1 Influência do pH do meio

Com o objetivo de determinar o pH mais apropriado para a remoção do corante EBT, preparamos uma solução com concentração de 5 ppm ( $5 \text{ mg L}^{-1}$ ) a qual foi ajustada para diferentes níveis de pH (ácidos e básicos). Para o estudo de pH, com uma solução de EBT de  $5 \text{ mg L}^{-1}$  foi ajustado entre 2 e 10 pela adição de  $1 \text{ mol L}^{-1}$  de HCl ou  $0,1 \text{ mol L}^{-1}$  de NaOH, permitindo que o adsorvente interagisse com a solução por 24 horas. Por fim, medimos a absorbância final da solução removendo uma amostra da mesma, de acordo com a Figura 11.

**Figura 11** - Esquema experimental do ensaio de adsorção para o estudo do efeito do pH.



Fonte: Próprio autor (2024).

Assim, a porcentagem de adsorção do corante adsorvido na membrana PPS/OG<sub>f</sub>/PPi foi estimada a partir da seguinte relação:

$$\% \text{ Adsorção} = \frac{C_o - C_f}{C_o} \cdot 100, (19)$$

onde  $C_o$  representa a concentração inicial de EBT em solução (mg/L) e  $C_f$  representa a concentração final de EBT após 24 horas de interação (mg/L).

#### 4.10.2 Efeito do tempo de interação

Foi analisada a eficácia da membrana de PS/OG<sub>f</sub>/PPi na adsorção de corantes ao longo do tempo de interação adsorvente-adsorvato. Os experimentos de cinética de adsorção foram conduzidos conforme descrito previamente neste tópico (Seção 4.9), com as medidas de absorvância sendo feitas após 5, 10, 15, 30, 45, 60, 90, 150 e 180 minutos de interação. A variação na capacidade de adsorção da membrana ao longo do tempo pode ser determinada por meio da relação:

$$q_t = V \frac{C_o - C_t}{m}, (20)$$

onde  $V$  é o volume da solução contaminante (L),  $C_0$  é a concentração do inicial de corante (mg/L),  $C_t$  é a concentração de EBT (mg/L) e  $m$  é a massa de óxido de grafeno funcionalizado com APTES depositado sobre as membranas de poliestireno (g).

Após essa etapa, todos os resultados foram modelados matematicamente e analisados de acordo com os modelos pseudo-primeira ordem, pseudo-segunda ordem, Morris-Webber e Elovich.

#### 4.10.3 Experimentos de equilíbrio

Neste caso, foram feitas medições de absorbância nas concentrações de 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 45, 50, 60, 70, 90 ppm, até atingir o equilíbrio. Após determinar o valor ideal de pH do meio, experimentos de tempo de interação foram realizados para determinar a cinética de adsorção da membrana PS/OG<sub>r</sub>/PPI. Este experimento consiste em adicionar a membrana a 10 mL de solução corante. Os frascos são então agitados a 300 rpm e pequenas alíquotas (2mL) são removidas para monitorar ocasionalmente a eficiência de adsorção para a obtenção de espectros de absorção UV-Vis.

A capacidade percentual de remoção e adsorção do corante pela membrana composta foi calculada através das Equações 1 e 2. Uma vez o processo atingiu o equilíbrio, o corante total adsorvido por unidade de massa de adsorvente deve ser:

$$q_e = \lim_{C_t \rightarrow C_e} q_t, \quad (21)$$

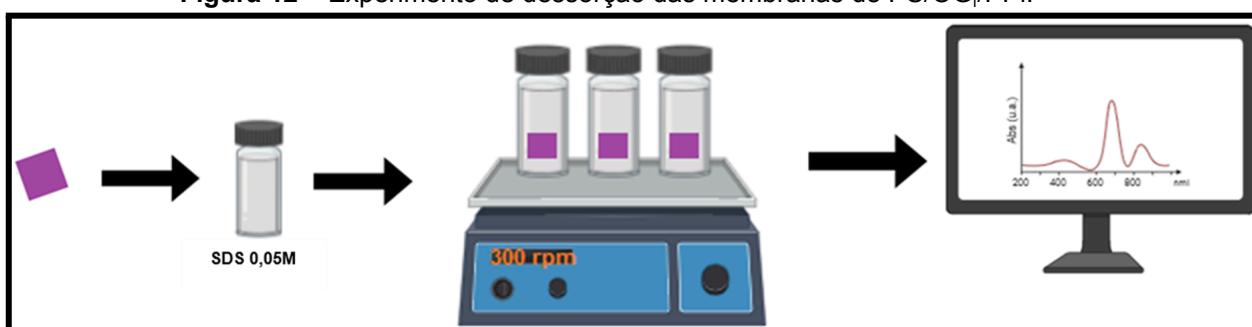
onde  $C_e$  representa a concentração do corante na solução de equilíbrio. Os dados experimentais foram ajustados de acordo com as isotermas de Langmuir, Freundlich, e Temkin (Chen *et al.*, 2022).

#### 4.10.4 Experimentos de dessorção da membrana de PS/OG<sub>f</sub>/PPi

Depois de definir os parâmetros relevantes do processo de adsorção, foram realizados experimentos para determinar a eficiência de dessorção do corante EBT na superfície da membrana PS/OG<sub>f</sub>/PPi, então, como no caso da adsorção, a dessorção efetiva é fundamental para garantir o uso correto dos protocolos de remoção de corantes para aplicações subsequentes.

Para promover a dessorção do corante da membrana, após o processo de adsorção, essa membrana foi embebida em 10 mL de solução de SDS (0,05 M). Adotando os tempos 2, 10, 15, 30, 45, 60, 75, 90, 105 e 120 minutos, para finalmente, atingir o ponto de equilíbrio, espectros UV-Vis foram aplicados às amostras para determinação da eficiência de dessorção (%) do corante da membrana de PS/OG<sub>f</sub>/PPi, de acordo com a Figura 12.

**Figura 12** – Experimento de dessorção das membranas de PS/OG<sub>f</sub>/PPi.



Fonte: Próprio autor (2024).

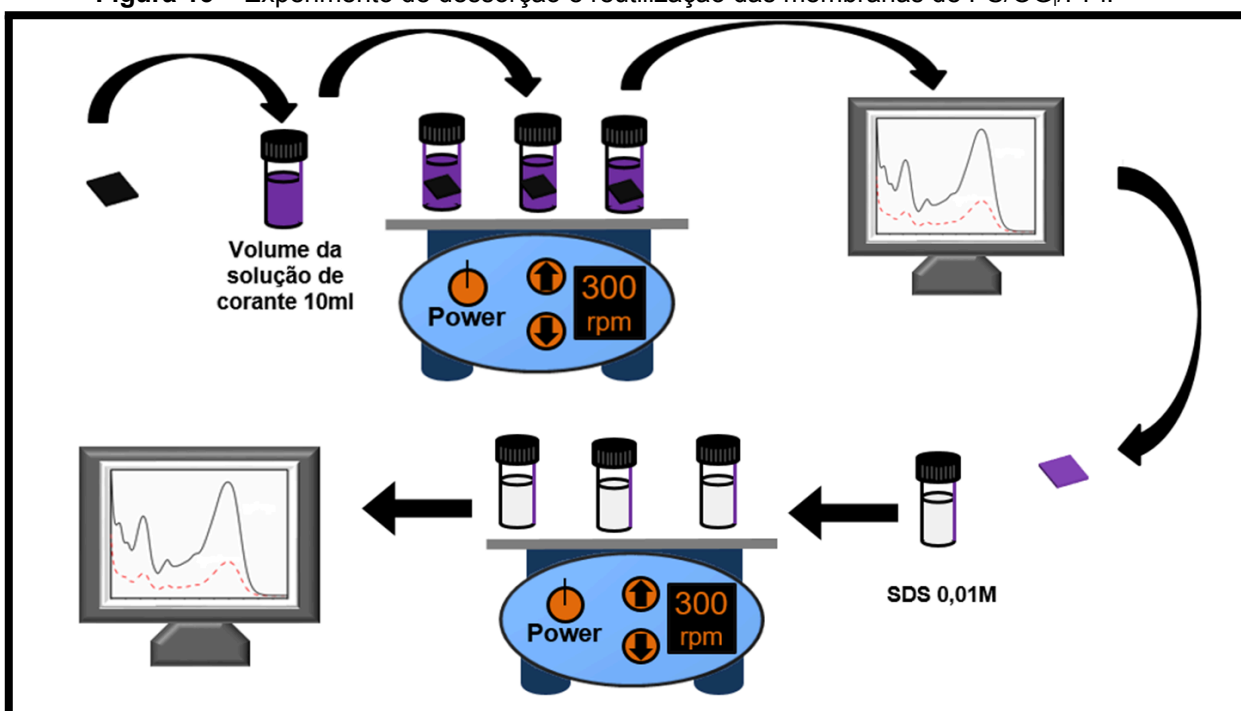
Portanto, por meio de análises espectroscópicas em intervalos pré-definidos, quantifica-se o corante EBT recuperado para identificar o momento exato do equilíbrio e validar o potencial de reutilização da tecnologia desenvolvida.

#### 4.10.5 Experimentos de reutilização da membrana de PS/OG<sub>f</sub>/PPi

Com base no sistema de modelo de adsorção e dessorção estudados para remoção do corante EBT da membrana de PS/OG<sub>f</sub>/PPi, exploramos o desempenho da membrana quando utilizada em sucessivos ciclos de adsorção/dessorção do

corante analisado. Dessa forma, teremos um incremento na eficácia do material, na versatilidade para diferentes aplicações, e na redução da geração de resíduos no ambiente. Portanto, seria viável obter um entendimento mais aprofundado dos processos de adsorção presentes. Para aprofundar a compreensão desses mecanismos, as membranas foram submetidas, em triplicata, a seis etapas consecutivas de adsorção e dessorção, seguindo os protocolos otimizados e ilustrados na Figura 13.

**Figura 13** – Experimento de dessorção e reutilização das membranas de PS/OG<sub>r</sub>/PPi.



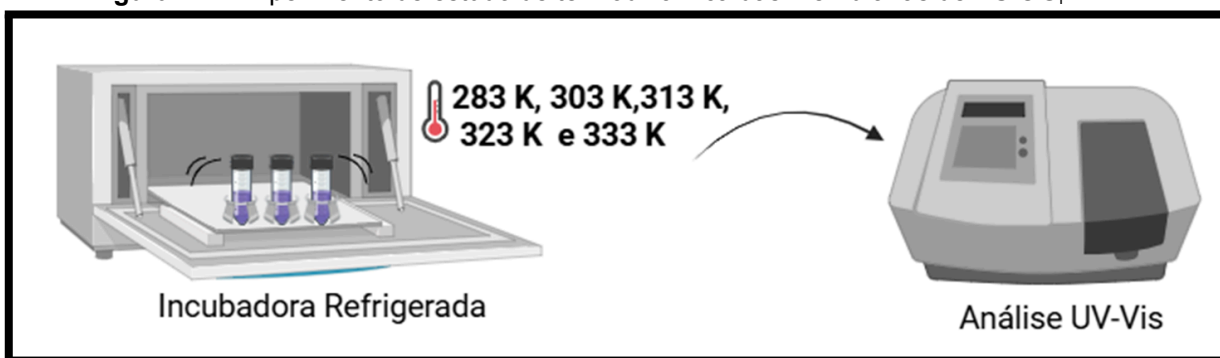
Fonte: Próprio autor (2024).

Posteriormente, as membranas de PS/OG<sub>r</sub>/PPi foram lavadas com água ultrapura para remoção dos excessos. As soluções (SDS) foram analisadas por espectroscopia UV-Vis para avaliação dos percentuais relativos à adsorção e à dessorção, respectivamente. Neste experimento, as membranas de PPS/OG<sub>r</sub>/PPi foram submetidas a seis ciclos consecutivos do processo de adsorção/dessorção.

#### 4.10.6 Experimentos do estudo de termodinâmica

Como última análise de verificação da eficiência da membrana de PS/OG<sub>r</sub>/PPi na remoção de corantes, foram realizados estudos termodinâmicos de adsorção utilizando agitador orbital com agitação de 300 rpm. Os ensaios foram conduzidos nas temperaturas de 283, 303, 313 e 323 K, para diferentes concentrações iniciais do corante (30, 40, 50, 60, 70 e 90 ppm), conforme mostrado na Figura 14. A partir daí, podemos expressar as propriedades termodinâmicas, de acordo com as Equações 1 e 2. Finalmente, as amostras foram deixadas à temperatura ambiente antes da análise de absorvância UV-Vis.

**Figura 14** – Experimento de estudo de termodinâmica das membranas de PS/OG<sub>r</sub>/PPi.



Fonte: Próprio autor (2024).

#### 4.11 ESTUDOS DE SAIS (EFEITO DA FORÇA IÔNICA)

Para investigar a influência dos sais na adsorção de EBT pelo PS/OG<sub>r</sub>/PPi (AGORKU *et al.* 2025), realizamos um estudo de força iônica. Uma solução de EBT de 30 mg L<sup>-1</sup> foi preparada com concentrações variadas de NaCl ou KCl (0,01, 0,1 e 0,5 mol L<sup>-1</sup>). Cada solução foi ajustada para pH 2 e misturada com 10 mL da membrana por 24 horas em um agitador orbital SL-221 (Solab, Brasil) a 300 rpm. Em seguida, a absorvância foi medida e a porcentagem de remoção foi determinada. Para garantir a confiabilidade e a reprodutibilidade dos dados, todos os experimentos foram conduzidos em triplicata.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo, serão apresentados a discussão aprofundada dos resultados experimentais obtidos ao longo desta pesquisa. O foco central concentra-se na comprovação da metodologia de síntese e na avaliação do desempenho das membranas PS/OG<sub>7</sub>/PPI, um material inovador desenvolvido para o tratamento de efluentes.

### 5.1 PRODUÇÃO DAS MEMBRANAS DE POLIESTIRENO

As membranas de poliestireno (PS) foram produzidas com sucesso via técnica de eletrofiação a partir de uma solução polimérica em dimetilformamida (DMF) a 30%. As micrografias obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) confirmaram a formação de fibras contínuas e a morfologia característica do material. A análise das imagens revelou uma estrutura fibrosa uniforme, com diâmetros de fibra consistentes e baixa incidência de defeitos (como grânulos ou *beads*), o que comprova a eficácia dos parâmetros de eletrofiação adotados. Essa integridade morfológica é fundamental para garantir a alta área superficial necessária aos ensaios de adsorção e dessorção discutidos anteriormente.

Depois do processo de eletrofiação das membranas de PS, percebemos que as membranas eletrofiadas apresentavam características não satisfatórias quanto a flexibilidade, compactação e resistência (Figura 15(a)). Assim, realizamos um tratamento térmico-mecânico como forma de melhorar as características do material para uso nos ensaios posteriores. Observamos que, enquanto antes do tratamento térmico as membranas apresentavam fibras mais espaçadas e com baixa aderência, se soltando das folhas de papel alumínio, após tratadas elas se tornaram mais resistentes e compactas (Figura 15(b)).

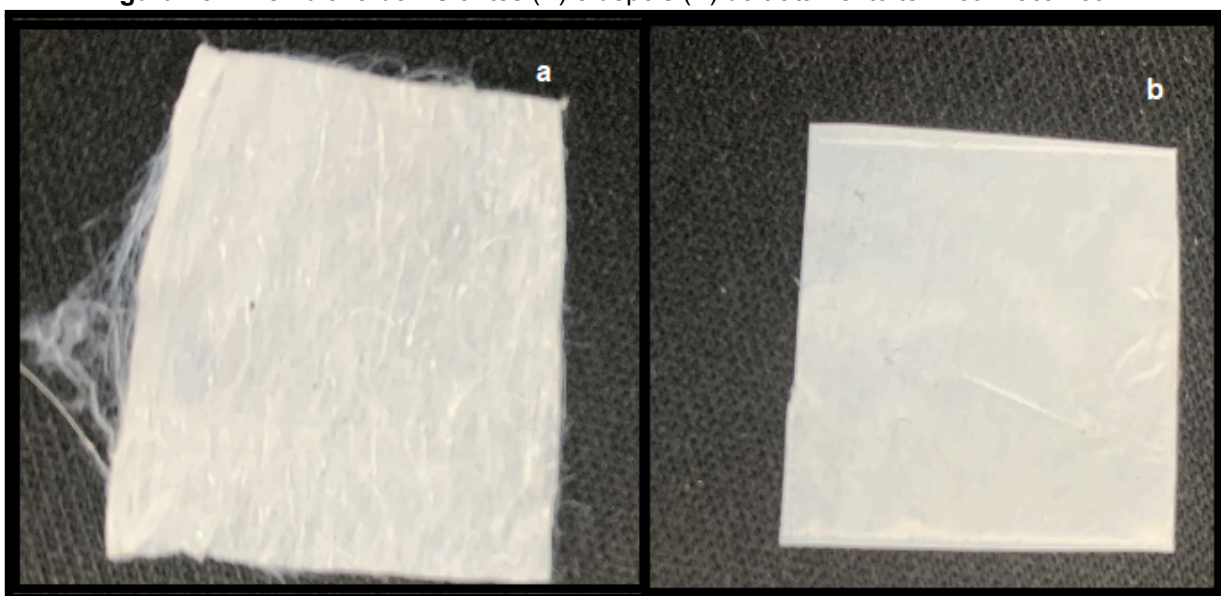
Um parâmetro importante a ser considerado na seleção de um adsorvente é sua área superficial. Por esse motivo, as membranas produzidas por eletrofiação são altamente valorizadas, uma vez que apresentam elevada área superficial. Essa metodologia permite a produção de membranas flexíveis a partir de diferentes tipos de polímeros, que podem ser facilmente funcionalizados e apresentam notável aplicabilidade na remediação ambiental. Estudos recentes demonstram o potencial



de membranas eletrofiadas à base de PAN (poliacrilonitrila), funcionalizadas com polímeros condutores como polipirrol (PPI) e polianilina (PANI), além de álcool poli(álcool vinílico) (PVA), para a remoção dos corantes Remazol Black B e rodamina B em meio aquoso (THANIGAIVEL *et al.*, 2022; SRINIVASAN *et al.*, 2021). Consequentemente, a otimização dos parâmetros do processo de eletrofiação e a funcionalização desses materiais são essenciais para garantir membranas com maior durabilidade e eficiência aprimorada (KAUR *et al.*, 2021).

A combinação da estrutura fibrosa gerada pela eletrofiação com as propriedades químicas do poliestireno permite a produção de membranas eficientes para a remoção de corantes de soluções aquosas. A eficácia específica pode variar dependendo do tipo de corante, das modificações na membrana e das condições do processo.

**Figura 15** – Membrana de PS antes (A) e depois (B) do tratamento térmico mecânico.



Fonte: Próprio autor (2024).

## 5.2 RECOBRIMENTO DO ÓXIDO DE GRAFENO FUNCIONALIZADO COM APTES NAS MEMBRANAS DE POLIESTIRENO

O recobrimento de óxido de grafeno funcionalizado com APTES em membranas de poliestireno representa um avanço significativo na engenharia de materiais, combinando as propriedades excepcionais do grafeno com a versatilidade do polímero (NIRANJANA *et al.*, 2025). A funcionalização do OG com APTES é um

passo crucial, pois introduziu grupos amina reativos na superfície do óxido de grafeno. Esses grupos atuam como "âncoras" moleculares, permitindo uma dispersão mais homogênea do OG na matriz de poliestireno e, mais importante, promovendo uma melhor adesão interfacial entre o nanomaterial e o polímero. Essa compatibilidade aprimorada minimiza a aglomeração do OG, um problema comum em compósitos poliméricos, e garante que as propriedades desejáveis do óxido de grafeno, como sua alta área superficial e condutividade, sejam efetivamente transferidas para a membrana final.

As membranas de poliestireno enriquecidas com OG<sub>r</sub>-APTES apresentaram à membrana propriedades mecânicas superiores, aumentando sua resistência e durabilidade (DE FARIAS *et al.*, 2022), logo, essa estabilidade morfológica e química confirma a viabilidade do material para o tratamento sustentável de efluentes industriais. Além disso, a funcionalização com APTES otimizou a afinidade da membrana por determinadas substâncias polares e iônicas, como corantes aniônicos (por exemplo, vermelho de metila, azul de metileno, preto de eriocromo T, entre outros), principalmente por meio de interações eletrostáticas e por adsorção, tornando-a particularmente interessante para aplicações em filtração, separação e sensores (BU *et al.*, 2020). A capacidade de controlar a morfologia e a distribuição do OG<sub>r</sub>-APTES dentro da matriz de poliestireno apresentou caminhos para o desenvolvimento de membranas com alta área superficial e seletividade aprimorada, fundamental para processos de remoção de corantes e contaminantes emergentes em efluentes industriais (Figura 16).

**Figura 16** – Recobrimento do óxido de grafeno funcionalizado com APTES nas membranas de poliestireno.



Fonte: Próprio autor (2024).

Portanto, a funcionalização do óxido de grafeno com APTES torna-se uma estratégia eficaz para melhorar a capacidade de remoção de certos tipos de corantes por membranas eletrofiadas de poliestireno, especialmente aqueles que podem interagir favoravelmente com os grupos amina presentes na superfície. Para aumentar a capacidade de remoção de corantes das membranas eletrofiadas, é possível incorporar outras partículas, como o óxido de grafeno (OG) e polímeros condutores. Em relação ao OG, ele apresenta alta área superficial, múltiplos grupos funcionais e notável capacidade de adsorção — características que promovem um aumento significativo na afinidade da membrana por moléculas de corantes (BANSAL; PATNALA; DUGMORE, 2020). Assim, a funcionalização com APTES introduz grupos amina que elevam a seletividade e a afinidade por contaminantes aniônicos. Essa modificação evita a formação de aglomerados e garante uma distribuição homogênea do nanomaterial, preservando a integridade e a eficiência da membrana em ciclos sucessivos de uso.

### 5.3 RECOBRIMENTO DO POLIPIRROL NAS MEMBRANAS PS/OG<sub>f</sub>

O recobrimento de óxido de grafeno funcionalizado com APTES(OG<sub>f</sub>-APTES) em membranas de poliestireno (PS), complementado pela incorporação de polipirrol

(PPI) via polimerização, revelou um sistema de materiais compósitos com propriedades aprimoradas. A adição estratégica do PPI por polimerização potencializou a capacidade absorviva do compósito ao introduzir sítios ativos nitrogenados e uma estrutura eletrônica conjugada. Esse desempenho superior é atribuído à atuação conjunta de forças eletrostáticas, ligações de hidrogênio e interações de empilhamento  $\pi$  -  $\pi$  entre as cadeias dopadas do PPI e as moléculas do corante (STEJSKAL, 2022).

As membranas de poliestireno enriquecidas com  $\text{OG}_f\text{-APTES}$  e polipirrol demonstraram propriedades mecânicas superiores, evidenciando um aumento significativo na resistência e durabilidade. Essas características são fundamentais para a viabilidade e longevidade das membranas em ambientes de aplicação reais. A capacidade de controlar a morfologia e a distribuição tanto do  $\text{OG}_f\text{-APTES}$  quanto do PPI na matriz de poliestireno viabiliza o desenvolvimento de membranas com propriedades de separação otimizadas e desempenho altamente específico. Todavia, isso é especialmente relevante para processos de remoção de corantes, onde a seletividade e a eficiência são primordiais. No entanto, a combinação entre o óxido de grafeno funcionalizado e o polipirrol, incorporado via polimerização, representa uma estratégia altamente eficaz para aprimorar a capacidade de remoção de certos tipos de corantes por membranas eletrofiadas de poliestireno, especialmente aqueles que interagem favoravelmente com os grupos amina presentes e as características eletroquímicas conferidas pelo PPI.

Quanto à inserção do polímero condutor polipirrol (PPI) nas membranas de PS/ $\text{OG}_f$ . Além de conferir estabilidade estrutural e durabilidade às membranas, ele também contribui ativamente para a adsorção de corantes por meio de interações  $\pi$ - $\pi$  e eletrostáticas, otimizando substancialmente a eficiência do processo de adsorção (SHAKIBA *et al.*, 2025). Essa modificação superficial foi evidenciada pelas análises de caracterização, em que o MEV revelou o recobrimento das fibras com aumento da rugosidade e o FTIR confirmou a presença de sítios nitrogenados reativos. Adicionalmente, os ensaios de molhabilidade comprovaram a superação do caráter hidrofóbico original do PS, garantindo uma superfície hidrofílica que facilita a interação do corante com a membrana de PS/ $\text{OG}_f$ /PPI.

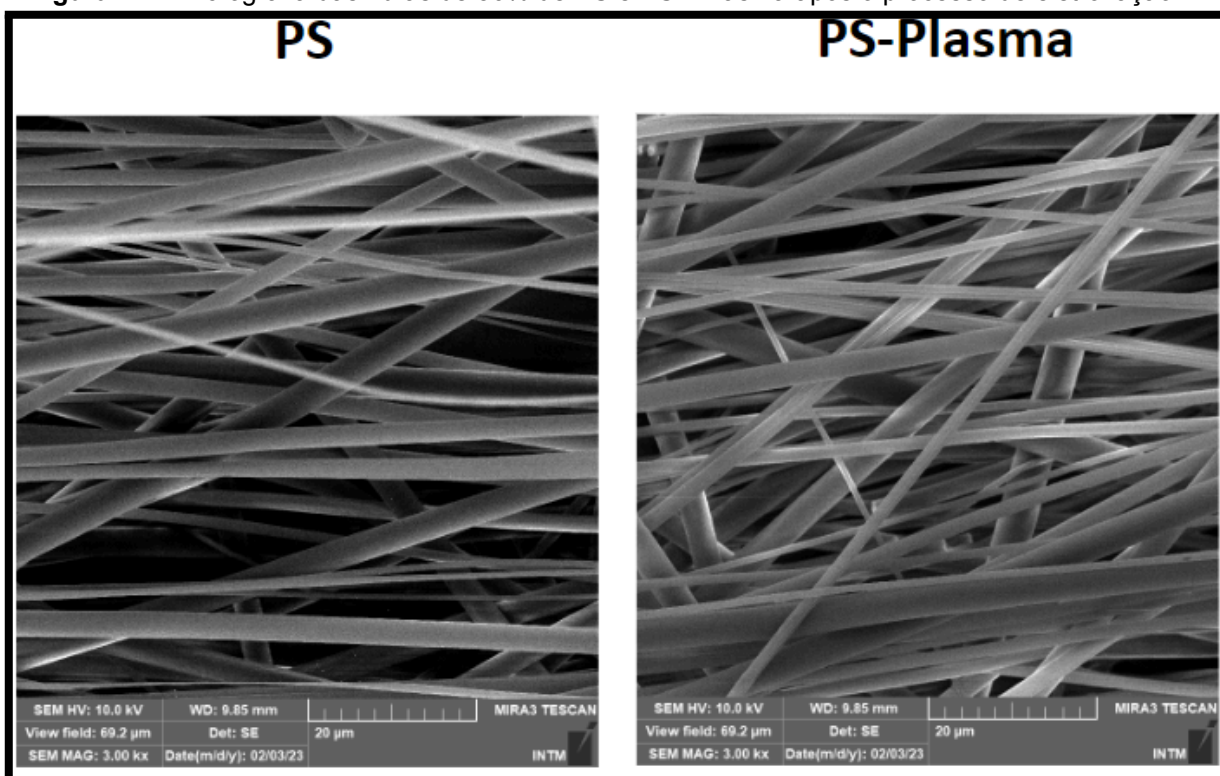
## 5.4 CARACTERIZAÇÃO DAS MEMBRANAS

Este tópico apresenta e discute os resultados da caracterização físico-química das membranas, essenciais para confirmar a eficácia da síntese e a composição final das membranas de PS/OG<sub>f</sub>/PPi.

### 5.4.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para analisar as propriedades morfológicas dos compósitos foi realizada uma análise de microscopia eletrônica de varredura, utilizando as micrografias correspondentes a cada material estudado. A Figura 17 mostra as imagens MEV de PS e PS-Plasma, preparadas a partir de uma solução de concentração equivalente a 30%. As membranas resultantes são homogêneas. Devido a considerações de custo-benefício, optou-se por utilizar a concentração de 30% como padrão de produção do material. Pudemos perceber que após o tratamento com plasma as fibras de PS na membrana continuam com características homogêneas.

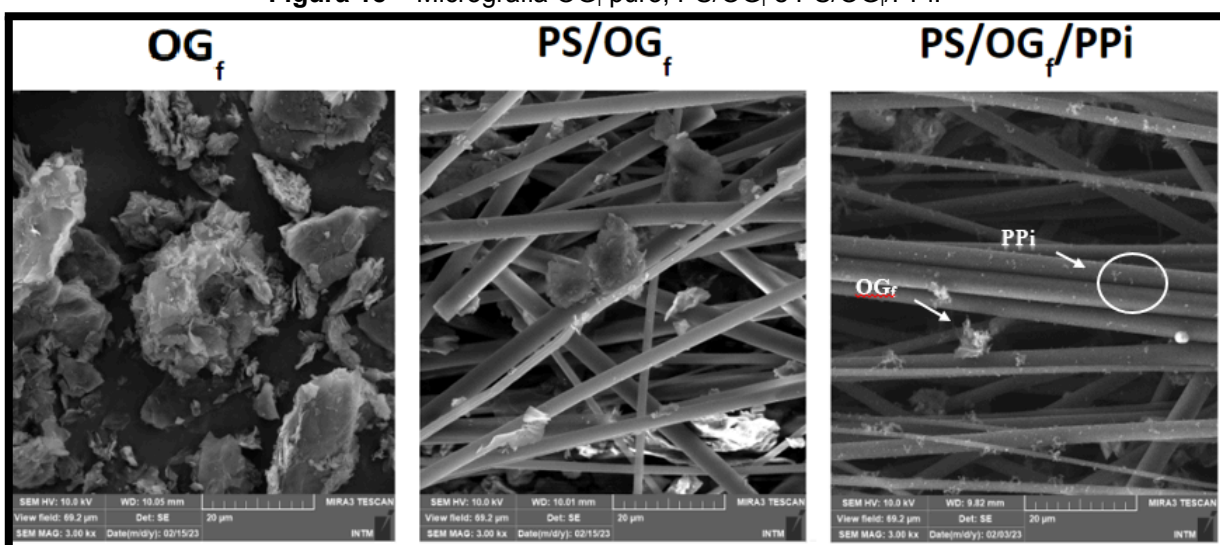
**Figura 17** – Micrografia das fibras de 30% de PS e PS - Plasma após o processo de eletrofiação.



Fonte: Próprio autor (2024).

A Figura 18 mostra as imagens MEV de  $\text{OG}_f$ ,  $\text{PS}/\text{OG}_f$  e  $\text{PS}/\text{OG}_f/\text{PPI}$ , onde observamos as folhas do óxido de grafeno presentes na amostra e que, após a incorporação do  $\text{OG}_f$  na matriz de PS foi evidenciada pela alteração morfológica das fibras, processo este consolidado após a polimerização *in situ* do polipirrol (PPI), que promoveu a ancoragem do nanomaterial à estrutura do material. Dessa forma, podemos perceber que a membrana apresenta características do poliestireno, óxido de grafeno funcionalizado com APTES e do polipirrol.

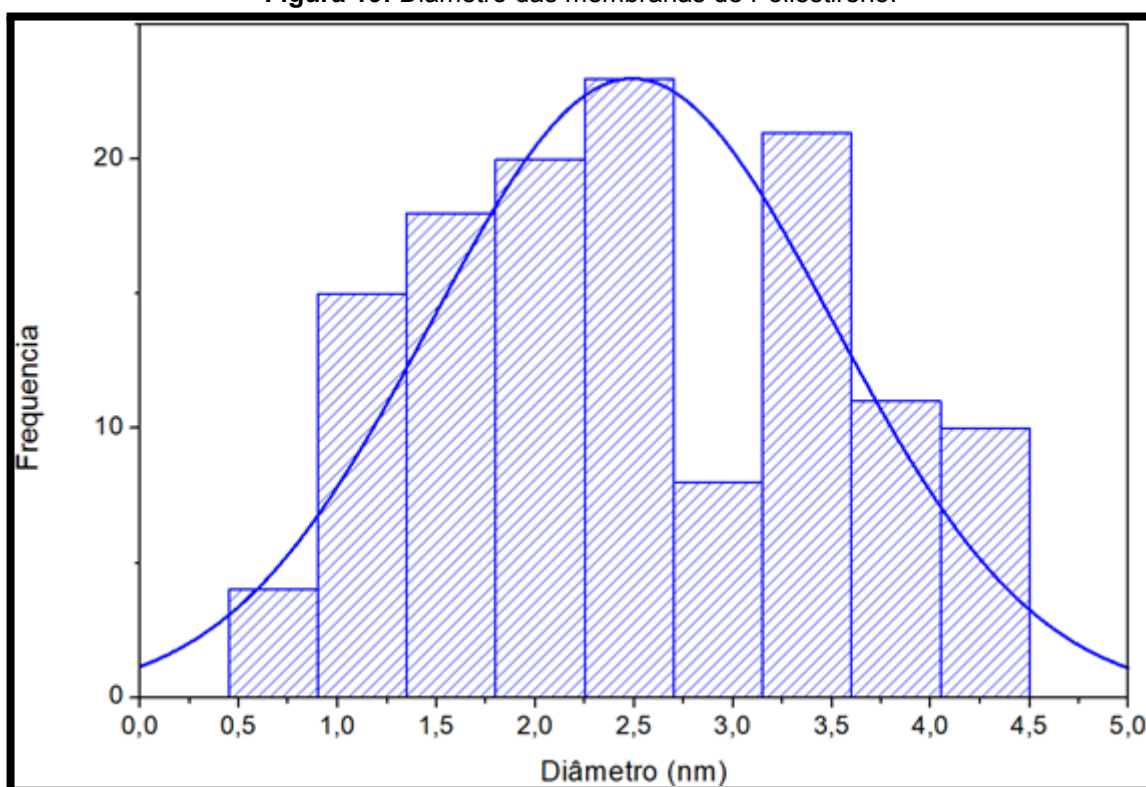
**Figura 18** – Micrografia  $\text{OG}_f$  puro,  $\text{PS}/\text{OG}_f$  e  $\text{PS}/\text{OG}_f/\text{PPI}$ .



**Fonte:** Próprio autor (2024).

Com o intuito de atestar a uniformidade do diâmetro das fibras após o tratamento termomecânico, realizou-se um estudo estatístico por meio do software ImageJ (versão 1.48). Para isso, foram coletadas 48 medidas de diâmetro de diferentes fibras obtidas de diversas imagens do processo de eletrofiação. A partir destes dados, calculou-se o valor médio de diâmetro ( $\bar{x} = 2,5 \text{ nm}$ ) desta distribuição e o seu desvio padrão amostral ( $s = 0,96 \text{ nm}$ ). Além de realizar estes cálculos estatísticos, o histograma e a curva normal referente a estes dados foram plotados, conforme visualizado na Figura 19. A análise morfológica das membranas de poliestireno (PS) reitera a obtenção de uma morfologia verdadeiramente nanométrica, consolidando a eletrofiação como um método eficiente para a síntese dessas membranas.



**Figura 19:** Diâmetro das membranas de Poliestireno.

Fonte: Próprio autor, 2025.

Sendo assim, a distribuição granulométrica das fibras de PS (predominantemente entre 2,0 e 2,5 nm) assegura a alta porosidade necessária para a funcionalização com  $\text{OG}_r$  e  $\text{PPI}$ . Tal estrutura nanométrica é o diferencial que potencializa o desempenho do compósito na captura de contaminantes em meios aquosos.

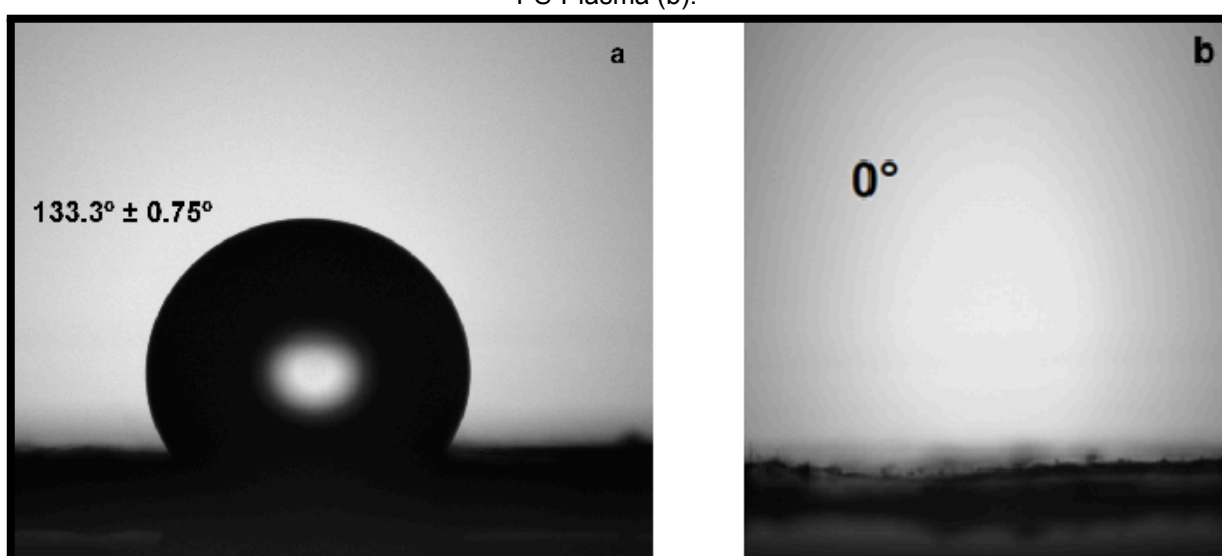
#### 5.4.2 Ângulo de Contato

Uma das maneiras de caracterizar a hidrofobicidade de membranas ou interação entre um líquido e um sólido é por meio de medidas de ângulo de contato ( $\theta$ ) entre as duas fases. A molhabilidade das membranas de PS antes e depois do tratamento por plasma,  $\text{PS}/\text{OG}_r$  e  $\text{PS}/\text{OG}_r/\text{PPI}$ , foram avaliadas por meio da medida do ângulo de contato da água com as superfícies poliméricas.

A molhabilidade foi determinada pela deposição de gotas de água em cinco regiões distintas da superfície das membranas. Conforme apresentado nas Figuras 20 e 21, a membrana de PS puro apresentou, inicialmente, um caráter inerentemente hidrofóbico, com elevados ângulos de contato que dificultariam a

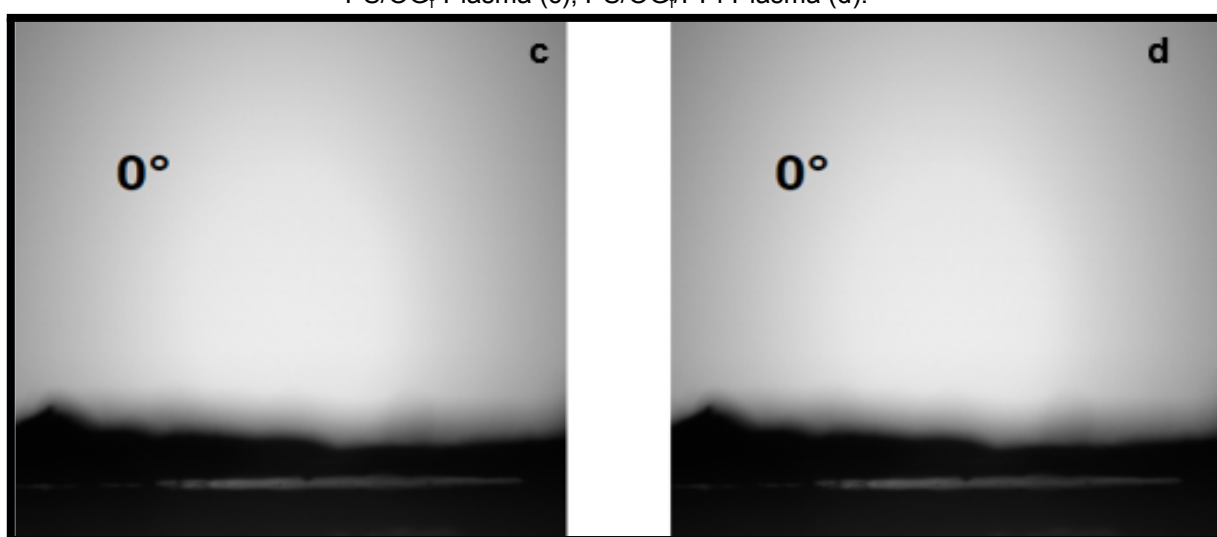
interação com o efluente aquoso. No entanto, após o tratamento por plasma, observou-se uma inversão drástica desse comportamento: tanto a matriz pura quanto as membranas modificadas com OG<sub>f</sub> e PPI passaram a apresentar caráter hidrofílico, que é fundamental para os estudos de adsorção, pois a superação da hidrofobicidade original do PS garante que a solução de corante penetre efetivamente na estrutura fibrosa, permitindo o acesso aos sítios ativos do material.

**Figura 20** - Medida do ângulo de contato mostrando o caráter hidrofílico das membranas de PS (a), PS-Plasma (b).



Fonte: Próprio autor (2024).

**Figura 21** - Medida do ângulo de contato mostrando o caráter hidrofílico das membranas de PS/OG<sub>f</sub>-Plasma (c), PS/OG<sub>f</sub>/PPI-Plasma (d).



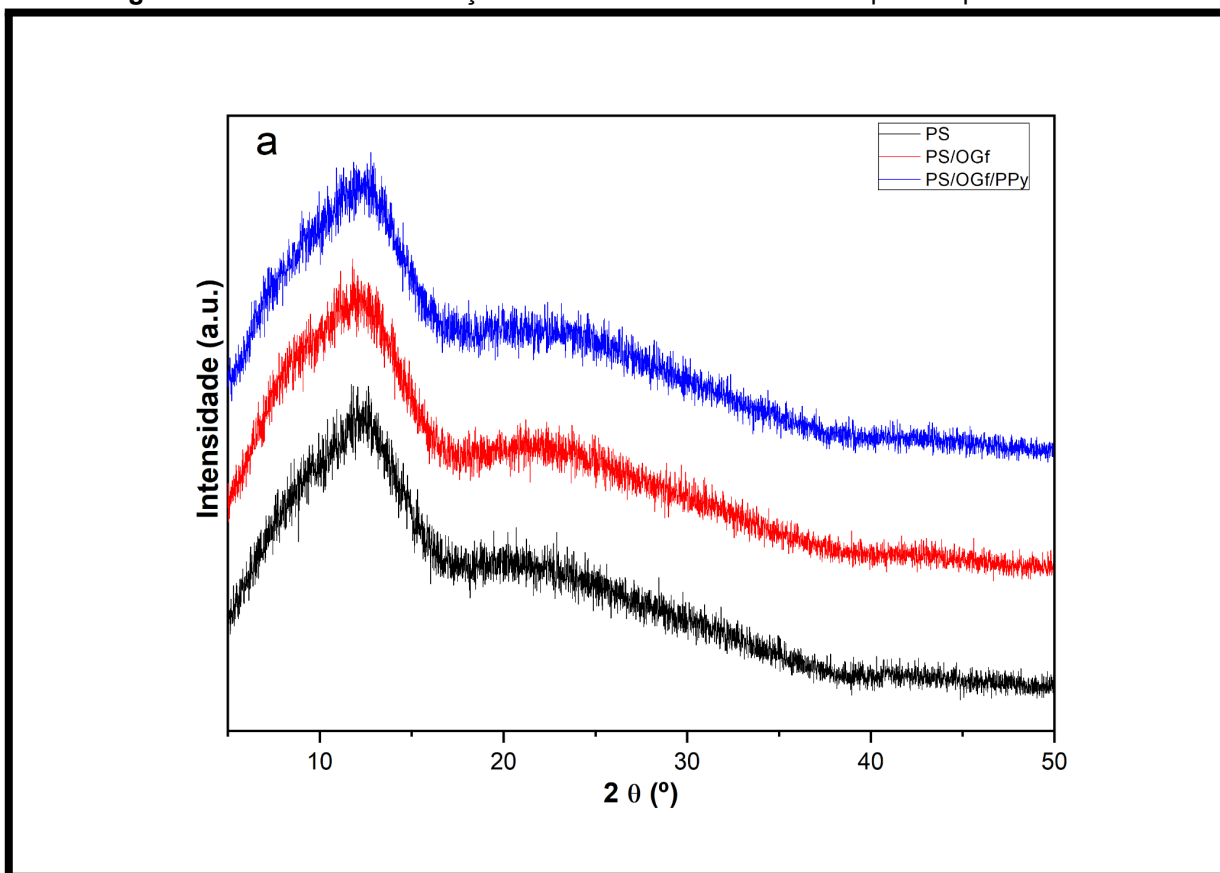
Fonte: Próprio autor (2024).



### 5.4.3 Difração de raios-X

A análise de difração de raios X (DRX) é uma técnica não destrutiva para caracterizar a natureza cristalina orgânica e inorgânica dos materiais que permite determinar sua estrutura cristalográfica. A análise de difração de raios X de todas as membranas poliméricas mostradas na Figura 22 é feita para investigar a estrutura e a cristalinidade. Como pode ser observado na difração, tanto o PS quanto o PS/OG<sub>f</sub> apresentam a banda característica de material amorfo nos valores de  $2\theta$  entre  $10^\circ$  e  $15^\circ$ , que normalmente estão dentro da faixa relatada para compósitos de PS e OG. Não foram observadas diferenças significativas nas intensidades dos picos para as diferentes amostras. Portanto, podemos concluir que as membranas avaliadas correspondem a um material amorfo. Isto provavelmente se deve ao aumento da espessura da camada OG<sub>f</sub>, o que, consequentemente, levou a um maior espalhamento dos raios X incidentes. Assim, podemos afirmar que as membranas de poliestireno puro correspondem a um material amorfo que não possui estrutura cristalina, por não apresentar picos característicos.

**Figura 22** - Estruturas de difração de raios X referentes aos compósitos poliméricos.

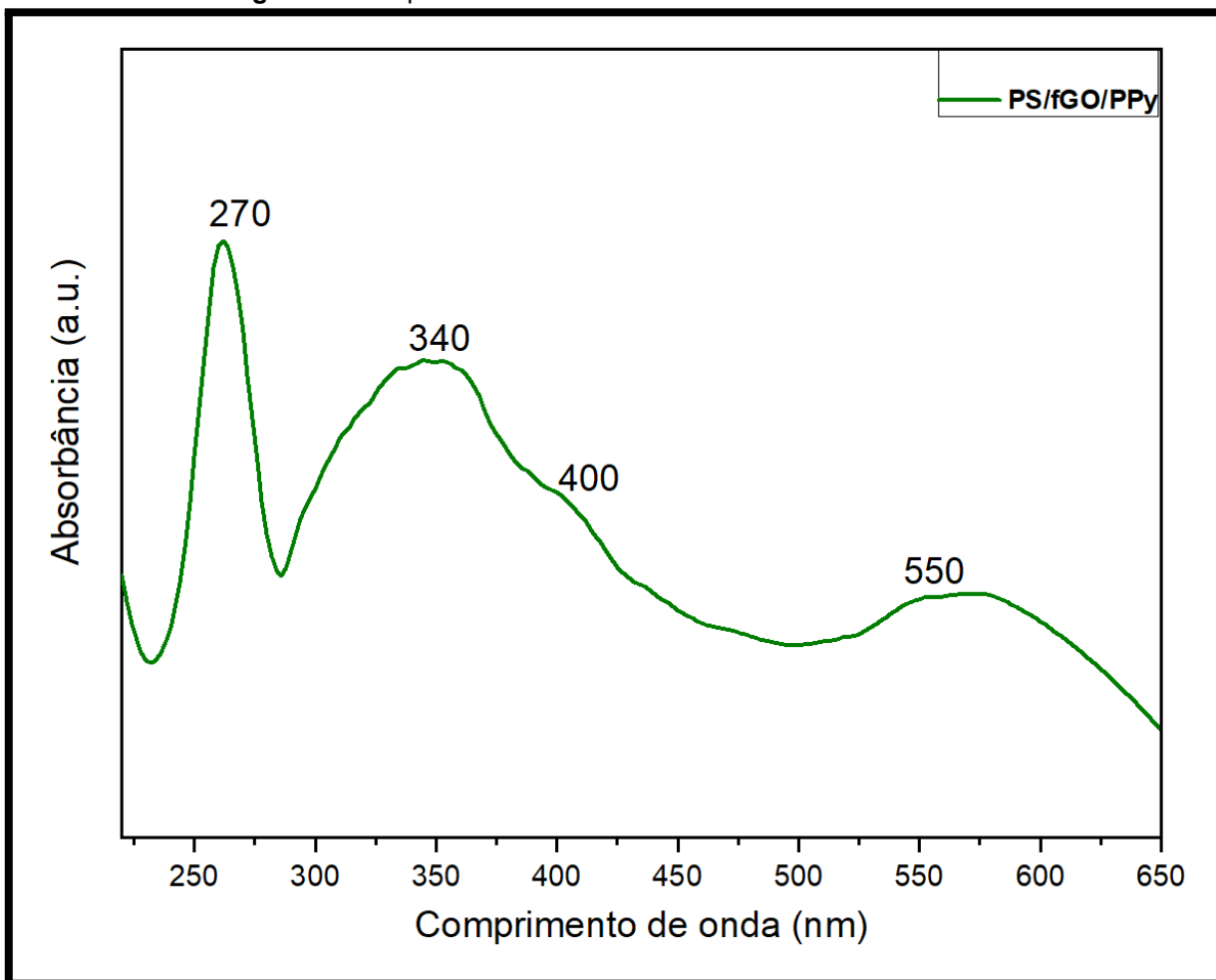


Fonte: Próprio autor (2024).

#### 5.4.4 Espectroscopia de absorção no Ultravioleta e visível

A espectroscopia UV-vis é usada para encontrar informações qualitativas sobre os nanocompósitos PS/OG<sub>f</sub>/PPi, conforme mostrado na Figura 23. A partir da análise espectroscópica UV-Vis, a energia da banda dos materiais nos mostra que os picos máximos de absorção dessa amostra são observados em comprimento de onda semelhante de 272 nm, 340 nm e 510nm e o gap de energia correspondente é de 3,46 eV, os picos representam a transição  $\pi$ - $\pi^*$ . O pico de absorção aparece em 272 nm corresponde ao OG<sub>f</sub>, 340 nm, corresponde ao PPi puro e, o pico de 510nm corresponde a membrana de PS/OG<sub>f</sub>/PPi. O gap de energia correspondente do PPi puro é de 3,46 eV e os picos que aparecem em 272 e 510 nm representam as transições eletrônicas de  $\pi$ - $\pi^*$  (de grupos isolados) e  $\pi$ - $\pi^*$  (do sistema conjugado estendido), respectivamente (De *et al.*, 2006). Esses valores são ligeiramente alterados em relação aos valores padrão devido à variação nos métodos de síntese e à pureza da amostra (DUTTA; DE, 2006; DHACHANAMOORTHY *et al.*, 2024).

**Figura 23** – Espectro do UV-Vis: da membrana de PS/OGf/PPi.



Fonte: Próprio autor (2024).

#### 5.4.5 Espectroscopia de absorção no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR)

No espectro de FTIR, podemos identificar os picos característicos de cada grupo funcional de cada material analisado. Logo, de acordo com a Figura 24, amostras de poliestireno apresentam características distintas de vibração molecular do poliestireno. Os picos FTIR são identificados no espectro de absorção infravermelha e oferecem informações fundamentais sobre a integridade e a força das ligações químicas no material, permitindo detectar possíveis interações entre a matriz e os aditivos.

Dessa forma, o espectro FTIR das amostras de PS (Figura 24) revela picos de absorção distintos em números de onda específicos: (i) 3080, 3058 e 3023  $\text{cm}^{-1}$ , o

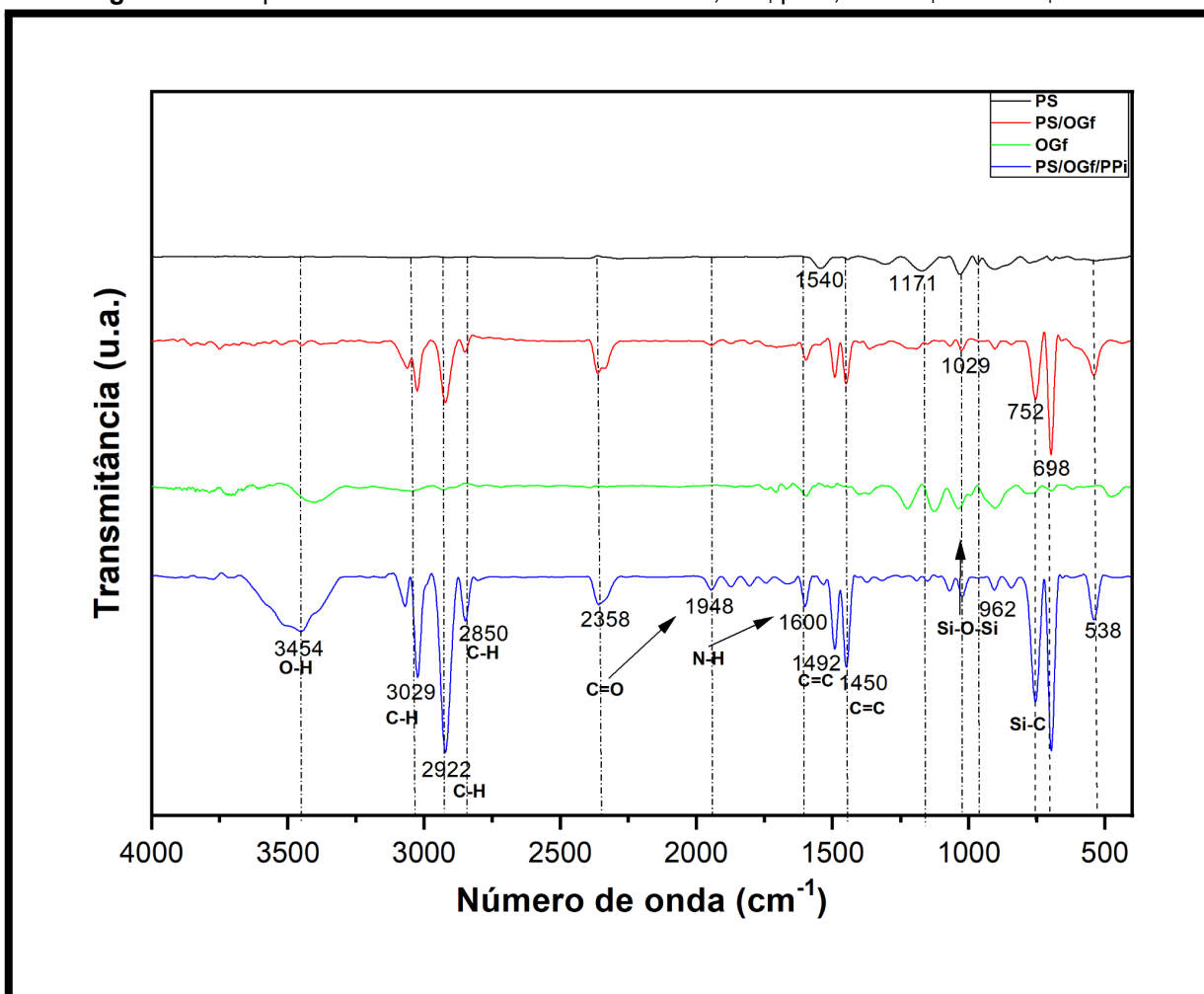
que pode ser atribuído às vibrações de estiramento simétrico das ligações aromáticas  $\text{=C-H}$ ; e no anel benzeno (CH insaturado); e (ii) em  $2.919$  e  $2.848\text{ cm}^{-1}$ , correspondendo às vibrações de estiramento assimétrico e simétrico dos grupos  $\text{CH}_2$  metileno (CH saturado) (ZAREI *et al.*, 2021). Além disso, (iii) três picos de absorção visíveis em  $1600$ ,  $1491$  e  $1451\text{ cm}^{-1}$  podem ser associados às vibrações de estiramento das ligações aromáticas  $\text{C=C}$  no grupo vinil ( $\text{CH}_2=\text{CH-}$ ) do anel de benzeno. Ademais, (iv) picos de absorção distintos centrados em  $905$ ,  $748$ ,  $694$  e  $537\text{ cm}^{-1}$  podem ser atribuídos à flexão fora do plano das ligações CH aromáticas e à deformação angular dos grupos  $\text{C-H}$  no plano do anel benzênico. núcleo aromático (BORONAT *et al.*, 2024.). Finalmente, um pico de absorção em  $1086\text{ cm}^{-1}$  pode estar associado à presença do grupo  $\text{C-O}$  (SERODRE *et al.*, 2019.). Já os picos em  $1492\text{ cm}^{-1}$  e  $1450\text{ cm}^{-1}$  são referentes à flexão da dupla ligação do anel do pirrol ( $\text{C=C}$ )(ZAREI *et al.*, 2021).O pico em  $962\text{ cm}^{-1}$  está relacionado à = ligação de flexão  $\text{C-C}$  no anel pirrol. O detalhamento completo das bandas identificadas e suas respectivas atribuições encontra-se sistematizado na Tabela 2 abaixo.

**Tabela 2** - Picos de FTIR observados em membrana de poliestireno, óxido de grafeno funcionalizado com APTES e pirrol.

Número de onda ( $\text{cm}^{-1}$ )	Atribuição de modos vibracionais
3100–3000	Estiramento $\text{C-H}$ aromático do anel benzênico.
2950–2800	Estiramento $\text{C-H}$ de grupos metila ( $\text{CH}_3$ ).
1600, 1492, 1450	Estiramento $\text{C=C}$ (anel aromático).
1086	Picos de alongamento $\text{C-O}$
905, 748, 693, 537	Deformação out-of-plane $\text{C-H}$ no anel aromático.
1600	Pico de $\text{C=C}$ da vibração do anel de grafeno (comumente chamado de pico D ou G no grafeno).
1700	Estiramento $\text{C=O}$ de grupos carboxílicos presentes no óxido de grafeno.
1220-1250	Estiramento $\text{C-O}$ associado a grupos epóxi ou hidroxila no óxido de grafeno.
1050-11150	Estiramento da ligação $\text{Si-O}$ se o óxido de grafeno estiver funcionalizado com APTES.

**Fonte:** Adaptado de BORONAT *et al.*, 2024.

Figura 24 – Espectro de FTIR das membranas de PS, .OG<sub>f</sub> puro, PS/OG<sub>f</sub> e PS/OG<sub>f</sub>/PPi.



Fonte: Próprio autor (2024).

A análise detalhada desses picos pode fornecer insights sobre o grau de interação entre os componentes da membrana eletrofiada, como a presença de ligações covalentes ou interações físicas (SHAH *et al.*, 2020). Essa análise permite estudar as interações entre os componentes e as modificações químicas na superfície.

## 5.5 ESTUDO DA ADSORÇÃO DO CORANTE PRETO DE ERIOCROMO (EBT)

Neste estudo, foi investigada a capacidade da membrana PS/OG<sub>f</sub>/PPi em adsorver o corante Preto Eriocromo T presente em soluções aquosas. O processo de adsorção foi monitorado por medidas de espectroscopia UV-visível, o que

permitiu determinar a concentração do corante antes e depois da interação com a membrana.

### 5.5.1 Influência do pH do meio

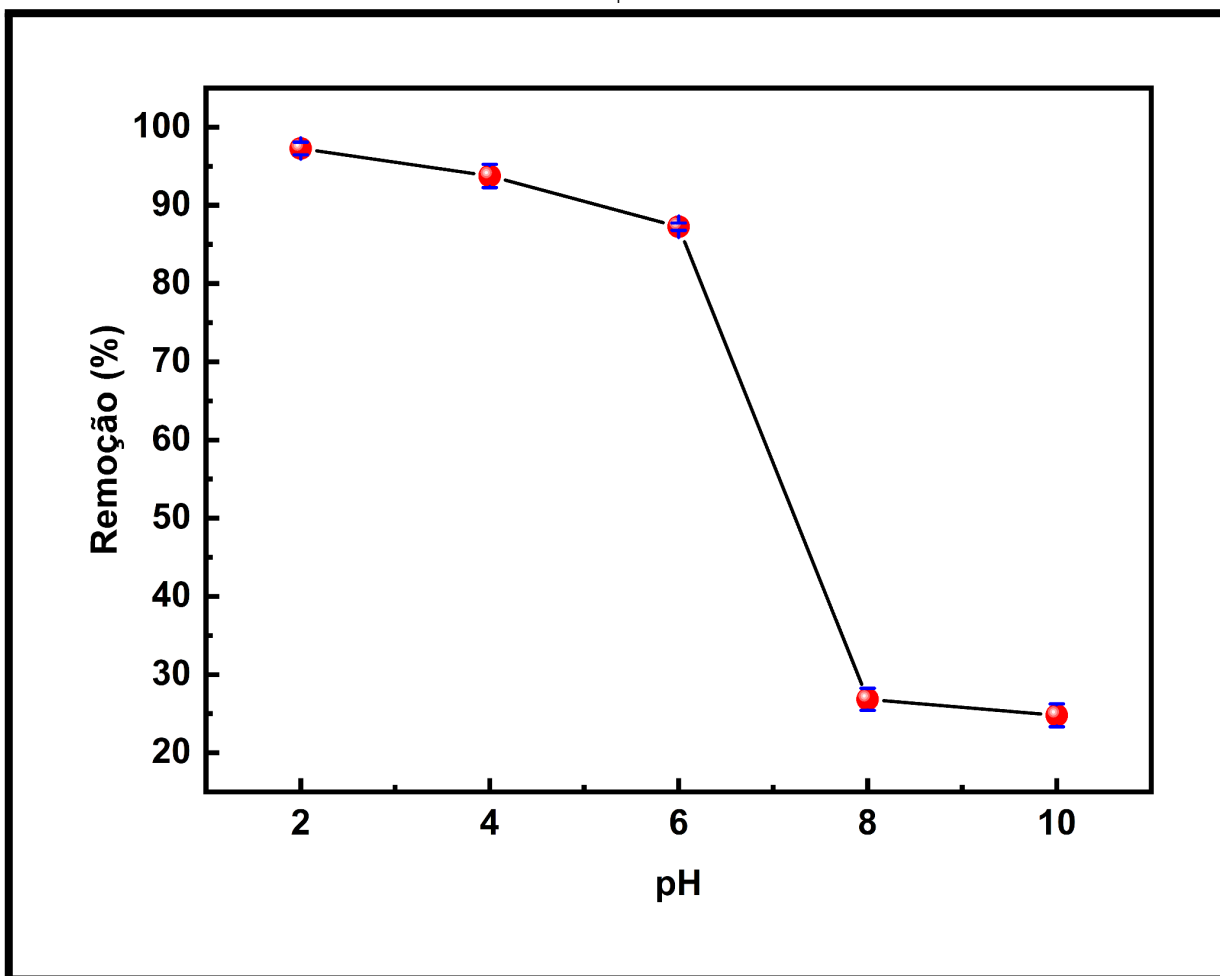
A Figura 25 mostra o efeito do pH na remoção do corante Preto de Eriocromo T pela membrana PS/OGf/PPi. Verifica-se que a eficiência de adsorção é máxima em meio ácido (pH 2–4), atingindo valores próximos a 100%, e diminui progressivamente com o aumento do pH, atingindo cerca de 20% em pH alcalino (pH 8–10).

Esse comportamento pode ser explicado pela natureza aniônica do corante Preto de Eriocromo T, que em solução aquosa apresenta grupos sulfonatos carregados negativamente. Em meio ácido, a superfície da membrana tende a se protonar, resultando em carga positiva, o que favorece a atração eletrostática com o corante aniônico. Já em pH mais elevado, a desprotonação dos grupos funcionais da superfície da membrana confere carga negativa, promovendo repulsão eletrostática entre a superfície e o corante, reduzindo significativamente a remoção.

Além disso, em pHs próximos à neutralidade, a eficiência de adsorção cai de forma acentuada, sugerindo que a faixa de pH<sub>pzc</sub> (ponto de carga zero) da membrana encontra-se nesta região. Na prática, isso ocorre porque a carga líquida superficial torna-se nula, eliminando a atração eletrostática pelo corante aniônico EBT. Logo, sem essa força motriz, a interação com os sítios ativos é prejudicada, confirmando que a operação em meio ácido é essencial para manter a superfície protonada e atrativa ao contaminante.

Portanto, os resultados indicam que o pH ótimo de adsorção é 2, e que a adsorção é governada principalmente por interações eletrostáticas, embora outras interações secundárias ( $\pi$ – $\pi$  e ligações de hidrogênio) também possam contribuir em menor escala.

**Figura 25** - Efeito do pH sobre a remoção do corante Preto de Eriocromo T pela membrana PS/OG<sub>7</sub>/PPI.



Fonte: Próprio autor (2024).

No entanto, os resultados também mostram que a membrana mantém um desempenho relativamente alto em pH menores que 6, sugerindo uma boa estabilidade em meio ácido moderado. Para avaliar a viabilidade de controlar o pH em aplicações reais, isso dependerá do contexto específico. Em ambientes industriais, como no tratamento de efluentes ou em processos químicos controlados, o ajuste de pH é tecnicamente viável e muitas vezes já faz parte do processo.

A principal vantagem de utilizar o pH 2, conforme demonstrado experimentalmente na Figura 24, reside na obtenção da máxima eficiência de remoção do contaminante pela membrana, atingindo patamares superiores a 95%. Este nível de pH otimizado permite que os mecanismos de adsorção ou interação entre a membrana e o contaminante (sejam eles de natureza eletrostática, formação de complexos, ou outros) operem em sua plena capacidade. Em pH 2, as

características da superfície da membrana e a especiação química do contaminante provavelmente se encontram na configuração mais favorável para a interação e subsequente remoção. Portanto, a escolha do pH 2 justifica-se quando o objetivo primordial é maximizar a performance de remoção, seja para fins de pesquisa (onde se busca entender o potencial máximo do material), seja em aplicações onde a remoção quase completa do contaminante é crítica e indispensável, superando, em importância, os desafios práticos de se operar em um pH tão ácido. Utilizar o pH 2 assegura que a membrana está entregando seu melhor resultado possível em termos de percentual de remoção.

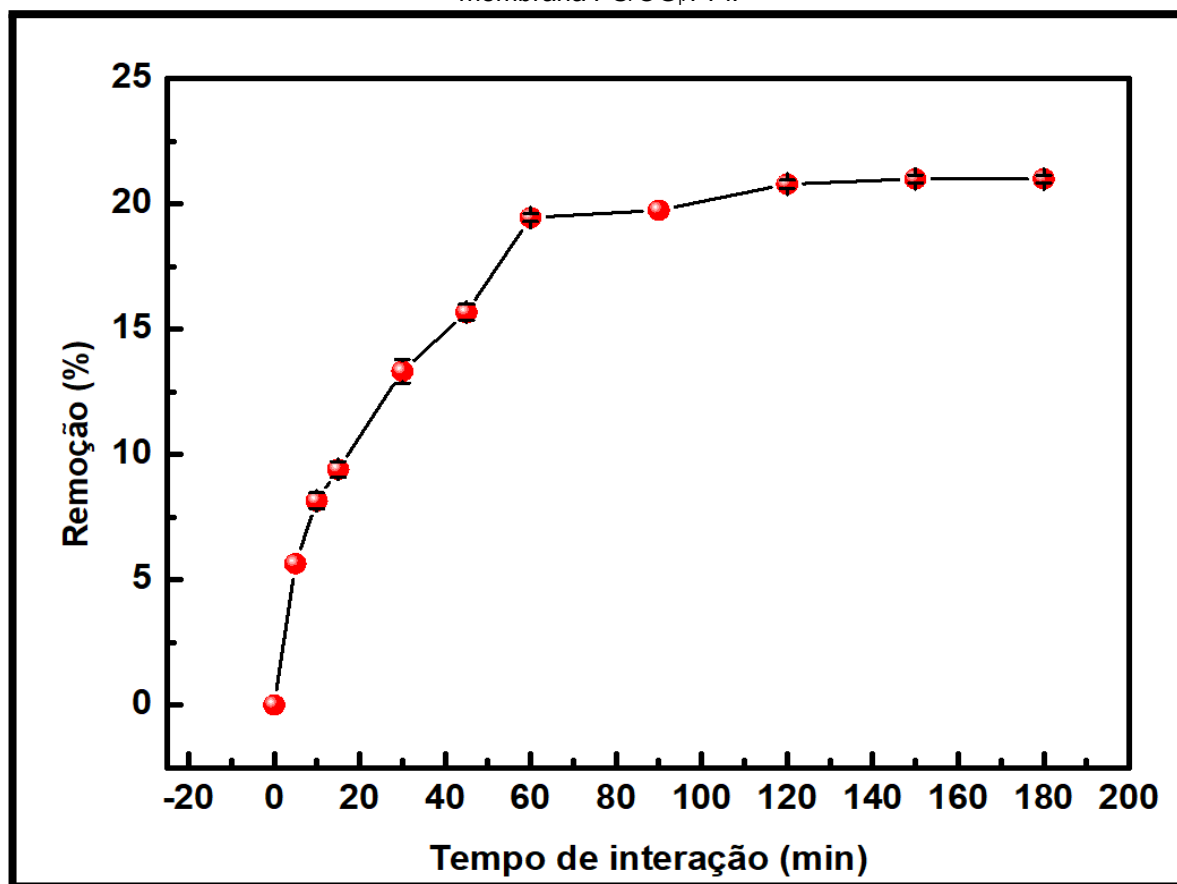
Dentro de um ambiente ácido, o polipirrol passa por uma protonação progressiva e adquire carga positiva (com a presença de grupos  $\text{NH}^+$ ), ao passo que os contaminantes estudados (EBT) permanecem carregados negativamente (DA RoOCHA *et al.*, 2020). Assim sendo, considerando os efeitos observados da alteração do pH do meio, todos os experimentos foram realizados em pH 2, o que é ideal para uma boa adsorção do corante estudado.

### **5.5.2 Efeito do tempo de interação**

Outro fator relevante para a eficiência da remoção de um contaminante é o tempo necessário para atingir seu máximo valor. A Figura 26 mostra a variação na porcentagem de remoção decorrente do tempo dedicado à interação da membrana PS/OG/PPI com o contaminante investigado.



**Figura 26** - Efeito do tempo de interação sobre a remoção do corante Preto de Eriocromo T pela membrana PS/OG<sub>7</sub>/PPI.



Fonte: Próprio autor (2024).

Observamos que, após primeiros 5 min do processo de remoção, a membrana continua a capturar o contaminante de forma acelerada nos primeiros 60 minutos, sendo observado um limite de saturação após um tempo de 120 min (quando se torna possível observar que o sistema começou a atingir o equilíbrio). O estudo do tempo de interação pode ser compreendido ao considerar que, à medida que o tempo passa, a situação de equilíbrio é alcançada, sem nenhuma alteração significativa no volume de material adsorvido.

### 5.5.3 Cinética de adsorção

O objetivo deste procedimento é analisar os mecanismos de adsorção que estão envolvidos na interação adsorvato-adsorvente. Dessa forma, realizamos uma modelagem matemática dos dados referentes à cinética do processo. Dessa maneira, adaptamos os dados experimentais de acordo com quatro modelos cinéticos distintos: pseudo-primeira ordem, pseudo-segunda ordem, Morris-Weber, e

Elovich (quimissorização) (LEAL, 2021). A Tabela 3 apresenta os parâmetros calculados para o ajuste dos dados experimentais de acordo com a linearidade dos modelos correspondentes. As características desses modelos, assim como o significado de seus parâmetros, foram descritas na Seção 3.7.2.

**Tabela 3** – Parâmetros da cinética de pseudo-primeira ordem, pseudo-segunda ordem, Morris-Weber, Elovich (quimissorção) para a adsorção do corante EBT sobre as membranas de PS/OGf/PPi.

Modelos cinéticos	Parâmetros	EBT
Pseudo-primeira ordem	$q_{e,exp.} (mg\ g^{-1})$	105,02
	$q_{e,calc.} (mg\ g^{-1})$	111,712
	$k_1 (min^{-1})$	0,034
	$R^2$	0,94
Pseudo-segunda ordem	$q_{e,calc.} (mg\ g^{-1})$	117,92
	$k_2 (min^{-1})$	0,00004
	$R^2$	0,99
Morris-Weber	$K_{id} (min^{-1})$	6,62
	$D$	23,34
	$R^2$	0,89
Elovich	$a (mg\ g^{-1}min^{-1})$	14,30
	$b (mg\ g^{-1})$	0,04
	$R^2$	0,98

**Fonte:** Próprio autor (2024).

Portanto, com base nos valores dos coeficientes determinados ( $R^2$ ), concluiu-se que o modelo de pseudo-segunda ordem se ajusta bem aos dados cinéticos, o modelo PSO apresenta o melhor ajuste aos dados experimentais, pois exibe o maior valor de  $R^2$  em comparação com os demais modelos. Além disso, a diferença entre os valores de  $q_e$  experimental e  $q_e$  calculado é mínima. Isto explica que a adsorção entre a membrana de PS/OGf/PPI e o corante se deve principalmente a interações eletrostáticas. Assim, a etapa limitante do processo não é a difusão do adsorvato, mas sim a interação química específica entre o corante e os grupos funcionais da superfície, o que garante um mecanismo de adsorção altamente eficiente, estável e regido pela afinidade química do material compósito.

#### **5.5.4 Efeito da concentração inicial do contaminante**

A Figura 27 apresenta o efeito da concentração inicial do corante Preto de Eriocromo T sobre a remoção (%) e a capacidade de adsorção (mg/g) da membrana PS/OGf/PPI.

Observa-se que em concentrações iniciais baixas (até ~10 mg/L), a remoção é máxima ( $\approx 100\%$ ), mas a capacidade de adsorção apresenta valores relativamente modestos ( $< 20$  mg/g). Esse comportamento está relacionado ao fato de que, em baixas concentrações, os sítios ativos da membrana estão em grande excesso em relação à quantidade de corante disponível, o que permite elevada eficiência de remoção, embora a quantidade de corante adsorvido por unidade de massa ainda seja pequena.

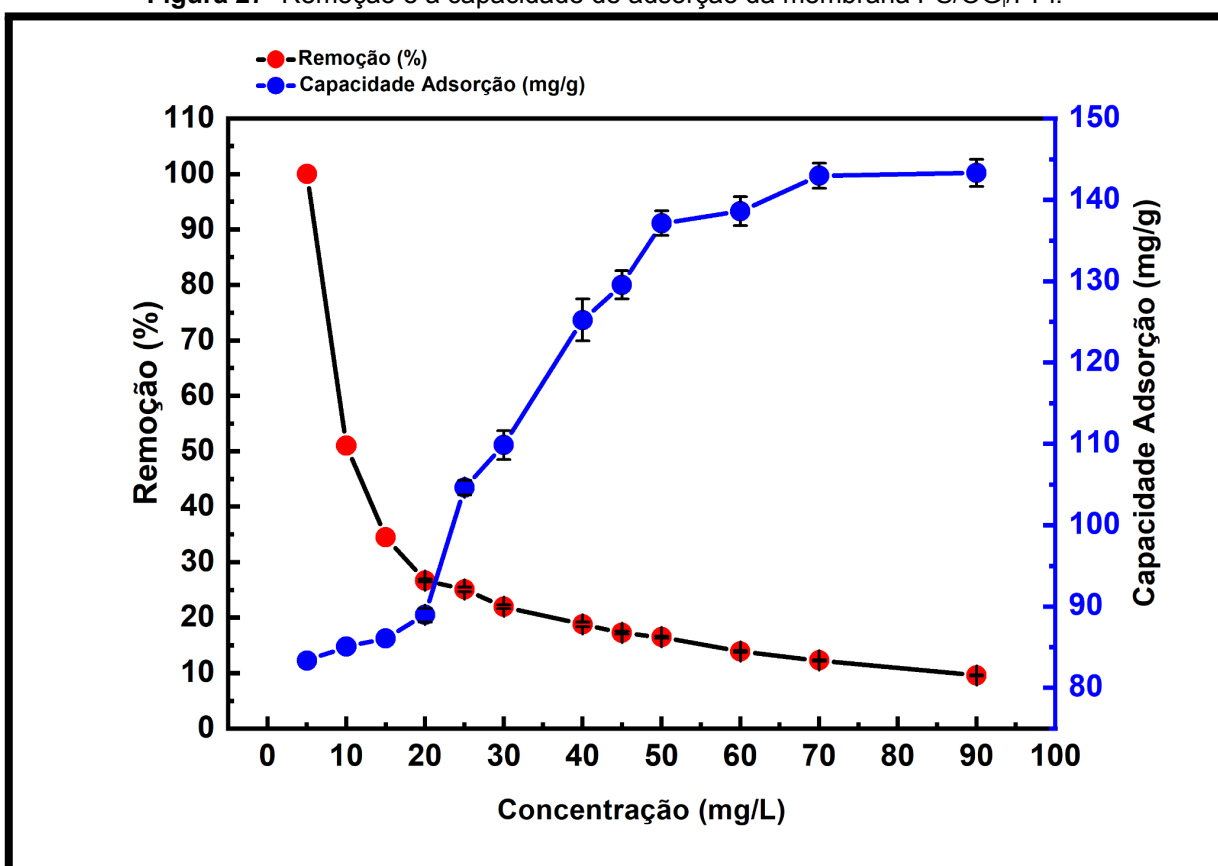
À medida que a concentração inicial aumenta (20–50 mg/L), a remoção (%) diminui gradualmente, alcançando valores próximos de 20%, enquanto a capacidade de adsorção aumenta de forma expressiva, chegando a ~130 mg/g. Esse resultado indica que, em concentrações mais elevadas, há maior gradiente de concentração e, portanto, maior força motriz para o transporte das moléculas de corante até a superfície da membrana, favorecendo o preenchimento dos sítios ativos e aumentando a capacidade máxima atingida.

Em concentrações acima de 60 mg/L, observa-se que a capacidade de adsorção tende à saturação (~140 mg/g), evidenciando que a maior parte dos sítios

ativos já está ocupada, enquanto a remoção permanece baixa (~10–15%), característica típica de sistemas de adsorção próximos ao equilíbrio de saturação.

Esses resultados reforçam a necessidade de considerar simultaneamente a remoção percentual e capacidade adsorptiva ao avaliar a eficiência de um adsorvente. Para tratamento de efluentes reais com baixa concentração de corante, o material garante alta eficiência de remoção; já para efluentes mais concentrados, a vantagem está na alta capacidade de carga do composto, embora a porcentagem de remoção seja menor.

**Figura 27-** Remoção e a capacidade de adsorção da membrana PS/OG<sub>f</sub>/PPI.



Fonte: Próprio autor (2024).

Como podemos observar no gráfico acima, a capacidade de adsorção aumenta conforme a concentração inicial aumenta e consequentemente a capacidade de remoção diminui com o aumento dessa concentração. Este aumento pode ser explicado pelo fato de que à medida que a concentração do corante na

solução aumenta, há um consequente aumento da força motriz de transferência de massa entre a fase líquida e a fase sólida (ANSARI *et al.*, 2015).

#### **5.5.4.1 Isotermas de adsorção**

Diversos tipos de isotermas de adsorção têm sido desenvolvidos ao longo das últimas décadas para resumir a relação termodinâmica de equilíbrio entre o adsorvato e o adsorvente em temperaturas fixas. Os modelos de adsorção são classificados conforme o número de parâmetros, podendo ser eles classificados como sendo de um, dois ou três parâmetros. Rotineiramente, o modelo de isoterma é empregado para investigar os mecanismos de adsorção, capacidade de adsorção e as propriedades dos adsorventes em estudos de remoção de corantes (Chen *et al.*, 2022).

Para entender melhor os mecanismos da absorção do corante Preto de Eriocromo na membrana de PS/OG/PPI, examinamos as isotermas de adsorção, com os nossos resultados experimentais sendo analisados de acordo com três modelos de isotermas de adsorção (Langmuir, Freundlich e Temkin) (Chen *et al.*, 2022).

Na Tabela 4, apresentamos os parâmetros calculados após o ajuste desses dados com base na linearização dos modelos de isotermas individuais. As características destes modelos e o significado de seus parâmetros estão descritos na Seção 3.9.1.

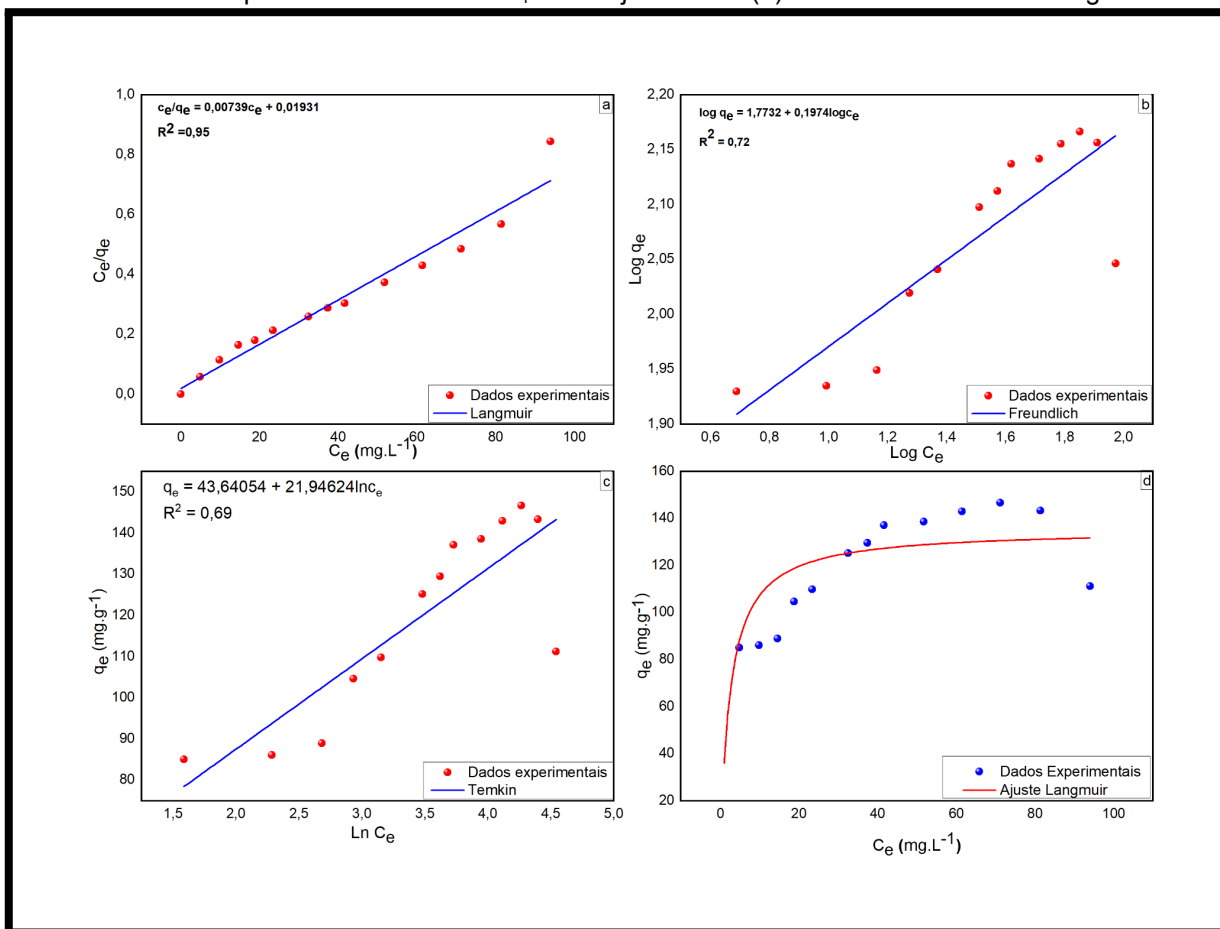
**Tabela 4** – Parâmetros das isotermas de Langmuir, Freundlich, Temkin para a adsorção do corante para a adsorção do corante EBT sobre as membranas de PS/OG<sub>1</sub>/PPI.

Modelos cinéticos	Parâmetros	EBT
Langmuir	$q_{e,exp.} (mg\ g^{-1})$	146,67
	$q_{e,máx} (mg\ g^{-1})$	135,32
	$b (L\ mg^{-1})$	0,38
	$R^2$	0,95
Freundlich	$K_F(mg\ g^{-1})$	59,32
	$n$	5,07
	$R^2$	0,72
Temkin	$A_T$	7,32
	$RT/B_T$	21,95
	$R^2$	0,69

**Fonte:** Próprio autor (2024).

Assim, além de obter um valor satisfatório após a correlação, observa-se que o valor da capacidade de adsorção calculada, está de acordo com o modelo teórico que é próximo daquele determinado experimentalmente. A Figura 28 mostra a regressão linear para cada modelo de adsorção, permitindo visualizar o quão próximos os dados estão do previsto pelo modelo.

**Figura 28** - Isotermas de adsorção de dados experimentais, Langmuir (a), Freundlich (b) e Temkin (c) do corante EBT para membrana PS/OG<sub>f</sub>/PPI e ajuste linear(d) conforme modelo de Langmuir.



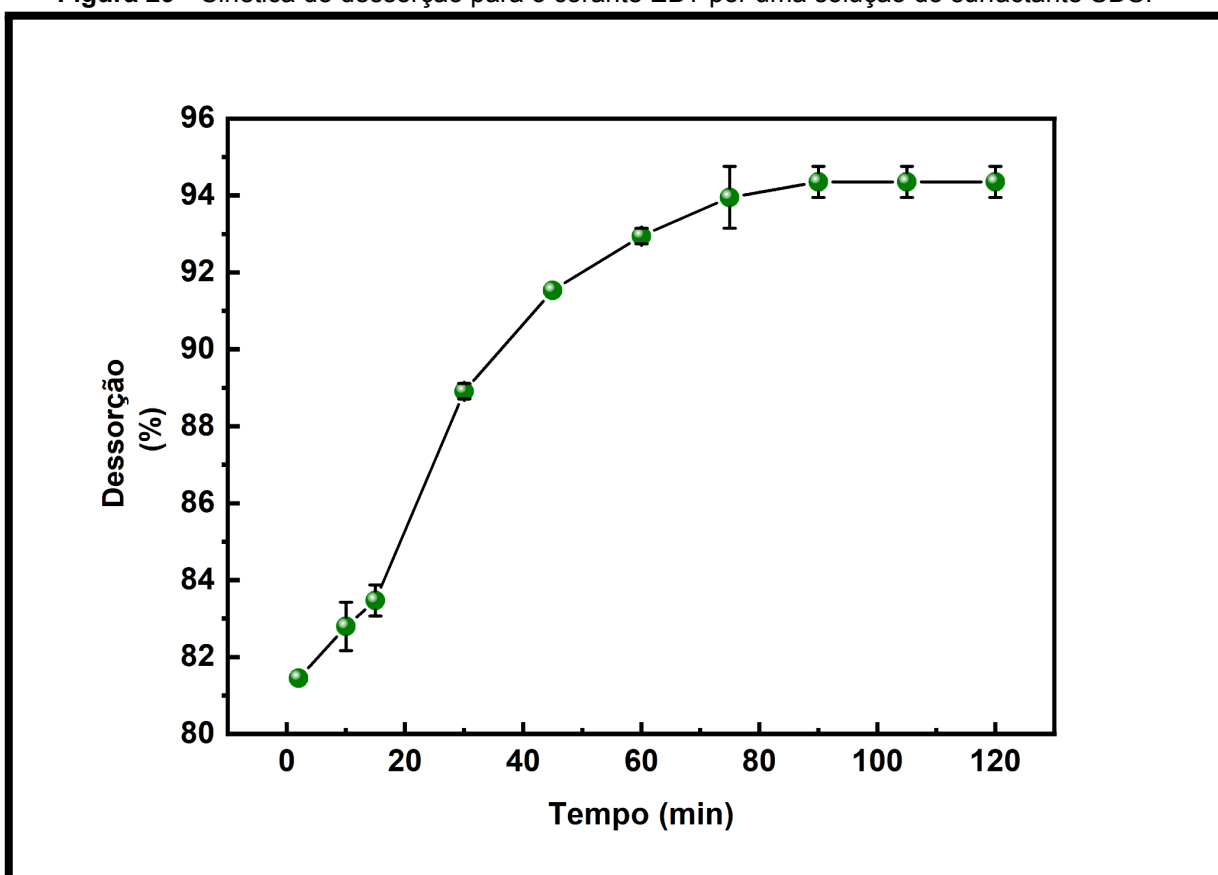
Fonte: Próprio autor, 2024

Portanto, os resultados das isotermas de adsorção, tabela 4, revelam que o sistema PS/OG<sub>f</sub>/PPI é melhor descrito pelo modelo de Langmuir ( $R^2 = 0,95$ ), indicando que a remoção do corante EBT ocorre em monocamada em sítios ativos energeticamente uniformes e sem interações laterais entre as moléculas adsorvidas. O ajuste inferior dos modelos de Freundlich ( $R^2 = 0,72$ ) e Temkin ( $R^2 = 0,69$ ) reforça a homogeneidade da superfície funcionalizada, onde a rápida saturação observada no ajuste não linear reflete a alta afinidade química promovida pelos grupos amina do APTES e pelos sítios nitrogenados do polipirrol. Essa atuação conjunta entre os componentes do material garante uma capacidade de adsorção eficiente e previsível, consolidando a eficácia da funcionalização na criação de uma interface altamente reativa para contaminantes aniônicos.

### 5.5.5 Estudo da dessorção do corante Preto de Eriocromo da membrana PS/OGf/PPI

Nesse experimento, vamos analisar a partir de um solução de dodecil sulfato de sódio (SDS) a dessorção do corante EBT capturado pela membrana de PS/OGf/PPI (Figura 29), para posteriormente realizarmos estudos de reutilização dessa membrana. Assim, de acordo com a Figura 29, observamos que a solução SDS 0,05 M remove os contaminantes da superfície sorvente em um tempo de aproximadamente 90 min. Assim, nos experimentos futuros de reutilização da membrana, será empregado o SDS 0,05M como solução para a eluição.

**Figura 29** - Cinética de dessorção para o corante EBT por uma solução do surfactante SDS.



Fonte: Próprio autor, 2024.

Ao avaliar o potencial de utilização em condições práticas, um resultado adicional importante, para além do desempenho do adsorvente, é a possibilidade de reutilizar a membrana inicialmente recuperada após a dessorção. Logo, iremos



submeter as membranas a sucessivos ciclos de adsorção/dessorção para verificar a capacidade de reutilização desse material.

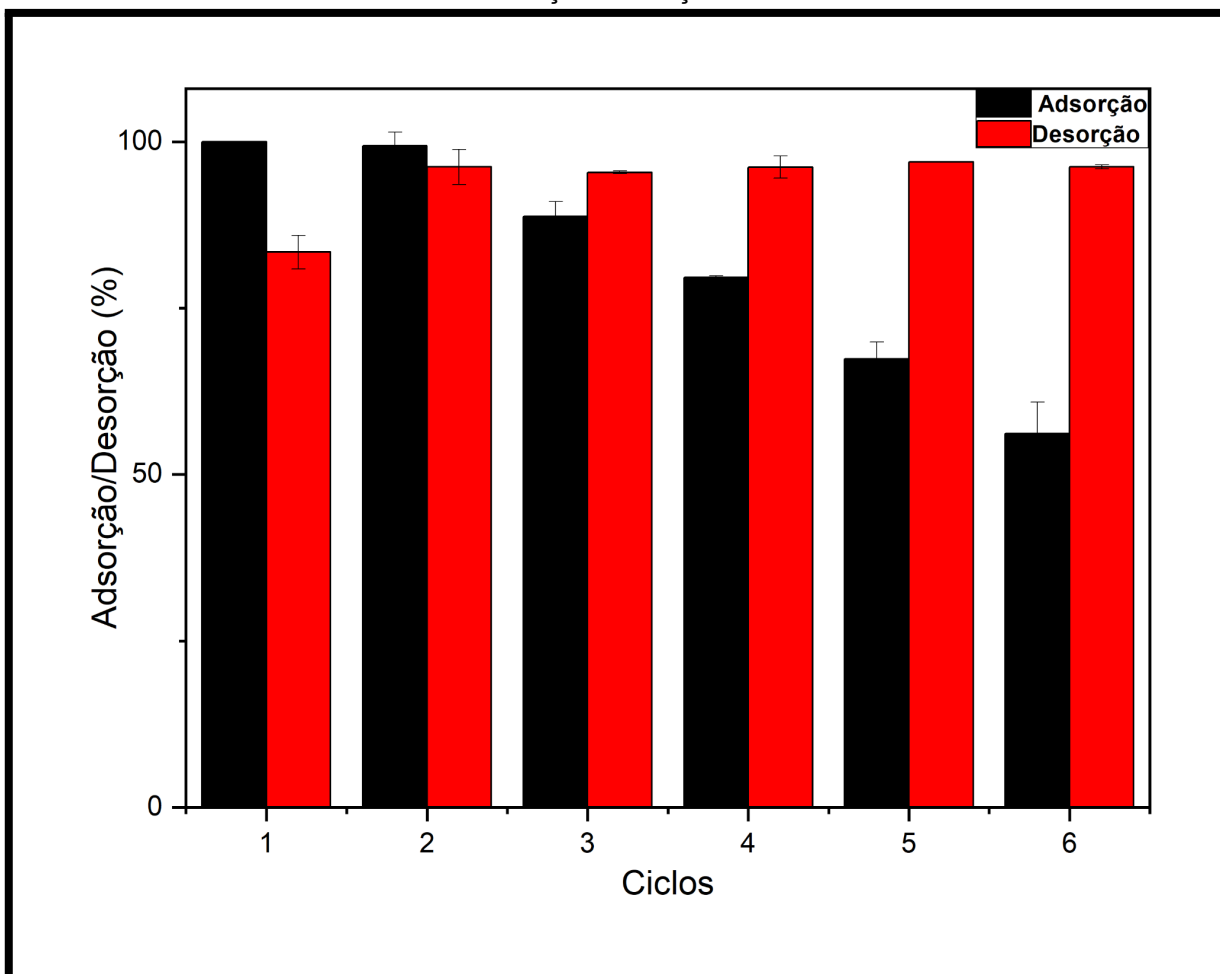
#### **5.5.6 Estudo de reutilização da membrana PS/OGf/PPi através da adsorção/dessorção do corante Preto de Eriocromo**

No processo de adsorção é importante analisar o desempenho de uma membrana, e investigar o seu potencial para utilização em ciclos de captura contínua. A membrana PS/OGf/PPi foi então submetida a várias etapas sucessivas de adsorção/dessorção de acordo com o procedimento experimental descrito na Seção 4.9.5, de modo a permitir observar a reciclabilidade da membrana nas condições de pH 2.

A reutilização de um compósito é um aspecto que aumenta o valor e a funcionalidade para o desempenho total de um material adsorvente, também auxiliando na compreensão mais clara dos mecanismos de adsorção. Por causa disso, empregamos as membranas em vários ciclos de adsorção/dessorção, utilizando uma solução contendo o surfactante SDS (0,05 M) como solvente de eluição.

A Figura 30 exibe a capacidade de adsorção/dessorção das membranas de PS/OGf/PPi ao longo de 6 ciclos seguidos, em condições de temperatura ambiente. É possível notar que, no primeiro ciclo, a membrana atinge o máximo de adsorção, mas há uma dessorção de, aproximadamente, 77%. A adsorção se mantém estável no primeiro e segundo ciclo em torno de 92% da capacidade inicial e nos demais existe um decaimento, enquanto a dessorção inicial é de 77%, nos 5 ciclos seguintes, chega a quase 90%.

**Figura 30** - Desempenho da membrana PS/OGf/PPI quando submetida a sucessivos ciclos de adsorção/dessorção.



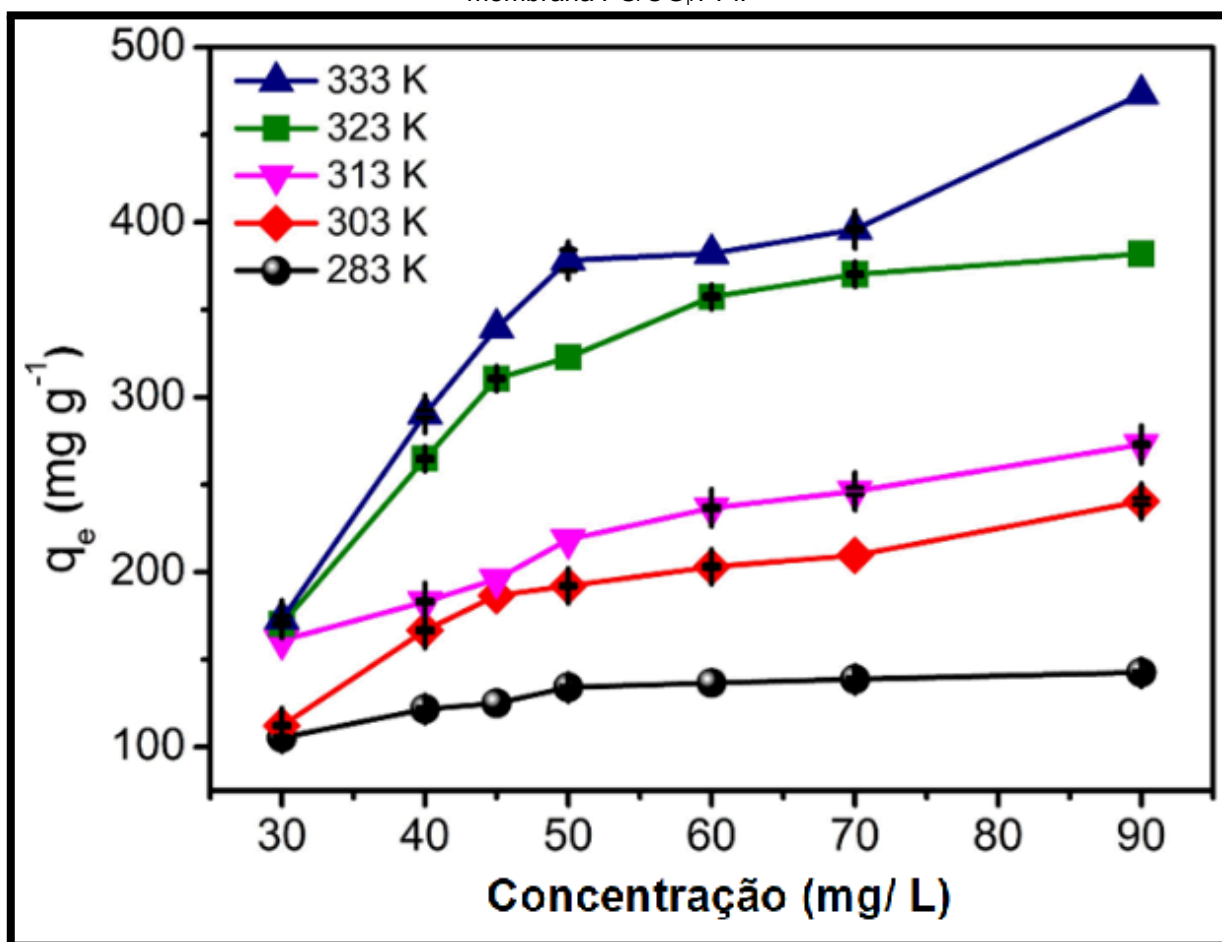
Fonte: Próprio autor, 2024.

Portanto, isso demonstra que as membranas de PS/OGf/PPI têm uma boa estabilidade química e que o material adsorvente pode ser reutilizado para o tratamento de água contaminada pelo corante EBT em pelo menos seis ciclos de adsorção/dessorção, sem perder muito em sua eficiência de remoção. Observa-se, contudo, um declínio gradual na capacidade de remoção ao longo dos ciclos, o qual é atribuído à degradação progressiva da membrana. Esse fenômeno deve-se à degradação da matriz polimérica e à saturação de sítios ativos, o que reduz a eficiência do material em usos sucessivos.

### 5.5.7 Estudo de Termodinâmica

Nessa etapa, observamos o efeito da mudança de temperatura no processo de adsorção do corante EBT. Em todas as temperaturas trabalhamos com esse experimento utilizando pH 2, o qual é possível analisar um aumento da capacidade de adsorção membrana PS/OGf/PPi à medida que aumentamos a temperatura, que variou de 283K para 333K, conforme Figura 31 abaixo.

**Figura 31** - Efeito da temperatura no processo de adsorção do corante Preto de Eriocromo T pela membrana PS/OGf/PPi.



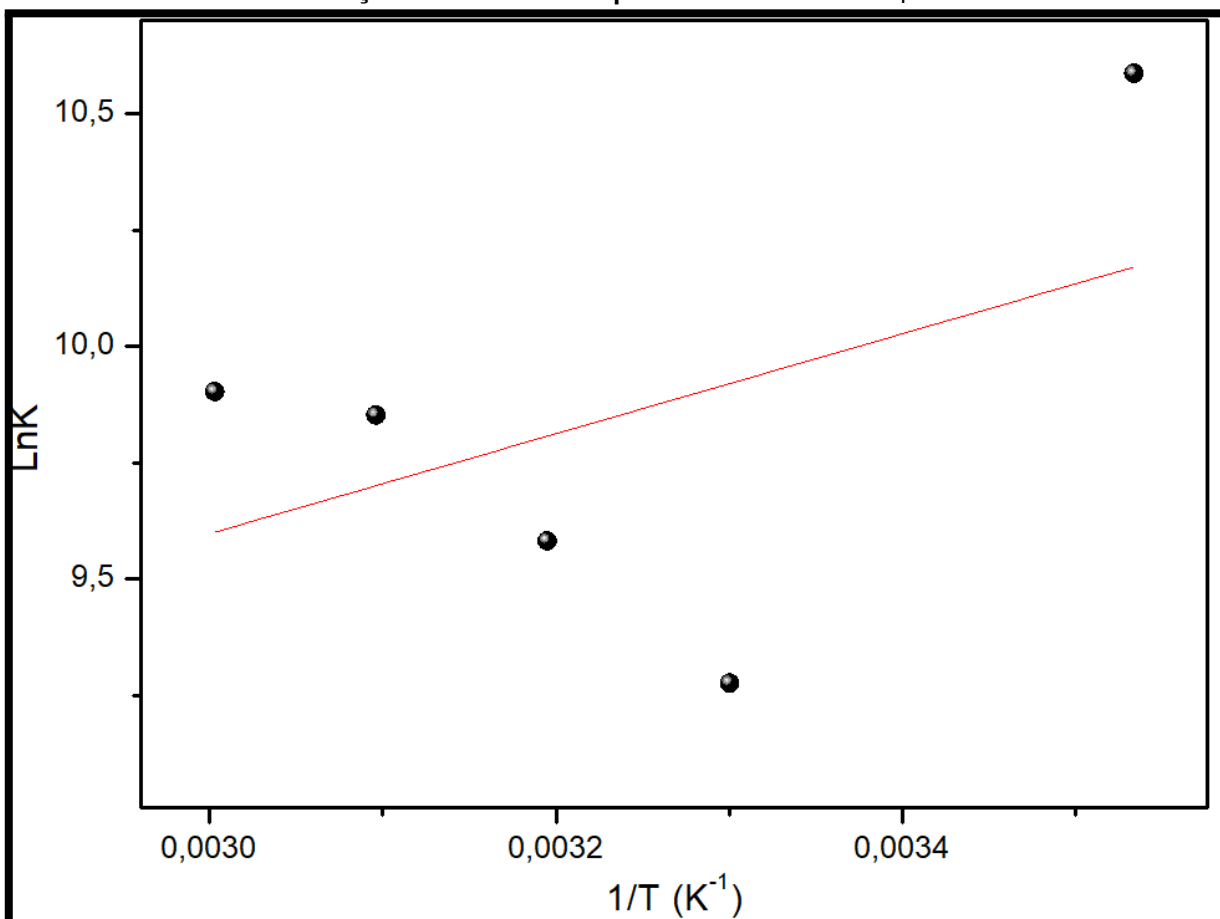
Fonte: Próprio autor, 2024.

De acordo com a Figura 31, a capacidade de adsorção ( $q_e$ ) aumenta conforme a temperatura do sistema se eleva. Indicando que o processo de adsorção é endotérmico. Isto pode ocorrer porque à medida que a temperatura aumenta, há mais transferência de massa de adsorvente para adsorvente, o que reduz a

viscosidade da solução e faz com que as moléculas de corante na fase líquida se movam em direção à superfície sólida (LIM; KIM, 2017).

A fim de fornecer uma explicação mais abrangente sobre o mecanismo relacionado à adsorção do corante EBT em membranas de PS/OG<sub>r</sub>/PPI, realizamos uma investigação para analisar as alterações correspondentes das grandezas termodinâmicas  $\Delta G^\circ$ ,  $\Delta S^\circ$  e  $\Delta H^\circ$ . Dessa forma, foram calculadas as variações de entropia e entalpia a PATIR da regressão linear de  $\ln K_L$  em relação a  $T^{-1}$ , conforme ilustrado na Figura 32. A constante  $K_L$  foi obtida a partir das isotermas de adsorção Langmuir em quatro temperaturas investigadas (283 K, 303 K, 313 K, 323 K e 333 K).

**Figura 32 - Variação da constante de equilíbrio de Langmuir  $K$  com a temperatura do processo de adsorção de corante EBT pela membrana PS/OG<sub>r</sub>/PPI.**



Fonte: Próprio autor, 2024.

A partir das Equações 1 e 2 (Seção 3.6), determinamos os valores  $\Delta G^\circ$ ,  $\Delta S^\circ$  e  $\Delta H^\circ$  apresentados na Tabela 5. Após análise dos parâmetros termodinâmicos de

adsorção do corante, concluiu-se que o processo foi espontâneo, viável e endotérmico, de acordo com os valores de  $\Delta G < 0$  e  $\Delta H > 0$ , com a variação das temperaturas de acordo com a Figura 32. Assim sendo, no caso específico do corante preto eriocromo, o valor  $\Delta S$  positivo confirma que o processo de adsorção é complexo para a adsorção de corantes azos.

**Tabela 5** – Dados termodinâmicos para a adsorção do corante EBT pela membrana PS/OG<sub>r</sub>/PPi.

Temperatura (K)	$\Delta G^\circ$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )	$\Delta H^\circ$ (kJ.mol <sup>-1</sup> )		$\Delta S^\circ$ (J.mol <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	
283	-24907,5				
303	-23369,6				
313	-24934,5	+	18141,03	+	137,3758
323	-26457,2				
333	-27416,1				

Fonte: Próprio autor, 2024.

## 5.6 ESTUDOS DE SAIS (EFEITO DA FORÇA IÔNICA)

De acordo com o estudo da força iônica, percebe-se que quando há aumento da concentração de sais (KCl e NaCl) a remoção do corante Preto de Eriocromo aumenta. Como a maioria dos efluentes industriais contém contaminantes como sais inorgânicos, a força iônica é um parâmetro importante (BAYRAM; BUCAK; OZTURK, 2020). Dessa forma, em um ambiente de águas salobras, membranas de PS/OG<sub>r</sub>/PPi são ideais para remoção de corantes aniônicos emitidos por indústrias têxteis e/ou de tingimento.

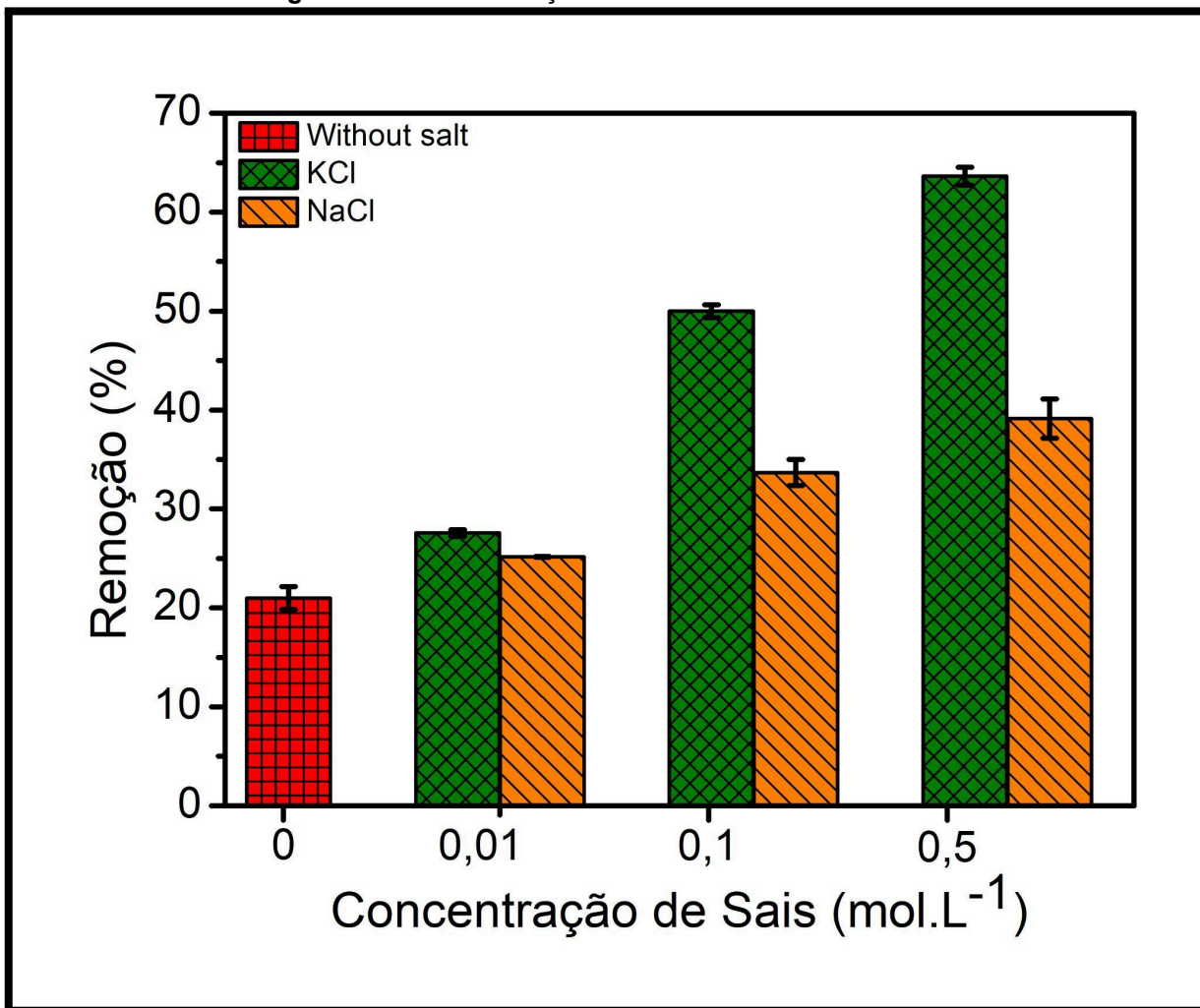
O NaCl aumenta o grau de dissociação das moléculas do corante. À medida que o número de íons corantes livres que se dissociam das ligações eletrostáticas aumenta, a quantidade adsorvida em superfícies/interfaces sólidas com carga reversa também aumenta (ÖZDEMİR; DOĞAN; ALKAN, 2006).

Para explorar o papel da força iônica na atividade de adsorção, foram utilizadas quatro concentrações diferentes (0, 0,01, 0,1 e 0,5 mol. l<sup>-1</sup>) de NaCl. Os experimentos foram realizados na concentração de corante ( $C_0$ ) de 30 ppm,

velocidade de 300 rpm, em solução de pH 2, a uma temperatura ambiente e um tempo de reação de 60 minutos.

Assim, através deste estudo, na Figura 33, verificamos que a capacidade de adsorção do Preto de Eriocromo aumenta à medida que a presença de sais aumenta na solução de corante.

**Figura 33** - Efeito da força iônica do corante Preto de Eriocromo.



Fonte: Próprio autor (2024).

De acordo com o gráfico acima, a superioridade do KCl frente ao NaCl decorre do menor raio de hidratação do  $K^+$ , o que resulta em uma menor restrição física à difusão do adsorvato. Essa característica reduz a interferência na interface adsorvente-adsorvato, facilitando a migração e a interação direta das moléculas de corante com os sítios ativos da membrana.

Dessa forma, podemos perceber que a membrana de PS/OG<sub>f</sub>/PPi caracterizada por sua capacidade de remover o corante preto de eriocromo mesmo em soluções com alta concentração de sais, possui uma superfície que é hidrofílica, fato que favorece o processo de remoção do corante de meios aquosos. Além disso, a versatilidade das membranas eletrofiadas permite a ampliação da implementação desse material resultante em tecnologias emergentes para dessalinização, como a dessalinização de corantes oriundos de indústrias têxteis. Portanto, temos um aspecto importante, pois novas tecnologias buscam materiais aprimorados para processos de purificação de águas salobras.

## 5.7 COMPARAÇÃO COM OUTROS MATERIAIS DA LITERATURA

Para avaliar a real viabilidade da membrana de PS/OG<sub>f</sub>/PPi na remoção do corante Preto de Eriocromo de efluentes aquosos, conduzimos um estudo comparativo abrangente com outros adsorventes já descritos na literatura, cujos resultados estão detalhados na Tabela 6.

**Tabela 6** – Comparação entre o Compósito PS/OG<sub>f</sub>/PPi com Adsorventes da Literatura.

Adsorvente	pH	q <sub>e,max</sub> (mg g <sup>-1</sup> )	Tempo de Equilíbrio (min)	Reutilização (ciclos)	Reference
PS/OG <sub>f</sub> /PPi	2	473.3	150	6	Esta tese
Biomassa de sementes de <i>Pithecellobium dulce</i>	5	126.9	40	7	KARISHMA, et al., 2024.
MOF de PET reciclado	2	82.5	90	-----	BOOL, et al., 2022.
CuFe LDH	2.5	250	60	4	ZUBAIR et al., 2021.
Biomassa de sementes de <i>Datura metel</i>	6	119.3	60	-----	ALI et al., 2022.
Carvão ativado	6	154.5	60	-----	ALI et al., 2022.

Fonte: Próprio autor, 2025.

A Tabela 6 apresenta um comparativo detalhado do desempenho de diversos adsorventes na remoção do corante EBT de soluções aquosas. O compósito PS/OG<sub>f</sub>/PPi se destaca como um adsorvente altamente competitivo, superando materiais como a biomassa de sementes de *Pithecellobium dulce* (126.9 mg g<sup>-1</sup>), MOF de PET reciclado (82.5 mg g<sup>-1</sup>), CuFe LDH (85,61 mg g<sup>-1</sup>), biomassa de sementes de *Datura metel* (119,3 mg g<sup>-1</sup>), e carvão ativado derivado de sementes de *Datura metel* (154,5 mg g<sup>-1</sup>).

Além de sua eficácia, o PS/OG<sub>f</sub>/PPi oferece a vantagem significativa de poder ser reutilizado por até 6 ciclos. Essa característica, somada ao seu desempenho superior, reforça sua viabilidade e o promissor potencial para aplicações práticas em processos de tratamento de efluentes.

Portanto, observando a superioridade consistentemente demonstrada em comparação com uma gama de outros adsorventes descritos na literatura, e sua notável capacidade de reutilização por até seis ciclos sem perda significativa de desempenho, o compósito PS/OG<sub>f</sub>/PPi não apenas valida de forma robusta sua viabilidade técnica e econômica para a remoção eficiente do corante EBT. Ele também se estabelece firmemente como uma solução de alto potencial prático e sustentável para desafios prementes no tratamento de efluentes aquosos, oferecendo um caminho promissor para aplicações em larga escala e contribuindo para práticas mais ambientalmente responsáveis.



## 6 CONCLUSÃO

Neste estudo, sintetizamos e caracterizamos com sucesso membranas de poliestireno (PS) produzidas por eletrofiação, funcionalizadas com óxido de grafeno ( $\text{OG}_f$ ) e polipirrol (PPI), para a remoção do corante Preto de Eriocromo T (EBT) de meios aquosos. Técnicas de caracterização, incluindo MEV, DRX, FTIR e espectroscopia UV-Vis, confirmaram a estrutura homogênea das fibras de PS produzidas por eletrofiação e a incorporação bem-sucedida de  $\text{OG}_f$  e PPI em suas superfícies.

Experimentos de adsorção demonstraram que a membrana PS/ $\text{OG}_f$ /PPI apresenta alta eficiência na remoção de EBT, com a capacidade máxima de adsorção ( $q_e$ ) de  $110 \text{ mg g}^{-1}$  alcançada a pH 2 e temperatura ambiente, atingindo o equilíbrio em 150 minutos. A modelagem cinética indicou que o modelo de pseudo-segunda ordem (PSO) descreveu melhor o mecanismo de adsorção, enquanto os estudos de isotermas mostraram maior concordância com o modelo de Langmuir, sugerindo um processo de adsorção em monocamada em uma superfície homogênea.

Análises termodinâmicas confirmaram que o processo de adsorção é endotérmico e espontâneo, com a maior capacidade de adsorção de  $473,3 \text{ mg g}^{-1}$  observada a 333 K. Estudos de reutilização demonstraram que a membrana PS/ $\text{OG}_f$ /PPI manteve a eficiência de adsorção por pelo menos seis ciclos de adsorção/dessorção, indicando boa estabilidade química. Além disso, a eficiência de adsorção aumentou na presença de NaCl e KCl, destacando o potencial deste material para aplicações em tratamento de águas residuais reais.

Esses resultados demonstram que as membranas PS/ $\text{OG}_f$ /PPI são adsorventes promissoras, eficientes e reutilizáveis para a remoção de corantes aniônicos, oferecendo uma alternativa sustentável para o tratamento de águas residuais e remediação ambiental.

## 7 PERSPECTIVAS

Na perspectiva de continuidade deste trabalho, destaca-se a necessidade de aplicar o processo desenvolvido em efluentes reais, a fim de avaliar sua eficiência em condições mais representativas do ambiente industrial. A integração com ferramentas de modelagem computacional, voltadas à previsão de interações entre os componentes do sistema, pode contribuir significativamente para a otimização do desempenho e viabilizar a transição da escala laboratorial para a escala industrial. Adicionalmente, recomenda-se a investigação da seletividade das membranas frente a diferentes classes de corantes, bem como a aplicação do mesmo aditivo (óxido de grafeno funcionalizado com APTES) em distintas matrizes poliméricas, visando à obtenção de novos compósitos com propriedades aprimoradas.

## REFERÊNCIAS

ABDI, Jafar *et al.* Synthesis of metal-organic framework hybrid nanocomposites based on GO and CNT with high adsorption capacity for dye removal. **Chemical Engineering Journal**, v. 326, p. 1145-1158, 2017.

ADPEKAR, Poornima D. *et al.* Electrospun nanofibres and their biomedical applications. **Research Journal of Pharmacy and Technology**, v. 13, n. 11, p. 5569-5575, 2020.

DE AGUIAR, Maurício F. *et al.* Polypyrrole-coated electrospun polystyrene films as humidity sensors. **Talanta**, v. 234, p. 122636, 2021.

AGORKU, Eric Selorm *et al.* Core-shell V2O5-Gum ghatti grafted poly (acrylamide-co-methacrylic acid) adsorbent for the removal of methylene blue dye in water: Kinetic, equilibrium and thermodynamic studies. **Next Sustainability**, v. 5, p. 100069, 2025.

AHMAD, Sajid; HAMMAD, Raheel; RUBAB, Seemin. Gamma Radiation-Induced Synthesis of Polyaniline-Based Nanoparticles/Nanocomposites: S. Ahmad *et al.* **Journal of Electronic Materials**, v. 51, n. 10, p. 5550-5567, 2022.

AHAMAD, K. U. *et al.* Equilibrium and kinetics modeling of fluoride adsorption onto activated alumina, alum and brick powder. **Groundwater for Sustainable Development**, v. 7, p. 452-458, 2018.

AKHOUY, Ghizlane *et al.* Recent applications on biopolymers electrospinning: Strategies, challenges and way forwards. **Polymer-Plastics Technology and Materials**, v. 62, n. 13, p. 1754-1775, 2023.

ALATEAH, Ali H. Graphene concrete: Recent advances in production methods, performance properties, environmental impact and economic viability. **Case Studies in Construction Materials**, v. 19, p. e02653, 2023.

ALGARADAH, Mohammed M. MXene-based adsorbent materials for pollutants

removal from water: Current challenges and future prospects. **Inorganic Chemistry Communications**, v. 161, p. 112113, 2024.

ANSARI, Mohd Omaish *et al.* Facile strategy for the synthesis of non-covalently bonded and para-toluene sulfonic acid-functionalized fibrous polyaniline@graphene–PVC nanocomposite for the removal of Congo red. **New Journal of Chemistry**, v. 39, n. 9, p. 7004-7011, 2015.

ATEH, D. D.; NAVSARIA, H. A.; VADGAMA, P. Polypyrrole-based conducting polymers and interactions with biological tissues. **Journal of the royal society interface**, v. 3, n. 11, p. 741-752, 2006.

BAIG, Nadeem *et al.* Designing of nanotextured inorganic-organic hybrid PVDF membrane for efficient separation of the oil-in-water emulsions. **Chemosphere**, v. 308, p. 136531, 2022.

BANSAL, Megha; PATNALA, Prem Kishore; DUGMORE, Tom. Adsorption of Eriochrome Black-T (EBT) using tea waste as a low cost adsorbent by batch studies: A green approach for dye effluent treatments. **Current Research in Green and Sustainable Chemistry**, v. 3, p. 100036, 2020.

BARAI, Divya P. *et al.* Performance evaluation of existing and advanced processes for remediation of microplastics: A comprehensive review. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, p. 116194, 2025.

BARATTA, Mariafrancesca *et al.* Carbon nanotubes buckypapers: A new frontier in wastewater treatment technology. **Science of The Total Environment**, v. 924, p. 171578, 2024.

BAYRAM, Tuba; BUCAK, Serap; OZTURK, Dilara. BR13 dye removal using sodium dodecyl sulfate modified montmorillonite: Equilibrium, thermodynamic, kinetic and reusability studies. **Chemical Engineering and Processing-Process Intensification**, v. 158, p. 108186, 2020.

BEDOUI, A. *et al.* Comparative study of Eriochrome black T treatment by BDD-anodic oxidation and Fenton process. **Chemical Engineering Journal**, v. 146,

n. 1, p. 98-104, 2009.

BERNARDO, Marcela Piassi et al. Processamento e aplicação de biomateriais poliméricos: avanços recentes e perspectivas. **Química Nova**, v. 44, p. 1311-1327, 2021.

BERTHOMIEU, Catherine; HIENERWADEL, Rainer. Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. **Photosynthesis research**, v. 101, n. 2, p. 157-170, 2009.

BISWAS, S. Smita et al. Deciphering the role of amine in amino silane-functionalized Pd/rGO catalyst for formic acid decomposition at room temperature. **Bulletin of Materials Science**, v. 43, n. 1, p. 302, 2020.

BORONAT, C. et al. Effects of UVC irradiation on polystyrene for healthcare packaging: Study by FTIR and Raman spectroscopy with thermoluminescence. **Polymer Degradation and Stability**, v. 222, 1 abr. 2024.

BRANDAO, Winnie Q. et al. Carboxymethylcellulose magnetic composite for adsorptive removal of cationic toluidine blue dye. **Materials Chemistry and Physics**, v. 303, p. 127782, 2023.

BRANDÃO, Winnie Queiroz. **Membranas compósitas de poliestireno/polianilina para a extração de DNA de meios aquosos**. 2016. Dissertação (Mestrado em Física) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2016.

BU, Jiaqi et al. Enhanced removal of Eriochrome Black T in wastewater by zirconium-based MOF/graphene oxide. **Canadian Journal of Chemistry**, v. 98, n. 2, p. 90-97, 2020.

BURRATTI, Luca et al. Metal nanostructures in polymeric matrices for optical detection and removal of heavy metal ions, pesticides and dyes from water. **Chemosphere**, p. 142636, 2024.

BUSCH, Richard et al. Sample preparation for analytical scanning electron microscopy using initial notch sectioning. **Micron**, v. 150, p. 103090, 2021.

CANEVAROLO JR, Sebastião V. Ciência dos polímeros. **Artiber editora, São**

**Paulo**, v. 24, p. 18, 2002.

CANEVAROLO JR, Sebastião V. *et al.* Técnicas de caracterização de polímeros. **Artliber, São Paulo**, v. 430, n. 2004, 2004.

CARTER, J. Barrett *et al.* HUM: A review of hydrochemical analysis using ultraviolet-visible absorption spectroscopy and machine learning. **Science of The Total Environment**, v. 901, p. 165826, 2023.

CHALA, Tolesa Fita *et al.* Melt electrospun reduced tungsten oxide/polylactic acid fiber membranes as a photothermal material for light-driven interfacial water evaporation. **ACS applied materials & interfaces**, v. 10, n. 34, p. 28955-28962, 2018.

CHEN, Xinyu *et al.* Isotherm models for adsorption of heavy metals from water-a review. **Chemosphere**, v. 307, p. 135545, 2022.

CHITTE, Hemant K.; DALVI, Mahesh. Síntese e Estudo Estrutural de Polipirrol Preparado por Diferentes Rotas Utilizando Permanganato de Potássio (KMnO<sub>4</sub>) como Oxidante. **Journal of Scientific Research** , v. 65, n. 6, 2021.

ÇITAK, Alime; YARBAŞ, Tuğba. Using contact angle measurement technique for determination of the surface free energy of B-SBA-15-x materials. **International Journal of Adhesion and Adhesives**, v. 112, p. 103024, 2022.

COSTA, Tamires Cristina *et al.* Evaluation of the technical and environmental feasibility of adsorption process to remove water soluble organics from produced water: A review. **Journal of Petroleum Science and Engineering**, v. 208, p. 109360, 2022.

DA ROCHA, Hérica D. *et al.* Use of PMMA/(rice husk ash)/polypyrrole membranes for the removal of dyes and heavy metal ions. **Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers**, v. 110, p. 8-20, 2020.

DAS, Soumyajit; CHERWOO, Lubhan; SINGH, Ravinder. Decoding dye degradation: Microbial remediation of textile industry effluents. **Biotechnology Notes**, v. 4, p. 64-76, 2023.

DE AGUIAR, Maurício F. et al. Use of a Luffa cylindrica/polypyrrole composite for removing dyes from aqueous media. **Polymer International**, v. 72, n. 12, p. 1112-1121, 2023.

DE, Bibekananda *et al.* A comprehensive review on fiber-reinforced polymer composites: Raw materials to applications, recycling, and waste management. **Progress in Materials Science**, p. 101326, 2024.

DE ALMEIDA, Yslaine Andrade; DE FATIMA GIMENEZ, Iara. Avanços recentes em hidrogéis condutores à base de polipirrol: uma breve revisão. **Revista Virtual de Química**, v. 14, n. 4, 2022.

DE SOUZA, José Everton Soares *et al.* Membranas de nanocompósitos poliméricos com óxido de zinco para o tratamento de efluentes: Revisão de literatura. **Research, Society and Development**, v. 10, n. 8, p. e46510817402-e46510817402, 2021.

DHACHANAMOORTHY, N. *et al.* Effective move of Polypyrrole/TiO<sub>2</sub> hybrid nanocomposites on removal of methylene blue dye by photocatalytic activity. **Chemical Physics Impact**, v. 9, p. 100723, 2024.

DHIMAN, Gargi *et al.* Electrochemical performance of a symmetric supercapacitor device designed using laser-produced multilayer graphene. **New Carbon Materials**, v. 39, n. 6, p. 1128-1143, 2024.

DHUMAL, Pratik *et al.* One pot synthesis of polymer–clay based composite for effective dye removal application. **Materials Science and Engineering: B**, v. 313, p. 117982, 2025.

DONG, Dazhuang *et al.* Comprehensive understanding of the aging and biodegradation of polystyrene-based plastics. **Environmental Pollution**, v. 342, p. 123034, 2024.

DUTTA, Kousik; DE, S. K. Transport and optical properties of SiO<sub>2</sub>–polypyrrole nanocomposites. **Solid state communications**, v. 140, n. 3-4, p. 167-171, 2006.

DUTTA, Sohini *et al.* Contamination of textile dyes in aquatic environment: Adverse impacts on aquatic ecosystem and human health, and its management using

bioremediation. **Journal of Environmental Management**, v. 353, p. 120103, 2024.

ESKANDARI, Effat *et al.* A review on polyaniline-based materials applications in heavy metals removal and catalytic processes. **Separation and Purification Technology**, v. 231, p. 115901, 2020.

FANG, Chenxin *et al.* Research progress on conductive polymer actuators: Mechanisms, performance improvement, and applications. **Materials Today Communications**, p. 110828, 2024.

DE FARIAS *et al.* Electrospun polystyrene/graphene oxide fibers applied to the remediation of dye wastewater. **Materials Chemistry and Physics**, v. 276, p. 125356, 2022.

GAO, Xianglin *et al.* Bioelectronic applications of intrinsically conductive polymers. **Advanced Electronic Materials**, v. 9, n. 10, p. 2300082, 2023.

GHANBARI, Roham; ZARE, Ehsan Nazarzadeh. Engineered MXene-polymer composites for water remediation: promises, challenges and future perspective. **Coordination Chemistry Reviews**, v. 518, p. 216089, 2024.

GALLETI, Silvia Regina. Introdução a microscopia eletrônica. **Biológico, São Paulo**, v. 65, n. 1/2, p. 33-35, 2003.

GAUTAM, Bhaskarchand *et al.* A viable approach for polymer upcycling of polystyrene (styrofoam) wastes to produce high value predetermined organic compounds. **Polymer Degradation and Stability**, v. 217, p. 110528, 2023.

GILBERTO, Thales J. *et al.* Hybrid materials based on bentonite functionalized with amine groups via the hydrolytic sol-gel method. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 27, p. 933-940, 2016.

GIMBERT, Frédéric *et al.* Adsorption isotherm models for dye removal by cationized starch-based material in a single component system: error analysis. **Journal of hazardous materials**, v. 157, n. 1, p. 34-46, 2008.

GNIADEK, Marianna *et al.* Influence of nanostructural additives on the properties of



polypyrrole-based composites. **Journal of Electroanalytical Chemistry**, v. 938, p. 117409, 2023.

GOLBA, Sylwia; LOSKOT, Jan. The alphabet of nanostructured polypyrrole. **Materials**, v. 16, n. 22, p. 7069, 2023.

GOLBA, Sylwia; JUREK-SULIGA, Justyna. Evaluation of polypyrrole as a functional sorbent for water treatment technologies. **Applied Sciences**, v. 15, n. 16, p. 9153, 2025.

GUO, Xin *et al.* Doping engineering of conductive polymers and their application in physical sensors for healthcare monitoring. **Macromolecular Rapid Communications**, v. 45, n. 1, p. 2300246, 2024.

GUPTA, Susmita Sen; BHATTACHARYYA, Krishna G. Kinetics of adsorption of metal ions on inorganic materials: a review. **Advances in colloid and interface science**, v. 162, n. 1-2, p. 39-58, 2011.

GURSU, Hurmus *et al.* Polypyrrole doped graphene nanocomposites as advanced positive electrodes for vanadium redox flow battery. **Journal of Materials Science: Materials in Electronics**, v. 33, n. 18, p. 14754-14771, 2022.

HAMEED, Muhammad Usman *et al.* Recent progress in biomass polymer based hydrogel membranes for adsorption and photocatalytic pollutants removal: fabrication, challenges and future perspectives. **Desalination**, p. 119216, 2025.

HAN, Weisen *et al.* A review: current status and emerging developments on natural polymer-based electrospun fibers. **Macromolecular Rapid Communications**, v. 43, n. 21, p. 2200456, 2022.

HO, Yuh-Shan; MCKAY, Gordon. Pseudo-second order model for sorption processes. **Process biochemistry**, v. 34, n. 5, p. 451-465, 1999.

HO, Y. S.; PORTER, J. F.; MCKAY, G. Equilibrium isotherm studies for the sorption of divalent metal ions onto peat: copper, nickel and lead single component systems. **Water, air, and soil pollution**, v. 141, n. 1, p. 1-33, 2002.

HOLME, Ian. Sir William Henry Perkin: a review of his life, work and legacy. **Coloration Technology**, v. 122, n. 5, p. 235-251, 2006.

IWUOZOR, Kingsley O. *et al.* An overview of equilibrium, kinetic and thermodynamic studies for the sequestration of Maxilon dyes. **Cleaner Materials**, v. 6, p. 100148, 2022.

IDUMAH, Christopher Igwe. Novel trends in conductive polymeric nanocomposites, and bionanocomposites. **Synthetic Metals**, v. 273, p. 116674, 2021.

INGRASSIA, Estefanía B. *et al.* When the use of derived wastes and effluents treatment is part of a responsible industrial production: A review. **Chemical Engineering and Processing-Process Intensification**, v. 201, p. 109826, 2024.

JANUÁRIO, Eduarda Freitas Diogo *et al.* Advanced graphene oxide-based membranes as a potential alternative for dyes removal: A review. **Science of the Total Environment**, v. 789, p. 147957, 2021.

JING, Shengyu *et al.* Rechargeable non-aqueous lithium-O<sub>2</sub> batteries: Novel bimetallic (Ni-Cu) conductive coordination polymer cathodes. **Journal of Energy Storage**, v. 66, p. 107331, 2023.

JULIUS, Angeline; MALAKONDAIAH, Suresh; POTHIREDDY, Raghu Babu. Polymer and Nanocomposite Fillers as Advanced Materials in Biomedical Applications. **Nano Trends**, p. 100087, 2025.

Junges, C. H., Guerra, C. C., Reis, N. A. P. C., Gomes, A. A., Diogo, F. S., & Ferrão, M. F. (2022). Grape juice classification with respect agricultural production system by means of visible spectroscopy chemometrics assisted. **Journal of Food Composition and Analysis**, 114. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2022.104793>

JUNIOR, Bassam Bachour *et al.* Optimizing gold nanoparticles for thin film formation: insights into synthesis and surface functionalization with APTES. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, p. 137180, 2025.

KAMENICKÁ, Barbora; KUČTOVÁ, Gabriela. Critical review on electrooxidation and chemical reduction of azo dyes: economic approach. **Chemosphere**, v. 363, p.

142799, 2024.

KAUR, Yesbinder *et al.* Adsorptive removal of eriochrome black T (EBT) dye by using surface active low cost zinc oxide nanoparticles: A comparative overview. **Chemosphere**, v. 278, p. 130366, 2021.

KHAN, Ziya A. *et al.* Adsorption of anionic dyes onto 1, 5-Diphenylcarbazine functionalized magnetic hybrid polymer: Impact of water salinity and surfactants on adsorption isotherms. **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, v. 131, p. 569-584, 2024.

KHALEQUE, Abdul; ALY, Mohamed Aly Saad; KHAN, Zaved Hossain. Chemical and electrochemical synthesis of doped conducting polymers and their application in supercapacitors: An overview. **Chemical Engineering Journal**, p. 160444, 2025.

KORDBACHEH, Faegheh; HEIDARI, Golnaz. Water pollutants and approaches for their removal. **Materials Chemistry Horizons**, v. 2, n. 2, p. 139-153, 2023.

KUMAR, Vikalp; ANWAR, Shehwaz; PRABHU, S. Vijay. A Discussion On Physiochemical And Biomediated Removal Approaches Of Dyes From Textile Effluents: A Review. **IJCRT**, v. 12, n. 2, p. 62-75, 2024.

KUMARI, Harita *et al.* A review on photocatalysis used for wastewater treatment: dye degradation. **Water, Air, & Soil Pollution**, v. 234, n. 6, p. 349, 2023.

LEAL, Andressa Nathally Rocha. **Uso da membrana de poliacrilonitrila-polipirrol-polianilina para a remoção do corante Remazol Black B: estudo de adsorção, dessorção, cinético e termodinâmica.** 2021. 150 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2021.

LEAL, Andressa NR *et al.* Use of hybrid polyacrylonitrile/polypyrrole/polyaniline nonwoven mats for removal of the Remazol Black B dye. **Materials Chemistry and Physics**, v. 310, p. 128447, 2023.

LEE, Jae Y. *et al.* Polypyrrole-coated electrospun PLGA nanofibers for neural tissue applications. **Biomaterials**, v. 30, n. 26, p. 4325-4335, 2009.

LIANG, Yuchen *et al.* Molecular layer deposition of APTES on silicon nanowire biosensors: Surface characterization, stability and pH response. **Applied surface science**, v. 322, p. 202-208, 2014.

LIM, Yeon-Su; KIM, Jin-Hyun. Isotherm, kinetic and thermodynamic studies on the adsorption of 13-dehydroxybaccatin III from *Taxus chinensis* onto Sylopute. **The Journal of Chemical Thermodynamics**, v. 115, p. 261-268, 2017.

LOH, Kian Ping *et al.* Graphene oxide as a chemically tunable platform for optical applications. **Nature chemistry**, v. 2, n. 12, p. 1015-1024, 2010.

MACDIARMID, Alan G. "Synthetic metals": a novel role for organic polymers (Nobel lecture). **Angewandte Chemie International Edition**, v. 40, n. 14, p. 2581-2590, 2001.

MALIK, Akhtar Hussain *et al.* A short review article on conjugated polymers. **Journal of Polymer Research**, v. 30, n. 3, p. 115, 2023.

MEGHDADIAN, Mozhdeh; MAHMOODI, Niyaz Mohammad. Dual-functional materials (catalysts and adsorbents) as innovative and sustainable pathways toward combined healthcare (antibacterial, antifungal, antiviral, antioxidant, and anticancer properties) and water pollution remediation. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, p. 117718, 2025.

MELO, Celso Pinto de. Polímeros condutores. *Ciência Hoje*, v.6, n.36,p. 40-47, 1987.

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

OLIVEIRA, Livia Barcelos de; CALADO, Claudinei Rezende. Reciclagem de resíduos de poliestireno expandido e suas aplicações: uma mini revisão. **Revista Brasileira de Gestao Ambiental e Sustentabilidade**, v. 11, n. 29, p. 1535-1541, 2024.

ORTS MERCADILLO, Vicente *et al.* Electrically conductive 2D material coatings for flexible and stretchable electronics: a comparative review of graphenes and MXenes. **Advanced Functional Materials**, v. 32, n. 38, p. 2204772, 2022.

MOUSSOUT, Hamou *et al.* Critical of linear and nonlinear equations of pseudo-first order and pseudo-second order kinetic models. **Karbala International Journal of Modern Science**, v. 4, n. 2, p. 244-254, 2018.

NACHIYAR, C. Valli *et al.* Developments in treatment technologies of dye-containing effluent: A review. **Case Studies in Chemical and Environmental Engineering**, v. 7, p. 100339, 2023.

NAMSHEER, K.; ROUT, Chandra Sekhar. Conducting polymers: a comprehensive review on recent advances in synthesis, properties and applications. **RSC advances**, v. 11, n. 10, p. 5659-5697, 2021.

NASSAR, E. J.; MESSADEQ, Y.; RIBEIRO, S. J. L. Influência da catálise ácida e básica na preparação da sílica funcionalizada pelo método sol-gel. **Química Nova**, v. 25, n. 1, p. 27-31, 2002.

NG, Law Yong; CHUA, Hoey Syean; NG, Ching Yin. Incorporation of graphene oxide-based nanocomposite in the polymeric membrane for water and wastewater treatment: A review on recent development. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 9, n. 5, p. 105994, 2021.

NIRANJANA, Vadakkaveedu Subramanian *et al.* Emerging Trends in Silane-Modified Nanomaterial–Polymer Nanocomposites for Energy Harvesting Applications. **Polymers**, v. 17, n. 10, p. 1416, 2025.

NUNES FILHO, F. G. *et al.* Híbridos de grafeno/montmorillonita e óxido de grafeno/montmorillonita como nanomateriais funcionais: uma visão da literatura atual. **Cerâmica**, v. 67, n. 382, p. 210-229, 2021.

OLONISAKIN, Kehinde *et al.* Recent advances in biodegradable polymer blends and their biocomposites: a comprehensive review. **Green Chemistry**, v. 27, n. 38, p. 11656-11704, 2025.

ÖZDEMİR, Yasemin; DOĞAN, Mehmet; ALKAN, Mahir. Adsorption of cationic dyes from aqueous solutions by sepiolite. **Microporous and Mesoporous Materials**, v. 96, n. 1-3, p. 419-427, 2006.

PARIDA, S. K. *et al.* Introduction of Polymers and Polymer Composites: Basic Fundamentals. In: **Polymer Composites: Fundamentals and Applications**. Singapore: Springer Nature Singapore, p. 1-37, 2024.

PATERNO, Leonardo Giordano; MATTOSO, Luiz Henrique Capparelli; OLIVEIRA JR, Osvaldo Novais de. Ultrathin polymer films produced by the self-assembly technique: Preparation, properties and applications. **Quimica Nova**, v. 24, p. 228-235, 2001.

PERIYASAMY, Aravin Prince. Recent advances in the remediation of textile-dye-containing wastewater: prioritizing human health and sustainable wastewater treatment. **Sustainability**, v. 16, n. 2, p. 495, 2024.

PETIT, Tristan; PUSKAR, Ljiljana. FTIR spectroscopy of nanodiamonds: Methods and interpretation. **Diamond and Related Materials**, v. 89, p. 52-66, 2018.

PODDAR, Akhil K.; PATEL, Siddharth S.; PATEL, Hitesh D. Synthesis, characterization and applications of conductive polymers: A brief review. **Polymers for Advanced Technologies**, v. 32, n. 12, p. 4616-4641, 2021.

POLITANO, A. *et al.* Vibrational spectroscopy and theory of alkali metal adsorption and co-adsorption on single-crystal surfaces. **Surface science reports**, v. 68, n. 3-4, p. 305-389, 2013.

PUNNAKKAL, Vrinda S.; ANILA, E. I. Polypyrrole/silver/graphene ternary nanocomposite synthesis and study on photocatalytic property in degrading Congo red dye under visible light. **Surfaces and Interfaces**, v. 42, p. 103342, 2023.

RACHID, Youssef *et al.* Adsorption of synthetic cationic dyes from water (experimental, DFT and Monte Carlo studies) and treatment of real industrial wastewater using dextrose compound-modified layered double hydroxide. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 194, p. 1605-1624, 2025.

RANGABHASHIYAM, S. *et al.* Significance of exploiting non-living biomaterials for the biosorption of wastewater pollutants. **World Journal of Microbiology and Biotechnology**, v. 30, n. 6, p. 1669-1689, 2014.

ROCHA, Vanessa Vilela *et al.* Theoretical review on the potential of graphene oxide

addition in cementitious materials. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 26, p. e13002, 2021.

ROHLAND, Philip *et al.* Redox-active polymers: the magic key towards energy storage—a polymer design guideline progress in polymer science. **Progress in Polymer Science**, v. 125, p. 101474, 2022.

ROSLI, Nur Ayshah; AHMAD, Mohd Azmier; NOH, Teh Ubaidah. Regeneration and mass transfer simulation for remazol brilliant violet dye adsorption by pineapple peel-based adsorbent. **Journal of Engineering Research**, 2024.

RUTHVEN, Douglas M. **Principles of adsorption and adsorption processes**. John Wiley & Sons, 1984.

SAHOO, Jitendra Kumar *et al.* Funcionalização de superfície de óxido de grafeno usando nanocompósito magnético de aminosilano para remoção de cromo (VI) e tratamento bacteriano. **Nano Express**, v. 1, n. 1, p. 010062, 2020.

SAHU, Abhispa; POLER, Jordan C. Removal and degradation of dyes from textile industry wastewater: Benchmarking recent advancements, toxicity assessment and cost analysis of treatment processes. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, p. 113754, 2024.

SAMSAMI, Shakiba *et al.* Recent advances in the treatment of dye-containing wastewater from textile industries: Overview and perspectives. **Process safety and environmental protection**, v. 143, p. 138-163, 2020.

SCAFFARO, Roberto; MAIO, Andrea; GAMMINO, Michele. Electrospun polymeric nanohybrids with outstanding pollutants adsorption and electroactivity for water treatment and sensing devices. **Advanced Composites and Hybrid Materials**, v. 7, n. 1, p. 13, 2024.

SARKAR, Angita *et al.* Efficiency of montmorillonite-based materials as adsorbents in dye removal for wastewater treatment. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 12, n. 3, p. 112519, 2024.

SELVI, S. Kalai; ESWARAMURTHI, M. Treatment of textile dyeing wastewater using a low-cost adsorbent. **Materials Today: Proceedings**, 2023.

SERODRE, Tiago *et al.* Surface silanization of graphene oxide under mild reaction conditions. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 30, p. 2488-2499, 2019.

SCHAULET, Nicolas Souza; RIBEIRO, Vinicius Gadis; DE JACQUES, Jocelise Jacques. Polymers and sustainability: overview of the use of convencional and biodegradable polymers: polímeros e sustentabilidade: visão geral do uso de polímeros convencionais e biodegradáveis. **MIX Sustentável**, v. 10, n. 4, p. 113-125, 2024.

SCHUSTER, Jonathan M.; SCHVEZOV, Carlos E.; ROSENBERGER, Mario R. Construction and calibration of a goniometer to measure contact angles and calculate the surface free energy in solids with uncertainty analysis. **International Journal of Adhesion and Adhesives**, v. 87, p. 205-215, 2018.

SHAH, Anwar Ul Haq Ali *et al.* Reduced graphene oxide/poly (pyrrole-co-thiophene) hybrid composite materials: Synthesis, characterization, and supercapacitive properties. **Polymers**, v. 12, n. 5, p. 1110, 2020.

SHAKIBA, Mohamadreza *et al.* Advanced nanofibers for water treatment: Unveiling the potential of electrospun polyacrylonitrile membranes. **Environmental Research**, p. 121403, 2025.

SHINDE, Rohit Shankar *et al.* Study of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> and Cu<sup>2+</sup> doped modified Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nano catalyst for photocatalytic degradation of methylene blue and eriochrome black-T dyes: synthesis, characterization, and antimicrobial assessment. **Inorganic Chemistry Communications**, v. 170, p. 113206, 2024.

SIDDIQUI, Shahida Anusha *et al.* Polystyrene microplastic particles in the food chain: Characteristics and toxicity-A review. **Science of the Total Environment**, v. 892, p. 164531, 2023.

SINGH, Gajendra B. *et al.* Azo dye bioremediation: An interdisciplinary path to sustainable fashion. **Environmental Technology & Innovation**, p. 103832, 2024.

SILVA, Emilly C.; SOARES, Victória R.; FAJARDO, André R. Removal of pharmaceuticals from aqueous medium by alginate/polypyrrole/ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> beads via



magnetic field enhanced adsorption. **Chemosphere**, v. 316, p. 137734, 2023.

SILVA, João; OLIVEIRA, Mariana; COSTA, Ricardo. Efeitos de campos eletromagnéticos de micro-ondas em polímeros: uma abordagem das propriedades de transporte. **Revista Brasileira de Materiais Avançados**, São Paulo, v. 29, n. 2, p. 155–168, 2024.

SPINACÉ, Márcia Aparecida da Silva; DE PAOLI, Marco Aurelio. A tecnologia da reciclagem de polímeros. **Química nova**, v. 28, p. 65-72, 2005.

SONIKA *et al.* Conducting polymer nanocomposite for energy storage and energy harvesting systems. **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2022, n. 1, p. 2266899, 2022.

SRINIVASAN, P. *et al.* Adsorption isotherm and kinetic study of Direct Orange 102 dyes on TNJ activated carbon. **Materials Today: Proceedings**, v. 34, p. 389-394, 2021.

STEJSKAL, Jaroslav. Recent advances in the removal of organic dyes from aqueous media with conducting polymers, polyaniline and polypyrrole, and their composites. **Polymers**, v. 14, n. 19, p. 4243, 2022.

STEJSKAL, Jaroslav. Interaction of conducting polymers, polyaniline and polypyrrole, with organic dyes: polymer morphology control, dye adsorption and photocatalytic decomposition. **Chemical Papers**, v. 74, n. 1, p. 1-54, 2020.

SUMDANI, Md Gulam *et al.* Recent advancements in synthesis, properties, and applications of conductive polymers for electrochemical energy storage devices: A review. **Polymer Engineering & Science**, v. 62, n. 2, p. 269-303, 2022.

SUN, Kaipeng *et al.* A review on conductive polymers-modified TiO<sub>2</sub> photocatalyst for environmental remediation. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, p. 116518, 2025.

SUN, Zhe *et al.* Confining FeNi nanoparticles in biomass-derived carbon for effectively photo-Fenton catalytic reaction for polluted water treatment. **Advanced Composites and Hybrid Materials**, v. 5, n. 2, p. 1566-1581, 2022.

THANIGAIVEL, S. *et al.* Sustainable applicability and environmental impact of wastewater treatment by emerging nanobiotechnological approach: Future strategy for efficient removal of contaminants and water purification. **Sustainable Energy Technologies and Assessments**, v. 53, p. 102484, 2022.

UMEH, Odera R. *et al.* A review of the sidelined pollutant: Reviving the fight against heavy metal contamination in an era of emerging contaminants. **Toxicology Reports**, p. 102073, 2025.

VALIEY, Ehsan; DEKAMIN, Mohammad G.; BONDARIAN, Shirin. Sulfamic acid grafted to cross-linked chitosan by dendritic units: A bio-based, highly efficient and heterogeneous organocatalyst for green synthesis of 2, 3-dihydroquinazoline derivatives. **RSC advances**, v. 13, n. 1, p. 320-334, 2023.

VASISTHA, Shrasti *et al.* Current advances in microalgae harvesting and lipid extraction processes for improved biodiesel production: A review. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 137, p. 110498, 2021.

XAVIER, Paulo Henrique. **Preparação de Cerâmicas Nanoestruturadas de  $\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$  para Aplicação em Dispositivos Termoelétricos**. 2018. 61 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade Federal de Alfenas, Alfenas, 2018.

ZHAN, Meiqiu *et al.* Pesquisa em Óxido de Grafeno: Desenvolvimentos Atuais e Direções Futuras. **Nanomaterials**, v. 15, n. 7, p. 507, 2025.

ZARE, Ehsan Nazarzadeh; MOTAHARI, Ahmad; SILLANPÄÄ, Mika. Nanoadsorbents based on conducting polymer nanocomposites with main focus on polyaniline and its derivatives for removal of heavy metal ions/dyes: a review. **Environmental research**, v. 162, p. 173-195, 2018.

ZAREI, Maryam *et al.* Fabrication and characterization of conductive polypyrrole/chitosan/collagen electrospun nanofiber scaffold for tissue engineering application. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 168, p. 175-186, 2021.

ZHU, Xiufang *et al.* Graphene/polyacrylamide interpenetrating structure hydrogels for wastewater treatment. **Advanced Composites and Hybrid Materials**, v. 6, n. 5, p. 169, 2023.

WAGHCHAURE, Ravindra H.; ADOLE, Vishnu A.; JAGDALE, Bapu S. Photocatalytic degradation of methylene blue, rhodamine B, methyl orange and Eriochrome black T dyes by modified ZnO nanocatalysts: A concise review. **Inorganic Chemistry Communications**, v. 143, p. 109764, 2022.

WANG, Jingwen *et al.* A new polymer donor enables binary all-polymer organic photovoltaic cells with 18% efficiency and excellent mechanical robustness. **Advanced Materials**, v. 34, n. 35, p. 2205009, 2022.

WANG, Qiuwen *et al.* Recent advances in flexible high polymer-based self-powered systems for energy conversion. **Materials Today Chemistry**, v. 42, p. 102384, 2024.

WEN, Xian *et al.* Refinamento do diâmetro de nanofibras eletrofiadas: do mecanismo e das estratégias às aplicações. **Advanced Fiber Materials**, v. 4, n. 2, p. 145-161, 2022.

WU, Feng-Chin *et al.* Characteristics of pseudo-second-order kinetic model for liquid-phase adsorption: A mini-review. **Chemical Engineering Journal**, v. 151, n. 1-3, p. 1-9, 2009.

IYER, Nandini V. *et al.* Contemporary advances in metal oxide doped polypyrrole composites: a comprehensive review. **International Journal of Nanoscience and Nanotechnology**, v. 20, n. 2, p. 143-159, 2024.

# APÊNDICE A – PRODUÇÃO BIBLIOGRÁFICA

## • Artigos científicos publicados

*Materials Research*, 2025; 28(suppl. 1): e20250231  
DOI: <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2025-0231>



### Advanced Adsorbent Materials: Electrospun PS/fGO/PPy Membranes for Efficient Dye Removal from Aqueous Media

Lúcio F. M. Cavalcanti<sup>a</sup>, Winnie Q. Brandão<sup>b</sup>, Andressa N. R. Leal<sup>c</sup>, Maurício F. de Aguiar<sup>d</sup>,  
Etelino F. de Melo<sup>d</sup>, Celso P. de Melo<sup>e</sup>, Joanna E. K. Barros<sup>f</sup>,  
Lucas R. de Oliveira<sup>g</sup>, Bráulio S. Barros<sup>h</sup>, Kleber G. B. Alves<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup>Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Engenharia Mecânica, Av. da Arquitetura, Cidade Universitária, 50740-550, Recife, PE, Brasil.

<sup>b</sup>Universidade Federal de Pernambuco, Programa de Pós-Graduação em Ciência de Materiais, 50670-901, Recife, PE, Brasil.

<sup>c</sup>Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Engenharia Química, 50670-901, Recife, PE, Brasil.

<sup>d</sup>Instituto Federal de Pernambuco, 55600-000, Vitória de Santo Antão, PE, Brasil.

<sup>e</sup>Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Física, Av. Jornalista Aníbal Fernandes, Cidade Universitária, 50740-560, Recife, PE, Brasil.

<sup>f</sup>Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Química Fundamental, Av. da Arquitetura, Cidade Universitária, 50740-550, Recife, PE, Brasil.

Received: January 31, 2025; Revised: June 03, 2025; Accepted: June 29, 2025

We synthesized and characterized electrospun polystyrene (PS) membranes functionalized with graphene oxide (fGO) and polypyrrole (PPy) for the removal of Eriochrome Black T (EBT) dye from aqueous media. The membranes were prepared via electrospinning, followed by air plasma treatment to improve hydrophilicity, enabling uniform coating with fGO and in situ polymerized PPy. Characterization using SEM, XRD, FTIR, and UV-Vis spectroscopy confirmed the successful incorporation of fGO and PPy. Adsorption experiments evaluated the effects of pH, interaction time, dye concentration, temperature, and ionic strength. The highest adsorption capacity ( $q_s$ ) of 110 mg g<sup>-1</sup> was achieved at pH 2 and room temperature, with equilibrium in 150 minutes. Kinetic and isotherm modeling indicated that adsorption follows the pseudo-second-order and Langmuir models, suggesting monolayer adsorption. The thermodynamic analysis confirmed an endothermic and spontaneous process, with a maximum  $q_s$  of 473.3 mg g<sup>-1</sup> at 333 K. The membrane remained effective for at least six adsorption/desorption cycles, and adsorption efficiency increased in saline solutions, demonstrating its potential for real wastewater treatment.

**Keywords:** *Electrospun polystyrene membranes, Polypyrrole-functionalized adsorbents, Eriochrome Black T adsorption, Adsorption kinetics and isotherms, Wastewater treatment.*

## 1. Introduction

In the textile industry, dyeing and finishing processes consume large amounts of water and generate significant effluent volumes. If inadequately treated, these effluents pose environmental and public health risks due to their high concentrations of organic and inorganic compounds, which are often chemically or biologically resistant to degradation. Textile wastewater is particularly concerning due to its intense coloration<sup>1,2</sup>. During dyeing, a portion of the dyes remains unfixed to fabrics and is washed away. The fixation efficiency of textile dyes averages 60%, resulting in substantial dye release into wastewater. If discharged untreated, textile effluents reduce water transparency, hinder photosynthesis, and lower dissolved oxygen levels. Additionally, studies have shown that some

dyes, particularly reactive azo dyes, may be carcinogenic and mutagenic<sup>3,4</sup>.

The choice of industrial wastewater treatment method depends on environmental compatibility and financial viability. The most commonly used techniques include adsorption, coagulation and flocculation, foam flotation, membrane filtration, and biological and chemical processes<sup>5</sup>. However, these methods often face application challenges, limited effectiveness, and environmental concerns in textile wastewater treatment. Among these methods, adsorption stands out for its simplicity, efficiency across a wide concentration range, low cost, recyclability, and use of non-toxic, readily available materials—making it an ideal technique for wastewater treatment and environmental remediation<sup>6</sup>.

Surface area is a key factor in selecting an effective adsorbent. Electrospun membranes are particularly attractive in this context, as the electrospinning process produces

\*e-mail: [kleber.gbvalves@ufpe.br](mailto:kleber.gbvalves@ufpe.br)

Associate Editor: Leonardo Gondim de Andrade e Silva  
Editor-in-Chief: Luiz Antonio Pessan.



## Additive Manufacturing of Conductive Acrylonitrile Butadiene Styrene Filaments via Polypyrrole Incorporation

Rodrigo A. F. Silva<sup>a</sup>, Mônica F. B. Rocha<sup>a</sup>, Lúcio F. M. Cavalcanti<sup>b</sup>, Celso. P. de Melo<sup>a</sup>,

Jorge. A. A. Fotius<sup>a,c</sup>, Maurício F. de Aguiar<sup>a</sup>, Carolina. L. Morelli<sup>a</sup>,

Helinando P. de Oliveira<sup>a</sup>, Kleber. G. B. Alves<sup>a,\*</sup>

<sup>a</sup>Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Engenharia Mecânica, 50670-901, Recife, PE, Brasil.

<sup>b</sup>Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Física, 50670-901 Recife, PE, Brasil.

<sup>c</sup>Universidade Federal do Vale do São Francisco, Instituto de Pesquisa em Ciência dos Materiais, 48903-300, Juazeiro, BA, Brasil.

<sup>d</sup>Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Sertão Pernambucano, 56316-686, Petrolina, PE, Brasil.

Received: January 24, 2025; Revised: May 27, 2025; Accepted: June 29, 2025

This study investigates the modification of acrylonitrile butadiene styrene (ABS) filaments with polypyrrole (PPy) to enable their use in additive manufacturing applications requiring electrical conductivity. PPy was incorporated into ABS via melt extrusion at concentrations from 0 to 60 wt.% to address the material's inherently low conductivity. The resulting filaments were characterized using UV-Vis spectroscopy, FTIR, SEM, TGA, DMA, and EIS. At 60 wt.% PPy, impedance decreased by two orders of magnitude, although continuous conductive pathways were not fully established. To overcome this limitation, an additional PPy coating was applied to the filament surface, yielding a five-order reduction in impedance and markedly enhanced electrical performance. TGA results showed improved thermal stability with increasing PPy content, while DMA indicated reduced mechanical strength, especially between 75 °C and 100 °C. These results highlight the potential of PPy-coated ABS filaments as conductive materials for energy-related additive manufacturing applications, balancing conductivity with acceptable thermal and mechanical properties.

**Keywords:** Conductive filaments, Polypyrrole, ABS, Additive manufacturing, Impedance spectroscopy.

### 1. Introduction

Advancements in the Internet of Things (IoT), big data, and additive manufacturing have spurred innovation in fields such as nanotechnology, renewable energy, and quantum computing<sup>1,2</sup>. Among these, additive manufacturing stands out for enabling the production of complex, customized structures, making it especially valuable for industries that require lightweight yet durable materials<sup>3,4</sup>. The advent of 3D printing has stimulated extensive research in materials science, particularly aimed at enhancing physicochemical properties. Many studies have investigated the incorporation of organic additives into polylactic acid (PLA) filaments for structural applications<sup>5,6</sup>. Additionally, filament additives support recycling efforts by enabling the reprocessing of discarded polymers, metals, and ceramics, thereby improving the performance of additively manufactured products<sup>7</sup>.

Incorporating conducting polymers into thermoplastic composites has emerged as a key strategy for enhancing optical, morphological, thermal, and electrical properties

in energy-related and optoelectronic applications. In this context, several studies have focused on modifying biopolymer matrices with polypyrrole or related conductive polymers. Examples include the use of polypyrrole as nanofillers in cashew gum<sup>8</sup>, incorporation of polyindole into poly(methyl methacrylate)<sup>9</sup>, and ternary composites combining boehmite, polyvinyl alcohol, cashew gum, and polypyrrole<sup>10</sup>. Other notable systems include polyindole/phenothiazine blend nanocomposites<sup>11</sup>, polyindole with carbocoxymethyl chitosan<sup>12</sup>, and titanium dioxide dispersed in chlorinated natural rubber/polyindole matrices<sup>13</sup>.

Polypyrrole (PPy) offers a promising strategy for converting insulating thermoplastics into functional materials with enhanced electrical performance. Recent studies show that incorporating conductive polymers into thermoplastic matrices like PLA or ABS can markedly increase conductivity without compromising processability<sup>14</sup>. These hybrid materials have demonstrated potential in applications such as electromagnetic interference (EMI) shielding, flexible electronics, and energy storage devices<sup>15-17</sup>. In particular, the interaction between ABS and PPy – especially at the interface and through the formation of percolative polymeric

\*e-mail: [kleber.gbalves@ufpe.br](mailto:kleber.gbalves@ufpe.br)

Associate Editor: Leonardo Gondim de Andrade e Silva.  
 Editor-in-Chief: Luiz Antonio Pessan.



## Development of a Humidity Sensor Based on a Conductive Composite Polystyrene/Polypyrrole-Montmorillonite

Maurício F. de Aguiar<sup>a</sup> , Dáfenes B. R. dos Santos Silva<sup>a</sup>, Eryca F. de Moura e Silva<sup>a</sup>,  
 Mônica F. de Brito Rocha<sup>a</sup> , Lúcio F. M. Cavalcanti<sup>b</sup> , Andréssa N. R. Leal<sup>b</sup> ,  
 Celso P. de Melo<sup>b</sup> , Kleber G. B. Alves<sup>c,\*</sup>

<sup>a</sup>Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Engenharia Mecânica,  
 50670-901, Recife, PE, Brazil.

<sup>b</sup>Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Engenharia Química,  
 50670-901, Recife, PE, Brazil.

<sup>c</sup>Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Física, 50670-901, Recife, PE, Brazil.

Received: January 24, 2025; Revised: May 27, 2025; Accepted: June 29, 2025

We report the development and characterization of flexible polystyrene/polypyrrole-organophilic montmorillonite (PS/PPy-OMMT) membranes tailored for resistive humidity sensing applications. The membranes were produced by electrospinning polystyrene (PS), followed by in situ incorporation of polypyrrole (PPy) and organophilic montmorillonite (OMMT). The successful integration of PPy and OMMT on the PS fiber surfaces was confirmed by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Scanning Electron Microscopy (SEM), X-ray Diffractometry (XRD), and Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) analyses. The resulting membranes showed a strong sensor response of 397% over a relative humidity range of 11% to 97%, highlighting their potential for advanced humidity sensing applications.

**Keywords:** Polypyrrole, Montmorillonite, Humidity sensing, Resistive sensors, Electrospinning.

### 1. Introduction

The emission of pollutants and toxic gases resulting from industrial activities has become a critical environmental concern. Consequently, there is a growing demand for sensors capable of monitoring gases, toxic vapors, and humidity<sup>1</sup>. Humidity is a key parameter that plays a vital role in various biological and industrial processes. To maintain optimal conditions, it is essential to monitor, detect, and regulate environmental humidity under diverse scenarios, including varying temperatures and mixtures of gases and pollutants. Additionally, these sensors find applications in monitoring soil moisture for agricultural irrigation and assessing the degree of corrosion in infrastructure<sup>2</sup>.

In this context, polymer-based humidity sensors offer significant advantages owing to their inherent properties, such as low weight, ease of synthesis, and flexibility<sup>3</sup>. Among these materials, conductive polymers have emerged as key candidates due to their processability and excellent conductivity<sup>4</sup>. Specifically, polypyrrole (PPy) stands out as one of the most extensively studied of these polymers, being widely recognized for its chemical and environmental stability, and straightforward synthesis<sup>5</sup>. To further enhance the structural, physical, and chemical properties of PPy, montmorillonite clays (MMT) have been incorporated into the polymer matrix, as they provide excellent ion exchange

capabilities, facile functionalization, high surface area, and improved dimensional stability<sup>6</sup>.

The surface area of a sensor plays a critical role in its performance by increasing the number of active sites available for interaction with water molecules, thereby enhancing the material's sensitivity. In this context, electrospinning has emerged as a promising technique for fabricating humidity sensors, as it enables the production of flexible fibrous membranes with low density, a high surface area-to-volume ratio, and enhanced porosity<sup>7-9</sup>. Polystyrene, a synthetic polymer known for its good mechanical properties and low cost, is a suitable material for producing such polymeric fibers<sup>10</sup>.

In the search for optimized humidity sensors, various composite materials have been developed, including chitosan films with zinc oxide and carbon nanotubes<sup>11</sup>, polyaniline-chromium oxide composites<sup>12</sup>, and PPy-tungsten disulfide composites<sup>13</sup>. Despite these advancements, limited attention has been given in the literature to the production of electrospun fibers integrated with clays and coated with conductive polymers for humidity-sensing applications.

This study presents the preparation and characterization of polystyrene/polypyrrole-organophilic montmorillonite (PS/PPy-OMMT) membranes for potential use in humidity sensing. Electrospun PS fibers were first produced as a matrix for the in situ deposition of PPy and OMMT, which respectively provide electrical conductivity and increased surface area—key factors for enhanced sensor performance<sup>14</sup>. Subsequently, pyrrole was polymerized chemically in situ alongside OMMT in the presence of the PS membranes. The resulting composite membranes

\*e-mail: [kleber.ghalves@ufpe.br](mailto:kleber.ghalves@ufpe.br)  
 Associate Editor: Gerson Marinuzzi.  
 Editor-in-Chief: Luiz Antonio Pessoni.





## Photocatalytic Performance of Green-Synthesized ZnO-ALE/PS Nanofilters for Methylene Blue Degradation

Maria S. M. Lima<sup>a</sup> , Lucas M. P. do Nascimento<sup>a</sup> , Flávio J. A. Moura<sup>b</sup> ,  
 Marcela F. de Melo<sup>b</sup> , Celso P. de Melo<sup>c</sup> , Lúcio F. M. Cavalcanti<sup>d</sup> , Carolina L. Morelli<sup>d</sup> ,  
 Etelino F. de Melo<sup>e</sup> , Kleber G. B. Alves<sup>d\*</sup>

<sup>a</sup>Universidade Federal de Pernambuco, Programa de Pós-Graduação em Ciência de Materiais, 50670-901, Recife, PE, Brasil.

<sup>b</sup>Universidade Federal de Pernambuco, Programa de Pós-Graduação em Química, 50670-901, Recife, PE, Brasil.

<sup>c</sup>Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Física, 50670-901, Recife, PE, Brasil.

<sup>d</sup>Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Engenharia Mecânica, 50670-901, Recife, PE, Brasil.

<sup>e</sup>Instituto Federal de Pernambuco, 55600-000, Vitória de Santo Antão, PE, Brasil.

Received: January 31, 2025; Revised: June 16, 2025; Accepted: July 08, 2025

This study evaluates the photocatalytic performance of ZnO/PS and ZnO-ALE/PS nanofilters, in which zinc oxide (ZnO) nanoparticles were green-synthesized using Aloe vera extract (ALE) and subsequently incorporated into polystyrene (PS) nanofibers. These nanofilters operate as a dual-function system, providing both a physical barrier for particulate retention and photocatalytic degradation of dyes under UV irradiation. The ZnO-ALE/PS filters exhibited enhanced dye removal efficiency compared to filters prepared with conventionally synthesized ZnO. UV-Vis spectroscopy revealed a distinct shift in the absorption spectrum, with ZnO@ALE showing pronounced absorption near 210 nm, overlapping with the characteristic ZnO peak at 360 nm, suggesting plasmonic band contributions. Structural and compositional analyses by SEM, FTIR, and EDS confirmed the successful integration and morphological optimization of the nanofibers for water purification applications. These findings demonstrate the potential of green-synthesized ZnO-ALE/PS nanofilters as an efficient, sustainable, and environmentally friendly approach for wastewater treatment, with broad relevance in the fields of nanotechnology and environmental remediation.

**Keywords:** Green synthesis, Zinc oxide nanoparticles (ZnO), Photocatalysis, Aloe vera extract, Nanofibers for wastewater treatment.

### 1. Introduction

The textile industry has experienced significant global growth in recent years<sup>1,2</sup>. However, this expansion has led to the generation of substantial amounts of synthetic waste, particularly from denim production, with dyes often being improperly and illegally discharged into nearby rivers. This issue is further exacerbated in clandestine laundries, where oversight and regulation are absent<sup>3</sup>.

In recent years, numerous studies have focused on addressing contaminant removal, utilizing methods such as filtration<sup>4</sup>, sedimentation<sup>5</sup>, degradation<sup>6</sup>, and bioremediation<sup>7</sup>. Among these, photocatalytic degradation has gained significant attention in the scientific community, leveraging light as a “trigger” to activate a catalytic reaction. Zinc oxide (ZnO) stands out as a promising photocatalyst due to its photoactive properties, attributed to its characteristic band gap in the UV region at 360 nm<sup>8,9</sup>. Beyond photocatalysis, ZnO is also widely used in sunscreens for its broad UV absorption capabilities

and has demonstrated considerable potential in utilizing solar radiation for the degradation of organic matter<sup>10</sup>.

The degradation kinetics of dyes, based on the properties of ZnO, have been widely studied<sup>11-14</sup>. In recent years, green synthesis methods for preparing metal oxides have gained significant attention due to their use of safer reagents in smaller quantities, aligning with environmental preservation goals<sup>15-17</sup>. Various techniques for synthesizing nanostructured ZnO are well-documented, including thermal decomposition of organic precursors<sup>18</sup>, electrodeposition<sup>19</sup>, microwave-assisted synthesis<sup>20</sup>, hydrothermal methods<sup>21</sup>, and coprecipitation<sup>22</sup>. Among these, plant-mediated synthesis stands out as a faster and more efficient alternative compared to microorganism-based approaches<sup>23</sup>.

This project investigates the synthesis of nanostructured ZnO using a gel extracted from Aloe vera (ALE), a succulent plant of the Aloe genus<sup>24</sup>, widely known in Brazil as “babosa” and abundant in the state of Pernambuco. The ALE gel contains a diverse range of phytochemicals, including polysaccharides, flavonoids, tannins, enzymes, and phenolic compounds,

\*e-mail: [kleber.gbalves@ufpe.br](mailto:kleber.gbalves@ufpe.br)  
 Associate Editor: Leonardo Gondim de Andrade e Silva.  
 Editor-in-Chief: Luiz Antonio Pessan.

- **Resumos publicados em anais de congresso**

- Aguiar, M. F.; Leal, A. N. R.; Rocha, M. F. B.; Cavalcanti, L. F. M.; Melo, C. P.; Alves, K. G. B. Synthesis of SBS/Polypyrrole Flexible Films: Evaluation as Strain Sensors. In: 17th Brazilian Polymer Congress, 2023, Joinville/SC.
- Leal, A. N. R.; Aguiar, M. F.; Cavalcanti, L. F. M.; Brandão, W. Q.; Alves, K. G. B.; Melo, C. P.; Almeida, Y. M. B. Hydrophobicity Evaluation of Polystyrene/Stearic Acid Electrospun Membranes. In: 17th Brazilian Polymer Congress, 2023, Joinville/SC.
- Cavalcanti, L. F. M.; Brandão, W. Q.; Leal, A. N. R.; Aguiar, M. F.; Melo, C. P.; Barros, B. S.; Alves, K. G. B. Synthesis of Electrospun Polystyrene Membranes Coated with Graphene Oxide and Polypyrrole: Study of the 127 Removal of Eriochrome Black T from Aqueous Media. In: 17th Brazilian Polymer Congress, 2023, Joinville/SC.
- Tavares, G. S. ; Rocha, M. F. B. ; Franca ; Cavalcanti, L. F. M. ; Aguiar, M. F. ; Macena, I. K. ; Melo, C. P. ; Morelli, C. L. ; Alves, K. G. B. . Developmet of poly lactic acid/polypyrrole blends for antibacterial applications. In: Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais - SBPMat, 2024. Anais SBPMat, 2024.
- Rocha, M. F. B.; Aguiar, M. F.; Cavalcanti, L. F. M.; Vinhas, G. M. ; Melo, C. P.; Morelli, C. L.; Alves, K. G. B.. Thermal processing of antibacterial conductive composite PLA/PPy for reusable packaging. In: In: 2ND INTERNATIONAL SUMMIT ON BIOPOLYMERS AND POLYMER SCIENCE, 2024, Porto. ISBPS2024. Porto, 2024.
- Silva, R. A. F.; Rocha, M. F. B.; Cavalcanti, L. F. M.; Macena, I. K.; Morelli, C. L.; Melo, C. P. ; Oliveira, H. P.; Alves, K. G. B.. Preparação de filamentos condutores (Abs/PPy) para manufatura aditiva: avaliação no desenvolvimento de eletrodos. In: 25 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2024, Fortaleza. Anais do 25 CBECiMat, 2024.



- Aguiar, M. F. ; Leal, A. R.; Cavalcanti, L. F. M.; Rocha, M. F. B.; Tavares, G. S.; Melo, C. P.; Alves, K. G. B.. Síntese e caracterização de filmes flexíveis de SBS recobertos com Polipirrol: Avaliação do potencial no sensoriamento de deformação. In: 25 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2024, Fortaleza. Anais do 25 CBECiMat, 2024.
- Silva, E. F. M. E.; Rocha, M. F. B.; Aguiar, M. F. ; Cavalcanti, L. F. M. ; Melo, C. P.; Alves, K. G. B.. Preparation of humidity sensor based on conductive composite (PS-PPy/MMTO). In: 25 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2024, Fortaleza. Anais do 25 CBECiMat. Fortaleza, 2024.
- Macena, I. K.; Cavalcanti, L. F. M. ; Rocha, M. F. B.; Silva, R. A. F. ; Aguiar, M. F.; Tavares, G. S. ; Melo, E. J. M. V. C. F. ; Melo, C. P. ; Barros, B. S.; Alves, K. G. B.. Estudo da blindagem eletromagnética em nanocompósitos Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>\_NPs/Polipirrol. In: 25 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2024, Fortaleza. Anais do 25 CBECiMat, 2024.
- Lima, M.S.; Paulino Do Nascimento, L.M.; Moura, F.J.A.; De Melo, E.F.; Morelli, C.L.; Tavares, G.S.; Alves, K.G.B.; De Melo, M.F.; Moreira Cavalcanti, L.F..Estudo de propriedades fotocatalíticas de nanofiltros de ZnO@ALE/PS obtidas a partir da síntese verde. In: 25 Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2024, Fortaleza. Anais do 25 CBECiMat, 2024.