

UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA, INOVAÇÃO E DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO
COORDENADORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO *STRICTO SENSU*
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS

**FIBRAS DE POLIESTIRENO OBTIDAS POR PROCESSO VERDE PARA
ADSORÇÃO DE ÓLEOS MINERAIS DERIVADOS DE PETRÓLEO**

KELEN PAGLIARINI DA SILVEIRA

CAXIAS DO SUL

2026

KELEN PAGLIARINI DA SILVEIRA

**FIBRAS DE POLIESTIRENO OBTIDAS POR PROCESSO VERDE PARA
ADSORÇÃO DE ÓLEOS MINERAIS DERIVADOS DE PETRÓLEO**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais da Universidade de Caxias do Sul, visando a obtenção do grau de Doutora em Engenharia e Ciência dos Materiais, sob orientação do Prof. Dr. Marcelo Giovanela e coorientação da Prof^a. Dr^a. Jadna Catafesta.

Caxias do Sul, 20 de fevereiro de 2026

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Universidade de Caxias do Sul
Sistema de Bibliotecas UCS - Processamento Técnico

S587f Silveira, Kelen Pagliarini da

Fibras de poliestireno obtidas por processo verde para adsorção de óleos minerais derivados de petróleo [recurso eletrônico] / Kelen Pagliarini da Silveira. – 2026.

Dados eletrônicos.

Tese (Doutorado) - Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, 2026.

Orientação: Marcelo Giovanela.

Coorientação: Jadna Catafesta.

Modo de acesso: World Wide Web

Disponível em: <https://repositorio.ucs.br>

1. Poliestireno. 2. Adsorção. 3. Solventes. 4. Materiais - Testes. I. Giovanela, Marcelo, orient. II. Catafesta, Jadna, coorient. III. Título.

CDU 2. ed.: 678.746.2

Catalogação na fonte elaborada pela(o) bibliotecária(o)
Ana Guimarães Pereira - CRB 10/1460

KELEN PAGLIARINI DA SILVEIRA

**FIBRAS DE POLIESTIRENO OBTIDAS POR PROCESSO VERDE PARA
ADSORÇÃO DE ÓLEOS MINERAIS DERIVADOS DE PETRÓLEO**

Tese de Doutorado submetida à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Materiais da Universidade de Caxias do Sul, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de Doutora em Engenharia e Ciência dos Materiais, Área de Concentração: Processamento e Simulação de Materiais.

ORIENTADORES:

Prof. Dr. Marcelo Giovanela (orientador)
Universidade de Caxias do Sul (PPGMAT)

Prof^ª. Dr^ª. Jadna Catafesta (coorientadora)
Universidade de Caxias do Sul (PPGMAT)

Caxias do Sul, 20 de fevereiro de 2026.

BANCA EXAMINADORA:

Prof^ª. Dr^ª. Larissa Nardini Carli
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Dr. Matheus Poletto
Universidade de Caxias do Sul

Dr^ª. Nayrim Brizuela Guerra
Universidade Estadual Paulista

Prof^ª. Dr^ª. Fernanda Miotto
Universidade de Caxias do Sul

PUBLICAÇÕES (vide Apêndice)

A relação a seguir contempla os artigos e trabalhos publicados e em redação durante o período de concessão da bolsa de doutorado (CAPES – PROSUC/PROEX).

Artigo publicado:

Silveira, K. P., Crespo, J. S., Catafesta, J., Giovanela, M., Takimi, A. S., Tubino, R. M. C. Production of polystyrene nanofibers for adsorption of mineral oils derived from petroleum. *Journal of Cellular Plastics* 2025; 61(3):183-202. doi:10.1177/0021955X251322264

Artigo em redação:

Título: Produção, Caracterização e Aplicação de Fibras Ultrafinas por Rotofiação para Remoção de Óleos Minerais

Autores: Kelen Pagliarini da Silveira, Janaina da Silva Crespo, Suelem Daiane Ferreira, Antonio Shigueaki Takimi, Jadna Catafesta, Marcelo Giovanela

Outras atividades:

- Coordenador de Sessão no XXXII Encontro de Jovens Pesquisadores e XIII Mostra Acadêmica de Inovação e Tecnologia. Universidade de Caxias do Sul, 2024, Caxias do Sul - RS, Brasil;
- Banca avaliadora no XXXIII Encontro de Jovens Pesquisadores e XV Mostra Acadêmica de Inovação e Tecnologia. Universidade de Caxias do Sul, 2025, Caxias do Sul - RS, Brasil.

DEDICATÓRIA

Aos meus filhos, Yuri Filipi e Agatha Bianca,
dedico este trabalho, na esperança de que
represente um pequeno passo para um futuro
mais sustentável, em que possam viver em
harmonia com a natureza.

AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, a Deus, por ter-me concedido o dom da vida com plenitude de saúde física e mental, permitindo-me explorar este mundo repleto de desafios e oportunidades. Sou grata pela luz que me guia e pela serenidade que me permite transformar as adversidades em aprendizados e ensinamentos.

À minha família, pelo apoio incondicional ao longo desta jornada. Em especial aos meus pais, esposo, irmãos e amigos, por estarem ao meu lado em cada etapa, oferecendo amor, compreensão e encorajamento mesmo nos momentos mais difíceis.

Aos meus filhos, fonte maior de amor, paciência e inspiração, deixo a esperança de que este trabalho seja, ainda que modestamente, uma tentativa de contribuir para algumas soluções diante dos desafios do nosso planeta.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Marcelo Giovanela, minha profunda gratidão pela orientação atenta, confiança e partilha de conhecimento. Sua dedicação e visão científica foram fundamentais para a realização deste trabalho.

Agradeço imensamente a minha coorientadora, Profa. Dra. Jadna Catafesta, que me inspirou na busca de alternativas práticas para execução deste trabalho, que me trouxe inúmeras contribuições, e pela confiança nessa jornada.

Aos professores e pesquisadores que contribuíram, direta ou indiretamente, para minha formação acadêmica e humana, com destaque ao Prof. Dr. Antonio S. Takimi, que me apresentou esse mundo “nano” alguns anos atrás, e colaborou com ideias e meios para a realização deste projeto, e ao Prof. Dr. Cesar Aguzzoli, por todos os ensinamentos e pelo suporte nos laboratórios. Sou grata à Profa. Dra. Suelem Daiane Ferreira que gentilmente disponibilizou parte de seu tempo e atenção para a

caracterização das amostras, assim como pelo importante auxílio na interpretação dos resultados.

Agradeço também à laboratorista Me. Joicei Duarte, pelos dias dedicados aos ensaios e pelas valiosas trocas de conhecimento, e aos técnicos André Luis Trentin e Luis Alberto Casali (Betinho), que, além de disponibilizarem equipamentos e materiais essenciais, demonstraram interesse genuíno e empenho em contribuir efetivamente para o êxito deste trabalho.

Pelo fornecimento de matéria-prima em cortesia e pelas informações técnicas, sou grata à empresa MundiEPS Embalagens e Placas em EPS.

À Universidade de Caxias do Sul e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais (PPGMAT), pela infraestrutura, oportunidade e ambiente propício ao desenvolvimento científico.

Sou especialmente grata à Profa. Dra. Janaina da Silva Crespo, exemplo de mulher empoderada, vibrante e generosa, que, desde a minha graduação, tem estado presente na construção de artigos, acreditando e apoiando minha trajetória acadêmica com firmeza e sensibilidade.

Agradeço à CAPES pelo apoio financeiro (bolsa PROSUC/PROEX), essencial para a continuidade desta pesquisa.

Por fim, a todos que, de alguma forma, contribuíram para que esta tese se concretizasse: meu mais sincero e profundo agradecimento!

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1** – Síntese do processo de produção do EPS, destacando as etapas desde o refino do petróleo até a obtenção da nafta, formação dos monômeros de estireno, polimerização e incorporação de aditivos (pentano e água)27
- Figura 2** – Amostras de mantas de nanofibras de EPS após ensaio de adsorção de diferentes óleos: **(a)** óleo lubrificante, **(b)** vaselina líquida e **(c)** óleo mineral refinado32
- Figura 3** – Fórmulas estruturais dos enantiômeros do limoneno: R-(+)-limoneno (*d*-limoneno) e S-(-)-limoneno (*l*-limoneno). Ambos são compostos opticamente ativos, que se distinguem pelo odor característico de laranja e limão, respectivamente37
- Figura 4** – Fórmulas estruturais dos principais terpenos identificados no óleo de terebintina38
- Figura 5** – Representação esquemática do mecanismo de dissolução polimérica, evidenciando as etapas de infiltração, inchamento, formação de gel, difusão do solvente e desentrelaçamento das cadeias41
- Figura 6** – Representação esquemática dos regimes de concentração polimérica em solução em função da concentração relativa à concentração de entrelaçamento (*c*).....42
- Figura 7** – Esquema das principais técnicas empregadas na produção de nanofibras, classificados em rotas convencionais e rotas emergentes44
- Figura 8** – Ilustração do mecanismo de funcionamento do aerógrafo e da formação de fibras a partir da ejeção de uma solução polimérica sob ação de ar comprimido. A diferença de pressão entre o interior do bico (P_1), a pressão atmosférica (P_{atm}) e a região externa de expansão (P_2).....47
- Figura 9** – Representação esquemática do mecanismo de ejeção de fibras a partir de uma solução polimérica contida em um rotor em rotação.....49
- Figura 10** – Ilustrativo da evolução do jato inicial de solução polimérica sujeito às instabilidades de Rayleigh, induzidas pela tensão superficial50
- Figura 11** – Fluxograma representando as principais etapas do estudo: caracterização das amostras de EPS, preparação das soluções poliméricas, produção das fibras por SBS e RJS e caracterização das fibras52
- Figura 12** – Representação das formas utilizadas de EPS: **(a)** *pellets*, empregados como matéria-prima em processos de fusão ou dissolução; e **(b)** blocos moldados, resultantes do processamento e consolidação do material.....53

Figura 13 – Esquema de um viscosímetro de nível suspenso do tipo <i>Ubbelohde</i> , evidenciando os reservatórios superior e inferior, o tubo capilar, o tubo de equalização de pressão e as marcações de tempo de escoamento.....	60
Figura 14 – Esquema experimental do sistema de fiação por aerógrafo, empregando anteparo estático constituído por cesto plástico vazado (20 cm de diâmetro × 35 cm de comprimento), revestido com TNT	63
Figura 15 – Equipamento de RJS em câmara fechada, constituído por rotor de alumínio com reservatório central para a solução polimérica e duas agulhas laterais para ejeção das fibras	64
Figura 16 – Etapas do processo de preparação das mantas fibrosas de EPS: (a) e (b) distribuição sobre papel alumínio; (c) disposição no porta-molde metálico; (d) aspecto das fibras após compactação; (e) e (f) mantas no formato e espessura adequados para posterior recorte.....	66
Figura 17 – Metodologia utilizada para determinação do ângulo de contato da água em mantas de fibras de EPS. <i>À esquerda</i> : imagem obtida pela câmera digital Panasonic DMC-FZ40; <i>à direita</i> : análise da imagem no software <i>Surftens</i>	68
Figura 18 – Representação das etapas do ensaio de adsorção das amostras em óleo mineral lubrificante/vaselina.....	70
Figura 19 – Curvas de TG (em azul) e de DTG (em preto) das amostras de EPS em <i>pellets</i> e em blocos moldados	73
Figura 20 – Curvas de DSC das amostras de EPS: (a) primeira e segunda corridas da curva de aquecimento para a amostra em forma de <i>pellets</i> ; (b) primeira e segunda corridas da curva de aquecimento da amostra em forma blocos moldados	74
Figura 21 – Espectros de FTIR das amostras de EPS em <i>pellets</i> (em preto) e em blocos moldados (em vermelho).....	76
Figura 22 – Micrografias de MEV-FEG das amostras de EPS: (a) <i>pellets</i> de PS pré-expandidos; (b) estrutura interna de blocos moldados de EPS	77
Figura 23 – Viscosidade intrínseca do EPS em R-(+)-limoneno, obtida a partir do intercepto das retas de viscosidade específica reduzida e viscosidade inerente em função da concentração	81
Figura 24 – Viscosidade intrínseca do EPS em terebentina, obtida a partir do intercepto das retas de viscosidade específica reduzida e viscosidade inerente em função da concentração	82

Figura 25 – Exemplo do aspecto visual das fibras Limo_EPS20 obtidas por aplicação manual com coletor estático por SBS.....	85
Figura 26 – Exemplo de efeitos de dispersão das fibras durante o processo de RJS: (a) velocidades acima de 6.000 rpm causaram turbulência no sistema; (b) distâncias reduzidas entre agulhas e coletores provocaram obstrução dos orifícios de ejeção.....	89
Figura 27 – Influência do uso de tela perfurada e ajuste de rotação no processo RJS: (a) posicionamento da tela perfurada entre as hastes coletoras; (b) formação ordenada das fibras com aspecto de novelo; (c) coleta manual das fibras ao final da batelada.....	90
Figura 28 – Micrografias de MEV-FEG das fibras produzidas a partir das soluções (a) Limo_EPS15, (b) Limo_EPS20 e (c) Limo_EPS25 por SBS.....	92
Figura 29 – Micrografias de MEV-FEG das fibras produzidas a partir das soluções (a) Limo_EPS20 e (b) Limo_EPS25 por RJS.....	93
Figura 30 – Micrografias de MEV-FEG das mantas de fibras produzidas a partir da solução Limo_EPS20 por (a) SBS e (b) RJS, e da solução Limo_EPS25 por (c) SBS e (d) RJS, respectivamente.....	94
Figura 31 – Micrografias de MEV-FEG das fibras produzidas a partir das soluções (a) Tere_EPS10 e (b) Tere_EPS15 por SBS.....	96
Figura 32 – Micrografias de MEV-FEG das fibras produzidas a partir das soluções (a) Tere_EPS10, (b) Tere_EPS15 e (c) Tere_EPS20 por RJS.....	97
Figura 33 – Micrografias de MEV-FEG das mantas de fibras produzidas a partir da solução Tere_EPS10 por (a) SBS e (b) RJS, e da solução Tere_EPS15 por (c) SBS e (d) RJS, respectivamente.....	98
Figura 34 – Imagens de MEV-FEG das fibras obtidas a partir da solução Limo_EPS20 por (a) SBS e (b) RJS.....	101
Figura 35 – Micrografias de MEV-FEG das fibras obtidas a partir da solução Tere_EPS15 por (a) SBS e (b) RJS.....	102
Figura 36 – Micrografias de MEV-FEG das fibras obtidas a partir das soluções (a) Limo_EPS15, (b) Limo_EPS20 e (c) Limo_EPS25 por SBS, e das fibras obtidas a partir das soluções (d) Limo_EPS20 e (e) Limo_EPS25 por RJS, mostrando a ocorrência significativa de <i>beads</i> esféricos e alongados (setas amarelas).....	104
Figura 37 – Micrografias de MEV-FEG das fibras obtidas a partir das soluções (a) Tere_EPS10 e (b) Tere_EPS15 por SBS, evidenciando a presença de <i>beads</i> (setas	

amarelas), e das fibras obtidas a partir das soluções (c) Tere_EPS10, (d) Tere_EPS15 e (e) Tere_EPS20 por RJS, sem a presença de <i>beads</i>	105
Figura 38 – Ângulo de contato da água com a superfície das fibras de EPS obtidas a partir das soluções R-(+)-limoneno e terebintina pelos processos SBS e RJS	108
Figura 39 – Correlação dos parâmetros de processo com a área superficial específica (BET).....	114
Figura 40 – Mantas de EPS durante o ensaio curto de imersão: (a) e (b) imersas em vaselina; (c) e (d) imersas em óleo lubrificante; (e) manta saturada após imersão; (f) pesagem da manta saturada	115
Figura 41 – Capacidade adsorvente das mantas de fibras de EPS produzidas pelos processos de fiação SBS e RJS, a partir de soluções de R-(+)-limoneno e terebintina, com determinação da massa adsorvida (g g^{-1}) de vaselina e respectivos desvios padrão	116
Figura 42 – Capacidade adsorvente das mantas de fibras de EPS produzidas pelos processos de fiação SBS e RJS, a partir de soluções de R-(+)-limoneno e terebintina, com determinação da massa adsorvida (g g^{-1}) de óleo mineral e respectivos desvios padrão	117
Figura 43 – Correlação das características superficiais das fibras de EPS produzidas pelos processos de fiação SBS e RJS, a partir de soluções de R-(+)-limoneno e terebintina...	118

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Exemplos de solventes empregados na solubilização do (EPS) a 25 °C, com os respectivos valores de solubilidade	35
Tabela 2 – Compilação de trabalhos de referência sobre a obtenção de fibras poliméricas, destacando técnicas, aplicações e desempenho em termos de capacidade adsorvente	45
Tabela 3 – Soluções de EPS em diferentes concentrações (% m/m) preparadas em R-(+)-limoneno e terebintina, utilizadas nos processos de SBS e RJS	56
Tabela 4 – Principais termos empregados em viscosimetria: definições, equações e unidades utilizadas na determinação das viscosidades relativa, específica, específica reduzida, inerente e intrínseca em soluções poliméricas	58
Tabela 5 – Tipos de óleos para teste de desempenho do adsorvente, de acordo com a norma ASTM F726-17	69
Tabela 6 – Diâmetro médio e desvio padrão das fibras de EPS obtidas a partir de soluções com diferentes concentrações, utilizando R-(+)-limoneno ou terebintina como solventes, por SBS e RJS	100
Tabela 7 – Resultados de área superficial específica (BET) ($\text{m}^2 \text{g}^{-1}$), volume de poros (BJH) ($\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$) e diâmetro médio dos poros (BJH) (nm) das fibras de EPS produzidas a partir das soluções de R-(+)-limoneno e terebintina, obtidas por SBS e RJS	110
Tabela 8 – Tendência relativa dos parâmetros texturais das fibras de EPS em função do solvente e processo de fiação.....	113

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABIPLAST	Associação Brasileira da Indústria do Plástico
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	Sociedade Americana de Testes e Materiais (do inglês, <i>American Society for Testing and Materials</i>)
ATR	Refletância total atenuada (do inglês, <i>attenuated total reflection</i>)
BET	Brunauer, Emmett e Teller
CAN	Consumo Aparente Nacional
CNTs	Nanotubos de carbono (do inglês, <i>carbon nanotubes</i>)
COx	Óxidos de carbono (do inglês, <i>carbon oxide</i>)
cP	Centipoise
CS	Fiação por força centrífuga (do inglês, <i>centrifugal spinning</i>)
DMF	Dimetilformamida
DSC	Calorimetria exploratória diferencial (do inglês, <i>differential scanning calorimetry</i>)
DTG	Derivada primeira da curva termogravimétrica (do inglês, <i>derivative thermogravimetry</i>)
EBS	Fiação por sopro eletrofiado (do inglês, <i>electro-blown spinning</i>)
EPS	Poliestireno expandido (do inglês, <i>expanded polystyrene</i>)
EVA	Copolímero etileno acetato de vinila
FEG	Canhão de emissão de campo (do inglês, <i>field emission gun</i>)
FTIR	Espectroscopia de absorção no infravermelho com transformada de Fourier (do inglês, <i>Fourier transform infrared spectroscopy</i>)
IPEN	Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares
LAMAT	Laboratório de Materiais
LCMic	Laboratório Central de Microscopia
LMCer	Laboratório de Materiais Cerâmicos
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MWCNT	Nanotubos de carbono de paredes múltiplas (do inglês, <i>multiwalled carbon nanotubes</i>)
NBR	Norma brasileira

NOx	Óxidos de nitrogênio (do inglês, <i>nitrogen oxides</i>)
P	Pressão
PA6	Poliamida 6
PAN	Poliacrilonitrila
PBS	Poli(butileno succinato)
PCR	Resina pós-consumo (do inglês, <i>post-consumption resin</i>)
PVC	Poli(cloreto de vinila)
PEAD	Poli(etileno de Alta Densidade) (do inglês, <i>high-density polyethylene</i>)
PEO	Poli(óxido de etileno) (do inglês, <i>polyethylene oxide</i>)
PES	Polietersulfona
PET	Poli(tereftalato de etileno)
PI	Poliimida
PLA	Poli(ácido láctico) (do inglês, <i>polylactic acid</i>)
PS	Poliestireno (do inglês, <i>polystyrene</i>)
PSAI	Poliestireno de alto impacto
PU	Poliuretano (do inglês, <i>polyurethane</i>)
PVP	Polivinilpirrolidona (do inglês, <i>polyvinylpyrrolidone</i>)
PVDF	Poli(fluoreto de vinilideno)
RJS	Fiação a jato rotativo (do inglês, <i>rotary jet spinning</i>)
SBS	Fiação por sopro de solução (do inglês, <i>solution blow spinning</i>)
SIBS	Poli(estireno-b-isobutileno-b-estireno) (do inglês <i>styrene-isobutylene-styrene block copolymer</i>)
T_g	Temperatura de transição vítrea
TG	Análise termogravimétrica (do inglês, <i>thermogravimetric analysis</i>)
THF	Tetrahidrofurano
TNT	Tecido não tecido
TPU	Poliuretano termicamente responsivo (do inglês, <i>thermally responsive polyurethane</i>)
UCS	Universidade de Caxias do Sul
UHM _w	Ultra alto peso molecular (do inglês, <i>ultra-high molecular weight</i>)
Δ	Aquecimento

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
2	OBJETIVOS	22
2.1	OBJETIVO GERAL	22
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	22
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	24
3.1	A PROBLEMÁTICA DOS RESÍDUOS PÓS-CONSUMO	24
3.2	POLIESTIRENO EXPANDIDO (EPS)	26
3.3	APLICAÇÕES DOS RESÍDUOS DE EPS.....	28
3.3.1	Adsorventes poliméricos	30
3.4	SOLVENTES UTILIZADOS NA DISSOLUÇÃO DE EPS	33
3.4.1	R-(+)-limoneno e terebintina	36
3.4.2	Aspectos físico-químicos e estruturais na solubilização de polímeros.....	40
3.5	FABRICAÇÃO DE FIBRAS	42
3.5.1	Fiação por sopro de solução (SBS).....	46
3.5.2	Rotofiação (RJS).....	48
4	MATERIAIS E MÉTODOS	52
4.1	MATERIAIS	53
4.2	CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE EPS.....	53
4.2.1	Análise termogravimétrica (TG).....	54
4.2.2	Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	54
4.2.3	Espectroscopia de absorção no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR).....	55
4.2.4	Microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV-FEG)...	55
4.3	PREPARAÇÃO DAS SOLUÇÕES POLIMÉRICAS	55
4.3.1	Determinação da massa molar de polímeros por viscosimetria.....	57
4.4	PRODUÇÃO DE FIBRAS	61
4.4.1	Fiação por sopro de solução em coletor estático (SBS)	62
4.4.2	Rotofiação em câmara fechada (RJS).....	63
4.4.3	Compactação das fibras	65
4.5	CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE EPS.....	67
4.5.1	Microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV-FEG)...	67

4.5.2	Caracterização de superfície por medida de ângulo de contato da água	67
4.5.3	Determinação da área superficial específica (BET)	68
4.5.4	Ensaio de adsorção das fibras em óleos minerais	69
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	72
5.1	COMPATIBILIDADE DOS MATERIAIS E MÉTODOS EMPREGADOS.....	72
5.2	CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE EPS EM PELLETS E EM BLOCOS MOLDADOS.....	73
5.2.1	Análise termogravimétrica (TG).....	73
5.2.3	Espectroscopia de absorção no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR).....	76
5.2.4	Microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV-FEG)...	77
5.3	SOLUBILIDADE DO EPS EM R-(+)-LIMONENO E Terebintina.....	78
5.3.1	Análise da massa molar por viscosimetria	80
5.4	PRODUÇÃO DE FIBRAS DE EPS.....	84
5.4.1	Fiação por sopro de solução em coletor estático	84
5.4.2	Rotofiação em câmara fechada	87
5.5	CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE EPS.....	91
5.5.1	Microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV-FEG)...	91
5.5.1.1	<i>Micrografias de MEV-FEG para as fibras obtidas a partir das soluções de R-(+)-limoneno</i>	<i>92</i>
5.5.1.2	<i>Micrografias de MEV-FEG para as fibras obtidas a partir das soluções de terebintina.....</i>	<i>95</i>
5.5.1.3	<i>Análise morfológica e distribuição de diâmetros das fibras obtidas a partir das soluções de R-(+)-limoneno e terebintina por SBS e RJS</i>	<i>99</i>
5.5.1.4	<i>Efeito da evaporação do solvente na formação de beads nas fibras</i>	<i>103</i>
5.5.2	Caracterização de superfície por medida de ângulo de contato da água	107
5.5.3	Determinação da área superficial específica (BET)	109
5.5.4	Desempenho adsorvente das fibras de EPS	115
6	CONCLUSÕES.....	121
	APÊNDICE – PUBLICAÇÕES.....	123
	REFERÊNCIAS.....	124

RESUMO

O poliestireno expandido (EPS) é um resíduo polimérico de difícil reciclagem, cuja baixa densidade e reduzido valor agregado limitam seu reaproveitamento. Nesse contexto, este trabalho teve por objetivo avaliar a viabilidade de produção de fibras de EPS dissolvido em R-(+)-limoneno e terebintina, empregando as técnicas de fiação por sopro de solução (*solution blow spinning*, SBS) e rotofiação (*rotary jet spinning*, RJS), em uma abordagem que associou solventes renováveis, técnicas de fiação de baixo aporte energético e correlação entre parâmetros de processamento, morfologia e desempenho adsorvente, visando à valorização do resíduo e à remediação de derramamentos de derivados de petróleo. O estudo contemplou a caracterização do EPS, tanto em *pellets* como em blocos moldados, por análises térmicas (análise termogravimétrica – TG e calorimetria exploratória diferencial – DSC), espectroscopia de absorção no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV-FEG). A viscosidade intrínseca das soluções foi utilizada como parâmetro para avaliar o grau de solvatação das cadeias poliméricas, possibilitando a determinação da massa molar viscosimétrica. As fibras produzidas foram caracterizadas morfologicamente por MEV-FEG, quanto à molhabilidade por ângulo de contato, área superficial específica (BET) e desempenho adsorvente segundo a norma ASTM F726. Os resultados evidenciaram que o EPS apresentou comportamento térmico estável, com perda de massa total entre 88,6 e 92,8% e temperatura de decomposição entre 415 e 423 °C, além de transição vítrea próxima a 100 °C. O R-(+)-limoneno apresentou maior capacidade de solvatação, enquanto a terebintina, embora menos eficiente na expansão das cadeias poliméricas, favoreceu a formação de fibras mais rugosas e porosas. As áreas superficiais específicas variaram de 2,02 a 15,77 m² g⁻¹, com diâmetros médios de fibras entre 82 e 352 nm, evidenciando uma forte dependência entre o processo de fiação, a concentração polimérica e a morfologia final. As mantas fibrosas, por sua vez, apresentaram elevado desempenho, com capacidade máxima de adsorção de até 37 g g⁻¹ em óleo lubrificante mineral nas amostras produzidas por RJS/terebintina. Por fim, a combinação entre solvente verde e processo de fiação resultou em fibras mais rugosas e porosas, favorecendo a retenção de óleo e evidenciando o potencial de reaproveitamento do EPS.

Palavras-chave: poliestireno expandido; caracterização; solventes verdes; fiação por sopro de solução; rotofiação; adsorção de óleo

ABSTRACT

Expanded polystyrene (EPS) is a polymeric residue that is difficult to recycle, whose low density and reduced added value limit its reutilization. In this context, this study aimed to evaluate the feasibility of producing fibers from EPS dissolved in R-(+)-limonene and turpentine, using solution blow spinning (SBS) and rotary jet spinning (RJS) techniques. This approach combined renewable solvents, low energy-input spinning techniques, and the correlation between processing parameters, morphology and adsorptive performance, with a view to enhancing the value of the waste and contributing to the remediation of petroleum-derived oil spills. The study included the characterization of EPS, both in pellet form and molded blocks, by thermal analyses (thermogravimetric analysis – TG and differential scanning calorimetry – DSC), Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), and field-emission scanning electron microscopy (FEG-SEM). The intrinsic viscosity of the solutions was used as a parameter to evaluate the degree of solvation of the polymer chains, enabling the determination of the viscometric molar mass. The resulting fibers were characterized morphologically by FEG-SEM, as well as analysed for wettability (contact angle), specific surface area (BET), and adsorption performance according to ASTM F726. The results showed that EPS exhibited stable thermal behavior, with total mass loss between 88.6 and 92.8% and decomposition temperatures ranging from 415 to 423 °C, in addition to a glass transition temperature near 100 °C. R-(+)-limonene exhibited a higher solvation capacity, whereas turpentine, although less effective in expanding the polymer chains, favored the formation of rougher and more porous fibers. The specific surface areas ranged from 2.02 to 15.77 m² g⁻¹, with average fiber diameters between 82 and 352 nm, evidencing a strong dependence on the spinning process, polymer concentration, and final morphology. The fibrous mats, in turn, exhibited high performance, with a maximum adsorption capacity of up to 37 g g⁻¹ of mineral lubricating oil in samples produced via RJS/turpentine. Finally, the combination of a green solvent and the spinning process resulted in rougher and more porous fibers, favoring oil retention and highlighting the potential for EPS reuse.

Keywords: expanded polystyrene; characterization; green solvents; blow spinning; rotary jet spinning; oil adsorption

1 INTRODUÇÃO

Com o avanço da modernização da sociedade, impulsionado pelo ritmo acelerado dos progressos tecnológicos em diversas áreas do conhecimento, a demanda por soluções inovadoras tem se tornado cada vez mais urgente. Nesse cenário, observa-se um ciclo de interdependência entre a evolução tecnológica e a descoberta de novos materiais. A inovação frequentemente requer a adaptação e até mesmo o desenvolvimento de novos compostos, substâncias e materiais capazes de atender as demandas específicas de determinados projetos. Assim, a busca por materiais funcionais configura-se como um fator essencial, conduzindo a sociedade a níveis mais elevados de eficiência, sustentabilidade e capacidade de resposta aos desafios complexos do mundo contemporâneo (PSYRRI et al., 2024; SCHOENUNG e OLIVETTI, 2023).

Diversas iniciativas de reuso, reciclagem e reaproveitamento de materiais têm se mostrado cruciais para a preservação dos recursos naturais e para o fortalecimento de práticas industriais alinhadas a políticas sustentáveis estabelecidas por diferentes organizações. Desse modo, a promoção do reuso, a redução e o reaproveitamento de matérias-primas não representam apenas uma abordagem ambientalmente responsável, mas também constituem uma ferramenta estratégica para otimizar os resultados econômicos das empresas (YANG et al., 2025). O reuso eficiente e a gestão diligente das matérias-primas não apenas reduzem os custos operacionais, mas também posicionam as empresas como protagonistas comprometidas com a responsabilidade social e ambiental.

No contexto doméstico, por sua vez, a conscientização sobre o consumo de produtos e embalagens demanda uma abordagem diferenciada. A influência governamental desempenha um papel fundamental nesse processo educativo, uma vez que instruir a população sobre a importância de escolhas sustentáveis no consumo diário é uma estratégia

imprescindível. O ponto central reside na busca por soluções que aproveitem os recursos naturais já extraídos e que, quando necessário, adotem novos materiais provenientes de fontes renováveis ou de menor impacto ambiental. Entre os desafios mais críticos, destacam-se os resíduos poliméricos, capazes de persistir no meio ambiente por décadas e que têm despertado crescente preocupação na sociedade e, sobretudo, na comunidade científica. Isso ocorre porque tais resíduos se fragmentam em partículas menores, concentrando-se em ambientes aquáticos e causando danos à fauna e à flora locais (SILVA, 2021).

Nesse contexto, o uso de polímeros reciclados e compósitos surge como uma alternativa promissora para o reforço para materiais estruturais aplicados na engenharia. Essa abordagem está em consonância com os interesses do setor produtivo, pois contribui para a redução de custos e, conseqüentemente, para a diminuição da geração de resíduos, em comparação aos processos que utilizam matérias-primas virgens como principal insumo na manufatura (SINGH et al., 2017). No entanto, para alguns polímeros, como o poliestireno expandido (EPS, do inglês *expanded polystyrene*), o processo de reciclagem não apresenta viabilidade econômica. As razões incluem o baixo valor agregado do produto reciclado, a baixa densidade do material, sua resistência à degradação natural em curto prazo e o caráter volumoso do resíduo, o que implica maiores custos de transporte (ZHAO et al., 2018).

Com o intuito de mitigar esse problema, alternativas para redução dos resíduos de EPS vêm sendo estudadas desde 1994, como o projeto *Orange R-net*, desenvolvido pela SONY no Japão. Nesse programa, o material coletado na região metropolitana de Tóquio foi reciclado por meio da dissolução do EPS em *d*-limoneno, visando à redução do volume para transporte dos resíduos, seguida da remoção do solvente por evaporação a vácuo (NOGUCHI et al., 1998). O desenvolvimento de solventes sustentáveis tem recebido

grande destaque no âmbito da Química Verde, tanto por suas propriedades seletivas quanto pelas especificidades de suas aplicações (PENIDO et al., 2022).

Entre os solventes de origem natural, destacam-se o *d*-limoneno e a terebintina, ambos classificados como terpenos sustentáveis obtidos de fontes renováveis, com alta eficiência na dissolução de polímeros aromáticos, como o poliestireno (PS). O *d*-limoneno, correspondente ao enantiômero R(+)-limoneno, derivado de óleos cítricos, e a terebintina, obtida da destilação da resina de coníferas, apresentam propriedades físico-químicas favoráveis e baixo impacto ambiental, configurando-se como alternativas verdes aos solventes petroquímicos tradicionais, como tolueno e acetona (JOSEPH et al., 2021; MATHEWS; AZZU; HASCAKIR, 2024). Embora requeira cuidados quanto à toxicidade inalatória e à inflamabilidade, a terebintina tem se destacado como uma alternativa mais sustentável a solventes petroquímicos, como tolueno e xileno. Sua biodegradabilidade, eficiência de dissolução e origem renovável reforçam seu enquadramento como solvente verde, alinhado aos princípios da Química Verde e às práticas de processos químicos ambientalmente responsáveis (TZANOVA et al., 2024).

À luz desses preceitos, o presente trabalho teve por objetivo avaliar o aproveitamento de um resíduo polimérico da indústria de embalagens por meio da dissolução de EPS em solventes verdes, visando à posterior produção de fibras com elevada capacidade adsorvente para remediação de águas contaminadas por óleos. Além disso, essa proposta está em consonância com os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) da Organização das Nações Unidas (ONU), em especial o Objetivo 12, que visa “*assegurar padrões de produção e de consumo sustentáveis, alcançar a gestão sustentável e o uso eficiente dos recursos naturais*” (ONU, 2015).

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar a viabilidade de produção de mantas de fibras produzidas a partir dos processos de fiação por sopro de solução (SBS) e rotofiação (RJS) e de EPS em solventes verdes, visando sua posterior utilização como adsorventes para óleos minerais derivados de petróleo.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Diante das lacunas identificadas na literatura, os objetivos específicos foram delineados não apenas descrever os fenômenos envolvidos, mas, sobretudo, para estabelecer correlações entre o solvente, as propriedades da solução, os parâmetros de processamento, a morfologia e o desempenho adsorvente das fibras obtidas, conforme descrito a seguir:

- a) investigar a solubilidade do EPS em solventes verdes, visando compreender a influência da natureza do solvente no grau de solvatação das cadeias poliméricas;
- b) caracterizar as propriedades físico-químicas do EPS, de modo a estabelecer relações entre sua estrutura e seu comportamento em solução e durante o processamento;
- c) correlacionar a viscosidade intrínseca e a massa molar viscosimétrica das soluções de EPS com a qualidade do solvente, avaliando seu efeito sobre a expansão hidrodinâmica das cadeias poliméricas;

- d) analisar a viabilidade das técnicas de SBS e RJS na produção de fibras a partir de solventes renováveis, correlacionando parâmetros de processamento com a formação das estruturas fibrosas;
- e) correlacionar a morfologia e as propriedades de superfície das fibras com as condições de processamento e o tipo de solvente utilizado;
- f) avaliar o desempenho adsorvente das fibras obtidas e correlacioná-lo com suas características morfológicas e estruturais, visando à sua aplicação na remoção de derivados de petróleo.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 A PROBLEMÁTICA DOS RESÍDUOS PÓS-CONSUMO

A gestão global dos resíduos pós-consumo torna-se crucial, especialmente no cenário em que determinadas substâncias não são direcionadas para reciclagem ou reutilização, acarretando impactos negativos ao meio ambiente. O crescimento na demanda de materiais poliméricos, e que são frequentemente utilizados para preservar a qualidade de alimentos, medicamentos, produtos de higiene, calçados, móveis, eletrônicos, entre outros, vêm contribuindo para essa problemática (GARCÍA et al., 2009; SINGH et al., 2017; GIL-JASSO et al., 2022).

As embalagens plásticas, por exemplo, são projetadas com propriedades específicas para atender aos seus propósitos. No entanto, ao término de seu ciclo de uso, esses materiais acabam por representar um problema, persistindo no meio ambiente e suscitando preocupações de amplo alcance, tanto para a comunidade global quanto para a biodiversidade (ANDRADE et al., 2019).

O problema se acentua com os polímeros de vida curta pós-consumo, descartados em menos de um ano (PLASTICS EUROPE, 2021). Em muitos casos, esses materiais, inicialmente destinados a um único uso, apresentam potencial para reuso mesmo após seu consumo. A gestão inadequada desses materiais pós-consumo de vida curta tem implicações ambientais, como a contaminação de ecossistemas terrestres e aquáticos.

A necessidade de abordar esse problema é urgente, e estratégias que promovam a reciclagem, reutilização e redução do consumo de polímeros descartáveis são extremamente importantes. Além disso, a inovação no design de embalagens, favorecendo materiais biodegradáveis e compostáveis, representa uma via promissora para mitigar os

impactos ambientais associados ao descarte desses materiais (SOW et al, 2018; MUMBACH et al., 2020; JANSRI et al., 2025).

De acordo com os indicadores de produção, demanda e resíduos de plásticos, atualmente os produtos poliméricos possuem um ciclo de uso entre 1 e 50 anos, e a quantidade de resíduos descartados a cada ano não representa a quantidade produzida, ou consumida neste mesmo período, devido à dificuldade de previsão desse descarte (PLASTICS EUROPE, 2021). O principal obstáculo para a reciclagem ou recuperação continua sendo o baixo preço do petróleo, matéria-prima bruta para produção da maioria dos polímeros.

Segundo a Plastics Europe (2026), a produção global de transformados plásticos em 2024 atingiu 430,9 milhões de toneladas, dos quais 10,2% tiveram origem em processos circulares. No mesmo ano, a produção global de resina pós-consumo (PCR), proveniente de resíduos poliméricos, foi de 41,2 milhões de toneladas. A China e o restante da Ásia foram responsáveis por 54,7% da produção global de plásticos reciclados pós-consumo, enquanto a América Central e do Sul contribuíram com 6,8% da produção de materiais plásticos de base circular.

No Brasil, em 2024, a produção de produtos plásticos totalizou 7,46 milhões de toneladas. Deste montante, cerca de 1,1 milhão de toneladas corresponderam a resinas poliméricas pós-consumo recicladas. Entre essas, o poli(etileno tereftalato) (PET) destacou-se como o material predominante, representando 46,2% do total reciclado, seguido pelo polietileno de alta densidade (PEAD), com 29,2%, e pelo EPS, responsável por 25,3% da reciclagem de resinas pós-consumo (ABIPLAST, 2025). As resinas recicladas pós-consumo representaram 21% de todos os plásticos transformados no país, com destaque para a região Sul, responsável por 33% da reciclagem mecânica nacional.

Chaukura et al. (2016) constataram que, em países desenvolvidos, os resíduos de EPS são geralmente encaminhados para aterros controlados ou submetidos à incineração, enquanto, em países em desenvolvimento, esses resíduos são frequentemente queimados a céu aberto. A tecnologia de incineração, entretanto, requer controle rigoroso devido à emissão de gases de efeito estufa, como óxidos de carbono (CO_x) e de nitrogênio (NO_x).

A reciclagem do EPS pós-consumo pode ser realizada por processos mecânicos, térmicos, químicos ou termoquímicos (SINGH et al., 2017). Entre as alternativas, a dissolução em solventes destaca-se como uma rota promissora, podendo ser conduzida tanto com solventes tradicionais, geralmente tóxicos e de alto custo, como tolueno e clorofórmio (GIL-JASSO et al., 2022), quanto em solventes verdes, dentre os quais se destacam o *p*-cimeno e o *d*-limoneno, em função de sua maior compatibilidade ambiental (ZHAO; XU-DONG; HONG-GANG, 2018).

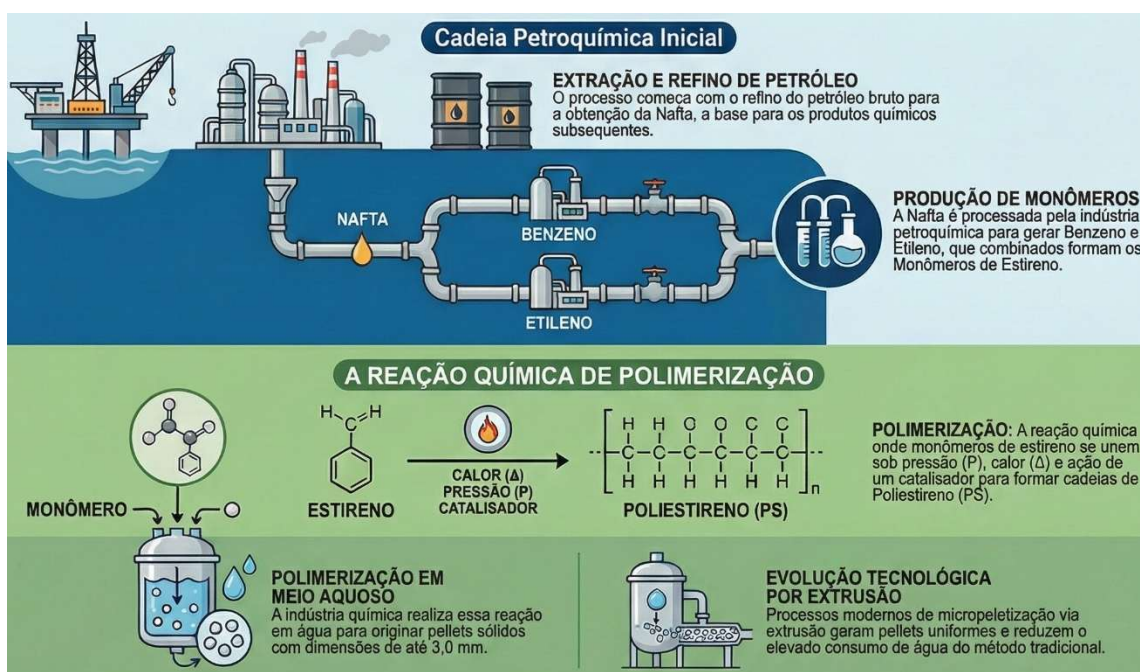
Por se tratar do polímero em destaque nesse estudo, a seguir serão apresentadas informações específicas sobre esse material, incluindo suas principais características, aplicações potenciais e a capacidade de reaproveitamento do resíduo de EPS como material adsorvente.

3.2 POLIESTIRENO EXPANDIDO (EPS)

O PS é classificado com um termoplástico, em virtude de sua capacidade de amolecer ou fluir sob variações de temperatura e pressão, de forma reversível. A configuração de sua cadeia polimérica está relacionada aos arranjos moleculares e às ligações químicas intramoleculares. Na polimerização comercial do PS, observa-se predominantemente o encadeamento cabeça-cauda, uma vez que o grupo lateral do estireno (anel benzênico) apresenta elevado volume estérico (CANEVAROLO, 2006).

O EPS, por sua vez, é constituído por aproximadamente 2% de PS e 98% de vazios. Trata-se de um plástico celular rígido, resultante da polimerização do estireno em meio aquoso (**Figura 1**). A conversão do poliestireno em EPS, contudo, requer um conjunto adicional de transformações físicas, nas quais o agente expensor exerce papel central na formação da morfologia celular característica.

Figura 1 – Síntese do processo de produção do EPS, destacando as etapas desde o refino do petróleo até a obtenção da nafta, formação dos monômeros de estireno, polimerização e incorporação de aditivos (pentano e água)



Fonte: imagem gerada por IA na plataforma NotebookLM (2026)

O agente expensor no processo de polimerização do PS é o pentano, um hidrocarboneto que se decompõe por meio de reações fotoquímicas, sem causar danos ao meio ambiente (CALHEIROS, 2013). A tecnologia produtiva do EPS evoluiu para processos baseados em extrusão, capazes de gerar *pellets* de tamanho uniforme. Nesses casos, partindo diretamente da etapa de micropeletização do PS, o pentano atua como

alternativa ao processo tradicional de polimerização do monômero de estireno, que exige elevado consumo de água.

De acordo com Silva (2021), o processo de transformação física da formação do EPS pode ser descrito nas seguintes etapas:

- a) pré-expansão – a partir da aplicação de vapor pré-aquecido em um expansor, o PS é expandido em até 50 vezes, formando *pellets* compostos por pequenas células fechadas;
- b) armazenamento intermediário – durante o resfriamento dos *pellets*, ocorre uma depressão no interior das células, e então o ar preenche os espaços internos;
- c) modelagem – o material obtido na etapa anterior é introduzido em moldes vaporizados, nos quais ocorre a fusão superficial dos *pellets*, promovendo sua soldagem e conferindo rigidez ao conjunto. Em seguida, os *pellets* expandem-se e se conformam ao formato do molde.

O EPS é, portanto, um termoplástico leve, de células fechadas e quimicamente inerte, amplamente utilizado em setores como construção civil, isolamento térmico e acústico, embalagens e indústria automotiva, em razão de suas propriedades de baixa condutividade térmica e alta resistência a impactos (GIL-JASSO et al., 2019).

3.3 APLICAÇÕES DOS RESÍDUOS DE EPS

O EPS apresenta propriedades térmicas, isolantes, boa resistência mecânica, e baixo custo de produção. Sua versatilidade em moldagem e processamento permite ampla gama de aplicações, com economias significativas em termos de design e desenvolvimento, minimização de perdas no processo e otimização de recursos (CHAUKURA et al., 2016).

Calder et al. (2018) avaliaram o efeito da dissolução de resíduos de EPS em acetona para misturas de biodiesel-diesel, observando redução no consumo de energia dos freios dos motores testados. As misturas contendo biodiesel, EPS e acetona desempenho superior ao do diesel puro, além de menor emissão de NO_x.

Estudos sobre a incorporação de resíduos de EPS na construção civil indicam viabilidade técnica e econômica para a substituição de agregado graúdo (brita) por EPS (CARVALHO; MOTTA, 2019). A adição de resíduos de EPS em concretos, revestimentos e componentes não-estruturais resulta em redução de custos, diminuição do peso dos materiais e menor impacto ambiental. Petrella et al. (2020), por exemplo, analisaram as propriedades isolantes e a capacidade de adsorção de água em argamassas de cimento contendo EPS e obtiveram conglomerados termoisolantes com alto desempenho, com reaproveitamento de matérias-primas secundárias.

Entre as aplicações dos resíduos de EPS, as soluções associadas aos processos de fabricação de fibras em escala nanométrica mostram-se particularmente promissoras, pois permitem potencializar propriedades físicas e químicas, além de conferir novas funcionalidades, como a capacidade de adsorção. Quando transformados em fibras ou membranas, os resíduos de EPS podem adquirir valor agregado, sendo aplicados em processos de tratamento ou remediação de águas. Alguns solventes orgânicos, como clorofórmio, por exemplo, são utilizados na dissolução desses resíduos e na produção subsequente de fibras sorventes (CHAUKURA et al., 2016).

A fabricação de fibras de EPS tem sido amplamente pesquisada como alternativa de menor custo para aplicações que demandam caráter hidrofóbico, em comparação às fibras de fonte natural, como a celulose, algodão, seda, entre outras. Os processos de obtenção dessas fibras naturais requerem etapas adicionais de isolamento e purificação de componentes biológicos presentes nessas matérias-primas (BUDLAYAN et al., 2021). As

fibras classificadas como muito finas, com diâmetro de até 10 μm , apresentam elevada área superficial e estrutura extrafina, o que lhes confere propriedades diferenciadas em relação às fibras convencionais do mesmo material (RAGHVENDRA; SRAVANTHI, 2017).

O avanço tecnológico na fabricação de fibras tem desempenhado papel essencial em diversos segmentos industriais, abrangendo desde aplicações tradicionais nas indústrias têxtil e de vestuário até setores estratégicos, como o médico, o higiênico e o de filtração (BUDLAYAN et al., 2021).

3.3.1 Adsorventes poliméricos

De acordo com a ASTM F726 (2017), um sorvente é um material insolúvel ou uma mistura de materiais para recuperar líquidos por meio de mecanismos de absorção ou adsorção, ou ambos. Absorvente é um material que capta e retém um líquido distribuído por sua estrutura molecular, enquanto um material adsorvente é recoberto por um líquido através de poros e capilares de sua superfície, por meio de interações físicas ou químicas, resultando na redução da concentração dessas espécies em uma fase fluida.

Polímeros como polipropileno (PP), espumas de poliuretano (PU) e PS têm sido investigados como sorventes sintéticos devido às suas excelentes propriedades hidrofóbicas e oleofílicas (SILVEIRA, 2018). O PP, conhecido por sua alta resistência química e durabilidade, apresenta propriedades hidrofóbicas que o tornam eficiente na repelência à água. As espumas de PU, por sua vez, possuem uma estrutura porosa que as tornam altamente oleofílicas, sendo capazes de absorver óleos e substâncias lipídicas de maneira eficaz. Já o PS destaca-se por sua afinidade com óleos e baixa afinidade pela água, resultando em excelentes propriedades hidrofóbicas.

Membranas revestidas com fibras de resíduos de EPS exibem comportamento hidrofóbico (ângulo de contato com a água de aproximadamente 138°) e superoleofílico

(ângulo de contato com óleo próximo de 0°), alcançando eficiências de separação óleo-água de até 97% em misturas contendo diesel. A compreensão de suas propriedades específicas não apenas estimula o desenvolvimento de novas abordagens em remediação ambiental e tratamento de efluentes, mas também contribui para a criação de soluções mais sustentáveis e eficazes na gestão de poluentes, representando um avanço significativo em direção à preservação do meio ambiente (SOW et al, 2018).

Características como hidrofobicidade, oleofilicidade e boa capacidade de adsorção são fundamentais para um adsorvente em processos de separação entre óleo e água (HARIDHARAN et al., 2022). Além disso, quanto maior for a área específica do sorvente, maior será a sua afinidade pelo óleo. Por conseguinte, os adsorventes fibrosos com diâmetros variando do submicrométrico ao nanométrico são considerados sorventes potenciais para a remoção de derramamentos de óleo (ALNAQBI et al., 2016).

Os métodos de adsorção e filtração para remoção de metais pesados e compostos orgânicos têm sido objeto de estudo de vários pesquisadores, devido à preocupação com o meio aquático. Além da capacidade seletiva para a remoção de micropartículas, sólidos suspensos e metais pesados, as membranas de nanofibras oferecem uma solução promissora para remoção de compostos orgânicos da água (LI et al., 2015).

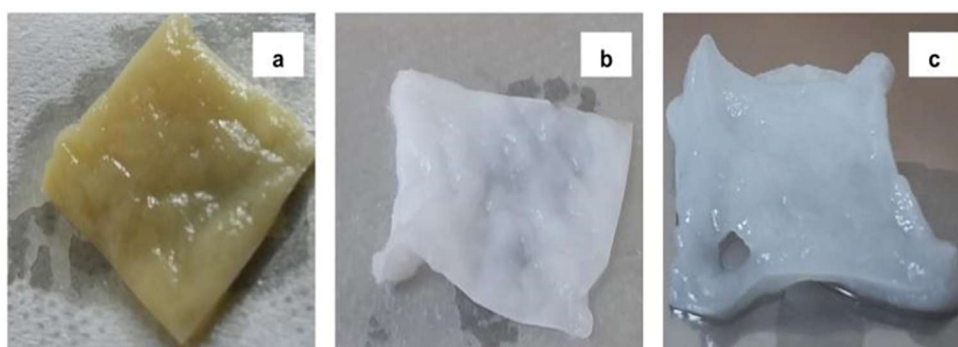
No estudo conduzido por Lee et al. (2013), foram desenvolvidas nanofibras de EPS através do processo de eletrofiação, caracterizadas por propriedades de superhidrofobicidade e superoleofilicidade. A membrana apresentou comportamento superhidrofóbico e superoleofílico, com ângulo de contato com a água de $155 \pm 3^\circ$ e com o diesel de 0° . Além disso, o diesel molhou completamente a superfície em apenas 0,5 s, evidenciando elevada afinidade pelo óleo e baixa adesão à água. Essas características únicas são essenciais para a eficácia da membrana na seletividade e absorção de óleo em ambientes aquáticos.

Esses elementos atuam em conjunto para facilitar o molhamento seletivo, permitindo que a membrana absorva seletivamente o óleo presente em uma mistura de óleo e água. Esse avanço representa um passo importante na busca por soluções eficazes na gestão de derramamentos de óleos e na remediação de corpos d'água contaminados. A molhabilidade especial para materiais de separação óleo/água pode atingir a produção em escala industrial para uso para derramamentos de óleo e tratamento de águas residuais (WANG et al., 2016).

A utilização combinada de polímeros como o PS e o poli(cloreto de vinila) (PVC) como sorventes em situações de derramamentos de petróleo demonstrou uma notável capacidade de adsorção de 146, 119, 38 e 81 g g⁻¹ para óleo de motor, óleo de amendoim, diesel e etilenoglicol, respectivamente, em comparação às membranas de PP disponíveis comercialmente (ZHU et al., 2011). Esses sorventes mistos exibiram uma elevada capacidade de sorção para óleos de motor e diesel, que são considerados óleos processados e de baixa viscosidade.

O EPS é um material poroso e hidrofóbico, e essas características lhe conferem uma propriedade sorvente com potencial para aplicações em tecnologias modernas de separação de óleo/água, conforme ilustra a **Figura 2**.

Figura 2 – Amostras de mantas de nanofibras de EPS após ensaio de adsorção de diferentes óleos: **(a)** óleo lubrificante, **(b)** vaselina líquida e **(c)** óleo mineral refinado



Fonte: Silveira (2018)

3.4 SOLVENTES UTILIZADOS NA DISSOLUÇÃO DE EPS

Os processos de dissolução têm se destacado como uma alternativa sustentável, uma vez que, por meio do uso de solventes orgânicos, é possível remover impurezas e recuperar o polímero por reprecipitação ou desvolatilização (GIL-JASSO et al., 2022). Geralmente, nesses processos de dissolução, empregam-se solventes derivados do petróleo, como xileno, tolueno, benzeno, clorofórmio, entre outros, para promover a dissolução do EPS (CELLA et al., 2018). Entretanto, tais solventes apresentam impacto ambiental significativo, além de serem classificados como compostos potencialmente carcinogênicos (DAVIDSON et al., 2021).

Zhao et al. (2018) apresentaram uma revisão voltada para um método de recuperação de solventes utilizados na separação de resíduos plásticos misturados. Esse método inclui etapas de dissolução, reprecipitação e extração com fluido supercrítico, permitindo a obtenção de polímeros de alta qualidade em comparação aos materiais virgens. De acordo com Sousa et al. (2013), a solubilidade dos polímeros é influenciada por parâmetros termodinâmicos e cinéticos, sendo este último o limitador do processo, por estar diretamente relacionado à difusão do solvente na matriz polimérica. A escolha do solvente, por sua vez, depende principalmente da afinidade polímero/solvente, normalmente expressa pelos parâmetros de solubilidade. Quanto mais próximos forem os parâmetros do solvente e do polímero, maior será a interação intermolecular e, conseqüentemente, a capacidade de dissolução (GARCÍA et al., 2024).

No contexto das pesquisas sobre a dissolução do EPS, diversas investigações têm sido conduzidas com o objetivo de identificar os solventes mais eficazes. Entre eles, destacam-se o terpineno, o cimeno e o felandreno. Contudo, um solvente que se sobressai não apenas pela sua eficiência na dissolução do EPS, mas também por suas propriedades

antioxidantes em processos térmicos, é o limoneno (NOGUCHI et al., 1998). O termo “limoneno” é empregado na presente revisão bibliográfica de maneira genérica, abrangendo seus diferentes isômeros ópticos, como R-(+)-limoneno e S-(-)-limoneno, exceto nos trechos em que a configuração estereoquímica é relevante. Ressalta-se, entretanto, que a etapa experimental desenvolvida neste trabalho utilizou exclusivamente o R-(+)-limoneno.

Esse composto, presente em óleos cítricos, tem se mostrado particularmente eficiente na dissolução do EPS, configurando-se como uma alternativa promissora para aplicações em reciclagem. Além disso, sua ação antioxidante confere vantagens adicionais em procedimentos térmicos, nos quais a estabilidade do polímero é fator determinante para o desempenho do processo.

Avanços significativos também têm sido observados nas pesquisas voltadas ao uso de solventes ecologicamente sustentáveis como alternativa aos derivados de petróleo. Estratégias que incorporam práticas ecológicas, como o uso de ultrassom assistido, extração com fluidos supercríticos e aplicação de micro-ondas, têm contribuído para a redução do tempo de processamento, do consumo energético e hídrico, bem como a pegada de carbono associada (CHEMAT et al., 2017). De acordo com Aissou et al. (2017), vários estudos têm evidenciado o potencial de solventes verdes como substitutos viáveis aos solventes petroquímicos na extração de compostos bioativos. A escolha desses solventes deve considerar a rota tecnológica de extração e a manutenção das propriedades físico-químicas durante o processamento.

A **Tabela 1** apresenta alguns exemplos de solventes empregados na solubilização do EPS a 25 °C.

Tabela 1 – Exemplos de solventes empregados na solubilização do (EPS) a 25 °C, com os respectivos valores de solubilidade

Solvente	Solubilidade (g mL ⁻¹)	Solvente	Solubilidade (g mL ⁻¹)
Óleo de flor de laranjeira	0,60	Benzeno	0,68
Óleo de lírio	0,61	Tolueno	0,60
Óleo de lavanda	0,72	Tetrahydrofurano	0,40
Óleo de violeta	0,54	Clorofórmio	1,28
Óleo de jasmim	0,82	R-(+)-limoneno	0,26
Óleo de gardênia	0,55	Eucaliptol	0,10

Fonte: adaptado de Gil-Jasso et al. (2022)

Certos tipos de solventes, como líquidos iônicos, solventes eutéticos e fluidos supercríticos, como o de CO₂, vêm ganhando destaque em pesquisas recentes (CAMARGO et al., 2019). Os líquidos iônicos, também conhecidos como super solventes, apresentam elevada versatilidade, sendo capazes de dissolver polímeros tradicionalmente insolúveis em solventes convencionais, como celulose, PVC e PS (HULSBOSCH et al., 2016). Sua aplicação não se limita a materiais orgânicos ou inorgânicos, em razão da flexibilidade de suas propriedades, que podem ser moduladas por diferentes combinações cátion-ânion (TOMAR e JAIN, 2022).

A disponibilidade de determinados tipos de solventes, bem como a adequação da metodologia empregada na transformação do polímero em um novo material, são fatores determinantes para sua seleção. Neste trabalho, o objetivo é utilizar solventes verdes, como o R-(+)-limoneno e a terebintina, que têm apresentado resultados promissores na literatura quanto à capacidade de solubilizar o EPS.

3.4.1 R-(+)-limoneno e terebintina

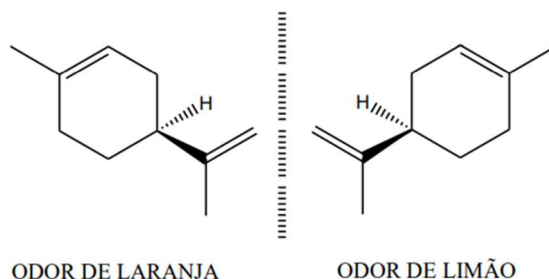
Os resíduos provenientes da indústria alimentícia apresentam potencial para reaproveitamento como biomassa na produção de óleos essenciais, reduzindo a necessidade de matérias-primas virgens e possibilitando outras possíveis aplicações nos setores cosmético e farmacêutico. Durante o processamento de laranjas, por exemplo, é possível obter óleo essencial cujo composto principal componente é o R-(+)-limoneno, além de bioetanol e nanocelulose (PIRES et al., 2018).

O R-(+)-limoneno é um terpeno e constitui um dos principais componentes dos óleos essenciais, os quais são, em sua maioria, líquidos à temperatura ambiente (HATTORI, 2015). Os terpenos apresentam elevada capacidade de dissolver quantidades significativas de EPS quando comparados aos solventes derivados do petróleo. No trabalho de Hattori (2015), por exemplo, verificou-se que o R-(+)-limoneno foi capaz de dissolver 127 g de EPS para cada 100 g de solvente, enquanto o tolueno dissolveu 117 g de EPS na mesma proporção.

A Associação de Produtos Cítricos Renováveis (APCR) destaca que o R-(+)-limoneno possui o perfil ambiental mais sustentável, apresentando menor contribuição para o aquecimento global, acidificação, formação de poluentes atmosféricos e depleção de recursos naturais, quando comparado aos seus análogos petroquímicos (CIRIMINNA et al., 2014).

De acordo com Silva et al. (2022), o R-(+)-limoneno (1-metil-4-isopropenil-ciclohexeno), de fórmula molecular $C_{10}H_{16}$, contém em sua estrutura um anel cicloexeno e um carbono quiral. Essa característica confere à molécula atividade óptica, originando dois enantiômeros que são imagens especulares não sobreponíveis. O R-(+)-limoneno, também denominado *d*-limoneno, possui odor característico de laranja, enquanto o S-(+)-limoneno, ou *l*-limoneno, apresenta odor de limão (**Figura 3**).

Figura 3 – Fórmulas estruturais dos enantiômeros do limoneno: R-(+)-limoneno (*d*-limoneno) e S-(–)-limoneno (*l*-limoneno). Ambos são compostos opticamente ativos, que se distinguem pelo odor característico de laranja e limão, respectivamente



Fonte: Hattori (2015)

Uma característica notável dos isômeros ópticos é a forma como eles interagem com a luz polarizada, propriedade intrínseca de compostos que apresentam carbonos quirais. Esses átomos de carbono funcionam como centros estereogênicos, designados pelas configurações absolutas *R* ou *S*, conforme regras específicas de nomenclatura para moléculas tridimensionais. Nesse contexto, uma substância opticamente ativa é classificada como dextrógira quando desvia a luz polarizada para a direita, e levógira quando o desvio ocorre para a esquerda. Adicionalmente, emprega-se a notação (+) e (–) para indicar o sinal de rotação óptica dos enantiômeros: o prefixo (+) corresponde à rotação positiva, enquanto o prefixo (–) indica rotação negativa (MC NAUGHT e WILKINSON, 2012).

Em seu trabalho, Pires et al. (2018) destacaram o limoneno como um composto de ampla aplicação na indústria química, sendo utilizado na síntese de outros compostos estruturalmente semelhantes, na fabricação de borrachas e tintas, como agente dispersante para óleos, componente de óleos essenciais artificiais e solvente para resinas. Na avaliação do potencial de um solvente verde, devem ser considerados parâmetros como solubilidade, toxicidade e eficiência energética. Nesse contexto, um estudo de toxicidade classificou o R-(+)-limoneno como atóxico, de acordo com a legislação europeia (AISSOU et al., 2017).

No âmbito comercial, o limoneno apresenta elevado valor agregado e tem despertado interesse como matéria-prima renovável derivada de biomassa. Estima-se que a indústria de cítricos produza cerca de 30 mil toneladas anuais de R-(+)-limoneno (PENIDO et al., 2022).

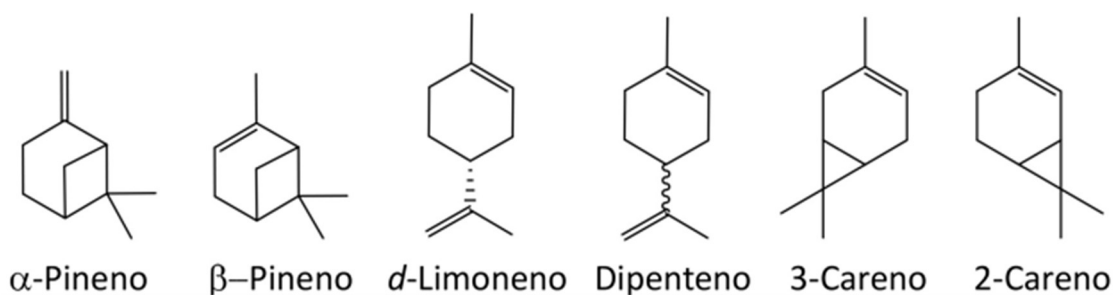
O óleo de terebintina, por sua vez, é um produto rico em diferentes terpenos, tendo o α -pineno e o β -pineno como componentes principais, podendo ainda conter limoneno e careno, dependendo da espécie de origem e da região de cultivo (PENIDO et al., 2022).

Segundo Santos (2005), a terebintina origina-se da oleoresina produzida nas células dos tecidos vegetais e pode ser denominada de terebintina de goma ou resina, terebintina destilada de madeira, terebintina sulfito e terebintina Kraft ou sulfatada bruta, sendo esta última obtida como subproduto do processo Kraft de polpação do *Pinus* na produção de papel. Essa terebintina contém impurezas residuais do processamento, e, após desodorização e purificação, obtém-se a terebintina refinada.

A indústria de celulose desempenha um papel fundamental na produção de óleo de terebintina. Após a extração da goma da árvore de *Pinus*, a separação do óleo ocorre por destilação, etapa na qual os terpenos são volatilizados e posteriormente recolhidos na forma líquida de óleo de terebintina (SANTOS, 2005).

A **Figura 4** apresenta as fórmulas estruturais dos principais terpenos identificados no óleo de terebintina.

Figura 4 – Fórmulas estruturais dos principais terpenos identificados no óleo de terebintina



Fonte: Penido et al. (2022)

Tibbetts e Bull (2021) destacam a terebintina sulfatada bruta como a fonte mais barata e amplamente disponível de biomassa monoterpênica, com produção estimada em 260 mil toneladas anuais como subproduto da indústria papelreira. Além disso, mais de 100 mil toneladas anuais de terebintina de goma rica em pineno são obtidas por meio da exploração sustentável de troncos de árvores.

Os principais produtos derivados da terebintina têm origem no α -terpinol, amplamente utilizado em fragrâncias, solventes, ceras, aromas, tintas, solventes, desinfetantes e sabões. No Brasil, a terebintina é empregada principalmente como solvente industrial, já que presença de contaminantes exige processos adicionais de refino. Por essa razão, grande parte da produção nacional é destinada à exportação, sobretudo para países que dominam as etapas de purificação e fracionamento (SANTOS, 2005).

É importante ressaltar que os custos operacionais do fracionamento da terebintina sulfatada bruta em monoterpênicos individuais são elevados, devido à presença de contaminantes sulfurados que podem comprometer processos catalíticos aplicados a matérias-primas monoterpênicas, aumentando o custo global do processo (TIBBETTS e BULL, 2021).

Jeevanenthram et al. (2020) reportaram resultados promissores com a utilização da terebintina em misturas com óleo diesel, como alternativa de combustível renovável. Os autores observaram que a adição de proporções específicas desse composto a derivados de petróleo reduz significativamente a emissão de poluentes atmosféricos. Além disso, a terebintina já era empregada como solvente em aplicações médicas desde os primeiros sistemas térmicos.

Outro aspecto relevante é o potencial da terebintina como substituto de solventes convencionais utilizados na indústria de extração, como clorofórmio, tolueno e benzeno. Suas principais vantagens são a baixa toxicidade, a origem renovável e a fácil degradação

ambiental, características que reforçam seu papel como solvente verde em processos extrativos e contribuem para a redução da poluição ambiental e das emissões (CUI et al., 2018).

Dessa forma, as pesquisas referenciadas neste estudo evidenciam que tanto o R-(+)-limoneno quanto a terebintina constituem matérias-primas versáteis, com múltiplas aplicações em diferentes setores. Embora sejam obtidos de fontes distintas e extraídos por processos específicos, ambos exibem propriedades de grande interesse industrial e ambiental.

3.4.2 Aspectos físico-químicos e estruturais na solubilização de polímeros

Segundo Canevarolo (2006), algumas regras fundamentais devem ser observadas no processo de solubilização de um polímero: *(i)* a semelhança química e estrutural entre o polímero e solvente, e *(ii)* a dependência da solubilidade, para um dado par polímero/solvente, em relação à temperatura e à massa molar da cadeia polimérica.

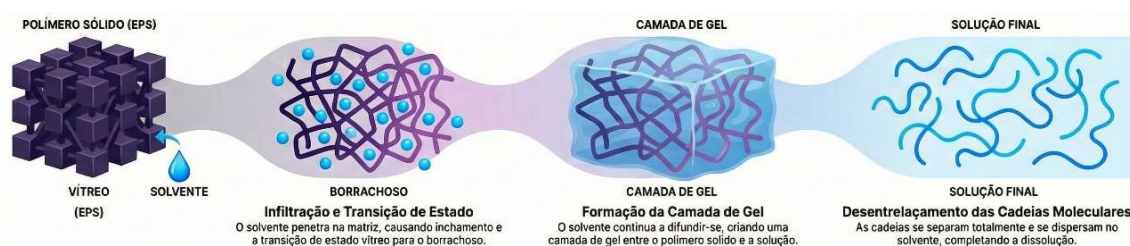
O processo de solubilização inicia-se com a difusão das moléculas do solvente no interior do polímero, resultando na formação de um gel. Em seguida, esse gel se desintegra devido ao excesso de solvente, promovendo a separação das cadeias poliméricas e originando, por fim, uma solução verdadeira (CANEVAROLO, 2006; SANFELICE, PAVINATTO e CORRÊA, 2022). A cinética desse processo está diretamente associada à polaridade e à massa molar do polímero: quanto maior a cadeia, maior a energia necessária para romper as interações intermoleculares e permitir a completa dissolução (FLORENCE, ATTWOOD e ROTHSCHILD, 2011).

Nos polímeros de natureza amorfa, como o EPS, as cadeias encontram-se dispostas de forma desordenada, em contraste com as regiões cristalinas. Essa desorganização

estrutural confere maior mobilidade às cadeias e aumento o volume livre entre elas, facilitando a penetração do solvente (ARJANGGI e KANSEDO, 2020).

A **Figura 5** apresenta o mecanismo da dissolução polimérica. Inicialmente, o solvente, mais móvel que as cadeias do polímero, penetra na matriz, promovendo o inchamento e formando uma camada de gel altamente viscosa. Na sequência, as cadeias poliméricas se desentrelaçam e difundem-se no solvente. A taxa desse processo depende da dinâmica molecular das cadeias e está diretamente relacionada à massa molar do polímero (HOLMBERG et al., 2002).

Figura 5 – Representação esquemática do mecanismo de dissolução polimérica, evidenciando as etapas de infiltração, inchamento, formação de gel, difusão do solvente e desentrelaçamento das cadeias

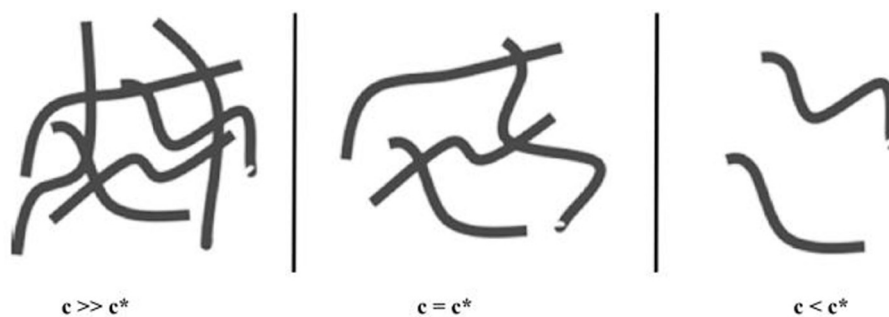


Fonte: imagem gerada por IA na plataforma NotebookLM (2026)

A concentração do polímero também impacta a mobilidade de suas cadeias. O aumento da concentração reduz o espaço livre entre as moléculas, estabelecendo três regimes distintos: concentrado, semi-diluído e diluído (CARDOSO, 2015). De acordo com Kronberg et al. (2014), soluções inicialmente concentradas, com concentração igual ou superior à concentração de entrelaçamento (c^*), comportam-se como redes altamente interligadas, com elevada viscosidade. No regime semi-diluído ($c \approx c^*$), forma-se uma rede transitória decorrente da sobreposição parcial das cadeias. Já no regime diluído ($c < c^*$), as cadeias permanecem isoladas e livres de interações significativas, movimentando-se independentemente. Esse comportamento está ilustrado na **Figura 6**.

De forma geral, os polímeros podem adotar diferentes conformações, como novelo aleatório, cadeia estendida ou hélice. Em soluções diluídas, o aspecto final corresponde a cadeias em novelo aleatório dispersas; em soluções mais concentradas, predominam cadeias entrelaçadas, semelhantes à representação ($c \gg c^*$). Para polímeros sintéticos, a configuração de novelo aleatório é a mais comumente observada (HOLMBERG et al., 2002).

Figura 6 – Representação esquemática dos regimes de concentração polimérica em solução em função da concentração relativa à concentração de entrelaçamento (c)



Fonte: adaptado de Cardoso (2015)

3.5 FABRICAÇÃO DE FIBRAS

Os processos de fabricação de fibras podem envolver processos físicos, químicos, térmicos ou eletrostáticos (RODRIGUES et al., 2021). Dentre os processos mais utilizados para a obtenção de micro e nanofibras, destacam-se aqueles baseados em técnicas de fiação (do inglês, *spinning*), das quais derivam a eletrofiação (do inglês, *electrospinning*), a fiação por sopro de solução (do inglês, *solution blow spinning* – SBS) e a rotofiação (do inglês, *rotary jet spinning* – RJS).

A eletrofiação, inicialmente restrita a aplicações laboratoriais, já conta com equipamentos desenvolvidos em escala industrial, como o NanoSpider™, fabricado pela

empresa Elmarco. Esses sistemas, operando de forma combinada, são capazes de produzir dezenas de milhares de metros quadrados de nanofibras anualmente (ELMARCO, 2023).

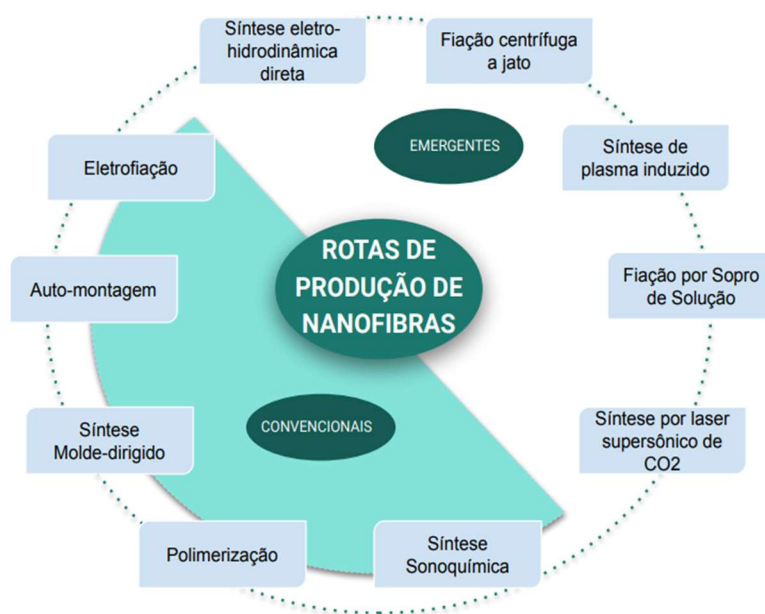
A produção de fibras em escalas micro e nanométricas é fortemente influenciada por fatores ambientais, pelas propriedades físico-químicas do polímero e pela compatibilidade dos solventes empregados. Parâmetros do processo de fiação, como a técnica utilizada e a distância entre o bico aplicador e o coletor, são cruciais para o controle da espessura das fibras. Outras variáveis, como a pressão de ar na aplicação, a concentração da solução polimérica e a temperatura de operação, também exercem papel determinante na morfologia final, resultando em fibras com diferentes diâmetros e distribuições (LI et al., 2019; ZHANG et al., 2021; ZDRAVEVA et al., 2025; JANSRI et al., 2025).

Processos emergentes, como RJS e fiação por força centrífuga (do inglês, *centrifugal spinning* – CS), apresentam boa uniformidade na deposição, característica desejável da produção de nanofibras. A técnica *Forcespinning*TM, uma aplicação comercial da CS, foi inicialmente desenvolvida e patenteada pela Universidade do Texas, com uso de um equipamento de RJS, adquirida em 2017 pela empresa Parker Hannifin que comercializa equipamentos para produção de nanofibras através da FibeRio (ROGALSKI et al., 2017).

A RJS, é uma técnica desenvolvida para a produção de fibras em alta velocidade. Nesse processo, o jato de fluido é expelido por um orifício centralizado e, sob a ação da força centrífuga, é projetado e depositado nas paredes internas do reservatório. Outras técnicas relacionadas à produção de fibras poliméricas, envolvendo o controle de pressão, vazão e composição da solução, são descritas na literatura como fiação por sopro de solução fundida, fiação por sopro de ar, fiação centrífuga ou fiação rotativa (GOLECKI et al., 2014; PAGANOTTO et al., 2021; PENCONEK et al., 2023).

No estudo conduzido por Kenry e Lim (2017), que revisou as técnicas de obtenção de fibras nanométricas, foram abordadas tanto as rotas convencionais quanto as tendências emergentes, com ênfase na produção e nas aplicações de nanofibras poliméricas. O trabalho contempla múltiplas abordagens para a fabricação de nanofibras, englobando técnicas tradicionais e estratégias inovadoras, conforme ilustrado na **Figura 7**.

Figura 7 – Esquema das principais técnicas empregadas na produção de nanofibras, classificados em rotas convencionais e rotas emergentes



Fonte: adaptado de Kenry e Lim (2017)

Entre as técnicas emergentes para a produção de fibras poliméricas ultrafinas, destaca-se a fiação por sopro eletrofiado (do inglês, *electro-blown spinning* - EBS), um método híbrido que combina o estiramento pneumático do (SBS) com as forças eletrostáticas da eletrofiação (ELNABAWY et al., 2024). Essa integração melhora o alongamento do jato, favorece a formação de fibras mais finas e uniformes e permite maior densidade de jatos, especialmente em configurações de múltiplas agulhas, tornando o EBS uma alternativa promissora para aplicações que demandam elevada produtividade e qualidade de nanofibras (ZHENG et al., 2024).

A **Tabela 2** apresenta uma síntese dos principais estudos sobre a fabricação de fibras e superfícies porosas, destacando os objetivos, as características dos materiais obtidos, as metodologias de fiação e as capacidades adsorptivas.

Tabela 2 – Compilação de trabalhos de referência sobre a obtenção de fibras poliméricas, destacando técnicas, aplicações e desempenho em termos de capacidade adsorvente

Técnica	Aplicação	Material	Capacidade adsorvente	Diâmetro das fibras	Referência
RJS	Liberção controlada de fármacos	PVP-PU	-	2,0 - 2,5 μm	(LOPIANIAK et al, 2025)
RJS	Adsorventes para derramamentos de óleo	PLA	46 - 76,1 g g^{-1}	2,0 - 3,5 μm	(KINASHI et al, 2025)
SBS	Adsorventes para derramamentos de óleo	Resíduos de EPS	33,3 - 70,1 g g^{-1}	149 - 330 nm	(SILVEIRA et al, 2025)
RJS	Adsorventes para derramamentos de óleo	SIBS	10 - 23,1 g g^{-1}	5,9 \pm 2,3 μm	(KÁNTOR et al, 2024)
EBS	Membranas de filtração	PLA	> 98%	98 - 342 nm	(ELNABAWY et al., 2024)
EBS	Fabricação de nanofibras	PEO	-	223 \pm 75,4 nm	(ZHENG et al, 2024)
SBS	Filtros respiratórios	PBS	> 95%	199 - 315 nm	(PAKOLPAKÇIL, 2024)
SBS	Separação de óleo/água	PI	-	506 \pm 75,6 nm	(ZHAO et al., 2023)
SBS	Separação de óleo/água	PBS	18 - 38 g g^{-1}	130 nm	(BANG et al., 2023)
RJS	Fabricação de fibras reforçadas	PS-UHMW	40 - 55 g g^{-1}	0,5 - 3 μm	(MERCHIEERS et al, 2022)
RJS	Remoção de Pb (II) da água	EPS	28,86 mg	806 nm	(MARTINS et al, 2022)
RJS	Fabricação de fibras aplicações tecnológicas	Resíduos de EPS	-	407 - 38100 nm	(PAGANOTTO et al, 2021)
SBS	Remoção de poluentes	PA6	34 - 176 mg	139 - 456 nm	(ALVARENGA, 2021)
SBS	Adsorventes para derramamentos de óleo	PS	74 - 440 g g^{-1}	825 - 4600 nm	(ZHANG et al., 2021)
RJS	Separação de óleo/água	Resíduos de EPS	15,5 g g^{-1}	3,14 μm	(BUDLAYAN et al., (2021)
RJS	Adsorventes para derramamentos	PS	46,3 - 49,8 g g^{-1}	6 \pm 3,41 μm	(DOAN et al., 2019)
SBS	Separação de óleo/água	Resíduos de EPS	97%	329 - 536 nm	(SOW et al., 2018)

O processo de produção de fibras por SBS, também denominado fiação por jato de ar, será detalhado na seção seguinte, por se tratar de uma das técnicas aplicadas neste estudo. De modo análogo, será apresentada a metodologia referente à RJS, conduzida em equipamento que reproduz as condições experimentais descritas na literatura para essa técnica de obtenção de fibras.

3.5.1 Fiação por sopro de solução (SBS)

A SBS é uma técnica de produção de fibras que utiliza um equipamento similar a um aerógrafo, permitindo a deposição de fibras sobre substratos (suportes ou coletores) não condutores, adaptáveis e conformáveis a diferentes superfícies. O processo tradicional de SBS é normalmente realizado com anteparo estático; contudo, conforme evidenciado por Silveira (2018), essa configuração pode ocasionar perdas de material nas regiões periféricas do suporte, além da formação de aglomerados de fibras, devido à deposição manual e à ausência de movimento no coletor.

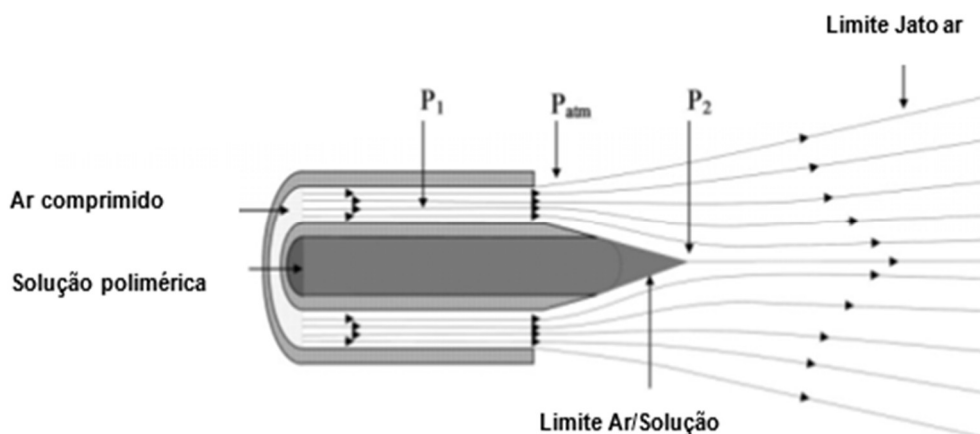
Essa técnica tem sido amplamente explorada na literatura para a produção de nanofibras (ABDAL-HAY et al., 2013) e foi posteriormente aprimorada por pesquisadores que incorporaram o uso de coletores do tipo tambor rotativo, capazes de promover deposição mais homogênea e alinhamento parcial das fibras.

Abdal-Hay et al. (2015) demonstraram que o princípio físico que fundamenta a técnica é o de Bernoulli, no qual as variações de pressão são convertidas em energia cinética. Quando o fluxo de gás de alta pressão (geralmente ar comprimido) é expelido pelo bico externo, ocorre uma queda abrupta da pressão (até a pressão atmosférica), o que aumenta a velocidade do fluxo gasoso. Esse jato de ar, ao interagir com a solução

polimérica alimentada pelo bico interno, provoca o alongamento e a solidificação do jato, resultando na formação de fibras de diâmetro nanométrico.

O esquema da **Figura 8** ilustra o mecanismo de alimentação da solução polimérica pela parte central da agulha e a injeção simultânea do ar comprimido. Na extremidade da ponteira, ocorre a mistura entre o ar e a solução, formando uma névoa que se estende e se solidifica, dando origem às fibras poliméricas. Detalhes adicionais sobre as condições experimentais empregadas neste processo serão discutidos nas seções subsequentes.

Figura 8 – Ilustração do mecanismo de funcionamento do aerógrafo e da formação de fibras a partir da ejeção de uma solução polimérica sob ação de ar comprimido. A diferença de pressão entre o interior do bico (P_1), a pressão atmosférica (P_{atm}) e a região externa de expansão (P_2)



Fonte: adaptado de Medeiros et al. (2009)

Diversos polímeros têm sido processados por meio do processo SBS, com o objetivo de identificar as condições ideais para a obtenção de fibras submicrométricas mais homogêneas em termos de morfologia (BENITO et al., 2017). Nesses estudos, as variáveis experimentais incluem a pressão de trabalho, a distância entre o bico e o alvo de deposição e a taxa de alimentação, mantendo-se constantes a concentração da solução e o diâmetro do bico.

Zhang et al. (2021), por exemplo, produziram fibras ultraleves de poliestireno (PS) com elevada capacidade de adsorção de óleos utilizando o processo SBS, empregando um cesto metálico perfurado como coletor para permitir a passagem de ar e a deposição eficiente das fibras.

De modo geral, a produção de fibras pelo processo SBS requer controle rigoroso de parâmetros como a concentração da solução polimérica, temperatura ambiente, diâmetro do bico do aerógrafo, pressão de trabalho, distância entre o bico e o coletor e taxa de alimentação. O ajuste adequado dessas variáveis, conforme as propriedades do polímero e do solvente utilizados, é essencial para garantir a uniformidade morfológica e o desempenho das fibras obtidas (ELNABAWY et al., 2023; ZHANG et al., 2021).

3.5.2 Rotofiação (RJS)

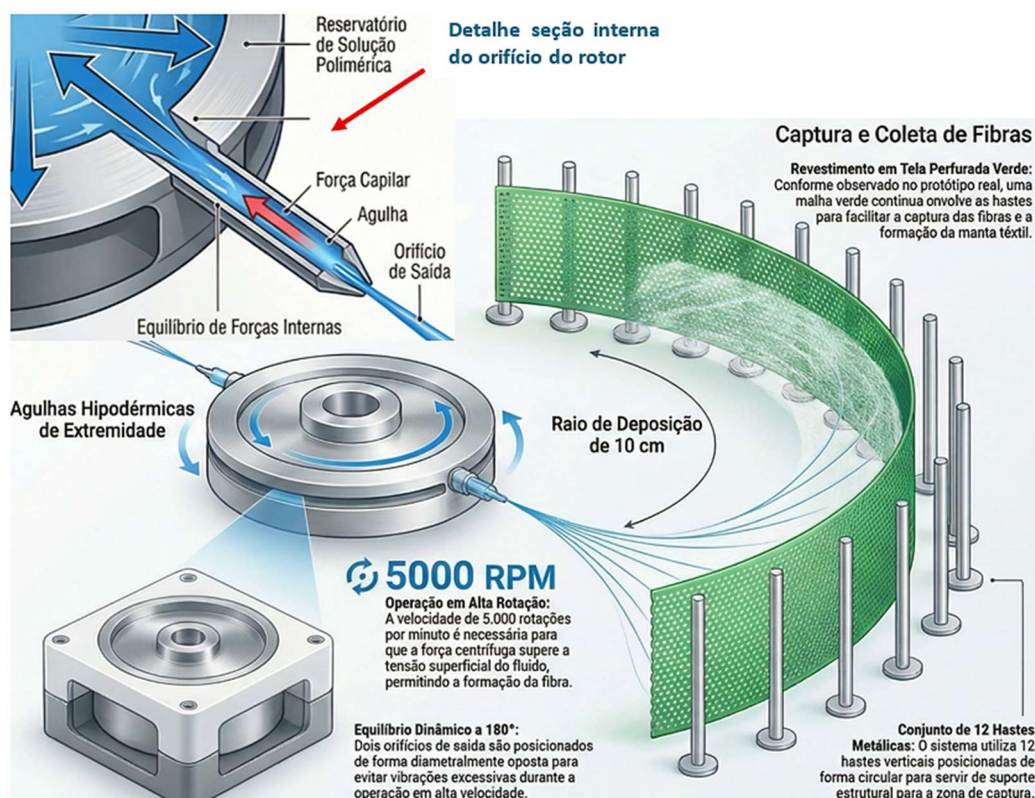
A fabricação de fibras pelo processo centrífugo possui registros de patente desde 1924, nos Estados Unidos, e posteriormente na década de 1980, na Europa (ZHANG et al., 2019). Com o avanço das técnicas de microscopia eletrônica e o desenvolvimento da Nanotecnologia, o número de patentes relacionadas a essa técnica aumentou consideravelmente, incluindo o projeto de equipamentos típicos de fiação centrífuga destinados à produção de fibras de carbono em nanoescala, utilizando a força centrífuga como mecanismo principal (WAGNER et al., 1990).

O processo RJS, baseia-se no uso do momento de inércia angular para ejetar um jato de solução precursora por meio de um orifício. Trata-se de uma técnica rápida e de fácil execução para a produção de nanofibras, que dispensa a aplicação de campo elétrico e é compatível com uma ampla variedade de polímeros. Além disso, permite a obtenção de estruturas fibrosas tridimensionais, contínuas e com diferentes graus de alinhamento (BADROSSAMAY et al., 2010).

Nos últimos anos, a RJS tem se destacado como uma técnica promissora para a produção de nanofibras em larga escala, devido à sua flexibilidade operacional, baixo custo e capacidade de gerar estruturas com propriedades específicas, inclusive em aplicações voltadas a adsorventes poliméricos (ZHANG et al., 2019; DOAN et al., 2019; BUDLAYAN et al., 2021; SEGALA; BERTUOL; TANABE, 2022; MARTINS et al., 2022).

De acordo com Badrossamay et al., (2010), quando o rotor atinge a velocidade crítica, momento em que a força centrífuga, somada à pressão hidrostática supera a força capilar, o polímero fundido ou solubilizado é ejetado através do orifício de saída. Assim, o jato polimérico sofre intenso alongamento antes da solidificação, originando fibras em escala nanométrica, conforme ilustrado na **Figura 9**.

Figura 9 – Representação esquemática do mecanismo de ejeção de fibras a partir de uma solução polimérica contida em um rotor em rotação



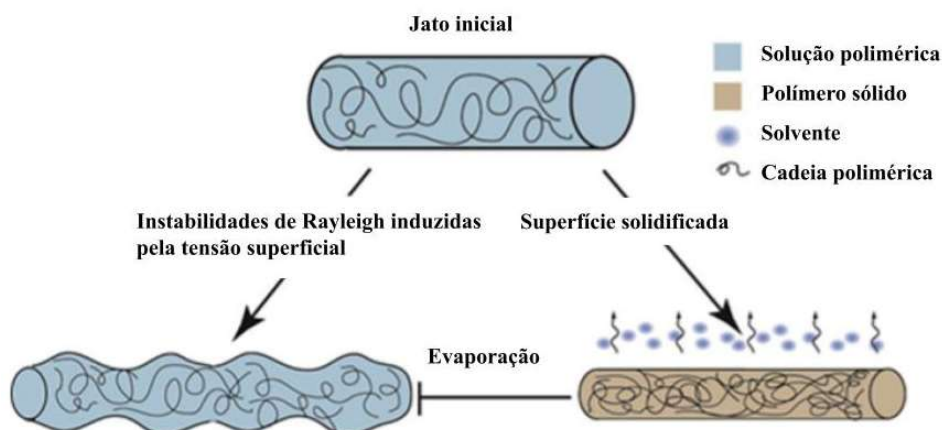
Fonte: imagem gerada por IA na plataforma NotebookLM (2026)

Entre os principais desafios da RJS, destacam-se a necessidade de otimização das propriedades da solução polimérica, como a tensão superficial, viscosidade e volatilidade do solvente, bem como o controle do diâmetro do capilar e do raio das hastes coletoras. A escolha da velocidade de rotação é outro parâmetro crítico, pois influencia diretamente o estiramento do jato polimérico e a formação de fibras contínuas (BADROSSAMAY et al., 2010; GOLECKI et al., 2014; DOAN et al., 2019).

Segundo Zhang et al (2019), no processo de CS, assim como na SBS, tanto materiais condutores quanto não condutores podem ser utilizados para a fabricação de nanofibras. Além disso, a RJS permite uma produção limpa, pois o polímero em fiação não requer a adição de solventes condutivos, o que amplia o espectro de materiais processáveis.

Esses parâmetros devem ser cuidadosamente ajustados em ambos os processos de fiação, não apenas para a obtenção de fibras ultrafinas, mas também para evitar a ruptura do jato e a formação de gotículas (*beads*), fenômeno comumente associado à instabilidade de *Plateau-Rayleigh* (LINDNER e WAGNER, 2009). A **Figura 10** ilustra o comportamento típico do jato polimérico e o surgimento de *beads* durante o processo de fiação.

Figura 10 – Ilustrativo da evolução do jato inicial de solução polimérica sujeito às instabilidades de Rayleigh, induzidas pela tensão superficial



Fonte: adaptado de Goleck et al. (2014)

Ao considerar as lacunas identificadas na literatura, a metodologia deste trabalho foi delineada para integrar, em uma única abordagem, a utilização de EPS pós-consumo como matéria-prima, o emprego de solventes terpênicos renováveis, em especial o R-(+)-limoneno e a terebintina, e a comparação sistemática entre as técnicas de SBS e RJS para a obtenção de fibras, correlacionando os parâmetros de processamento com a morfologia e o desempenho adsorvente dos materiais obtidos.

Dessa forma, buscou-se suprir a ausência de estudos que associassem simultaneamente resíduos poliméricos pós-consumo, solventes de fonte renovável, técnicas de fiação com baixo aporte energético e avaliação morfológica e funcional, propondo uma rota alternativa de valorização do EPS com potencial aplicação na remediação de derramamentos de derivados de petróleo.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo descreve os materiais e os procedimentos utilizados no desenvolvimento experimental. Inicialmente, são apresentados os materiais utilizados na formulação das soluções poliméricas **Seção 4.1**. Em seguida, a **Seção 4.2** trata da caracterização das amostras de EPS. A **Seção 4.3** detalha a preparação das soluções poliméricas, enquanto a **Seção 4.4** descreve os métodos aplicados à produção das fibras pelos processos de SBS e RJS. Por fim, a **Seção 4.5** apresenta as técnicas de caracterização das fibras, conforme sumarizado na **Figura 11**.

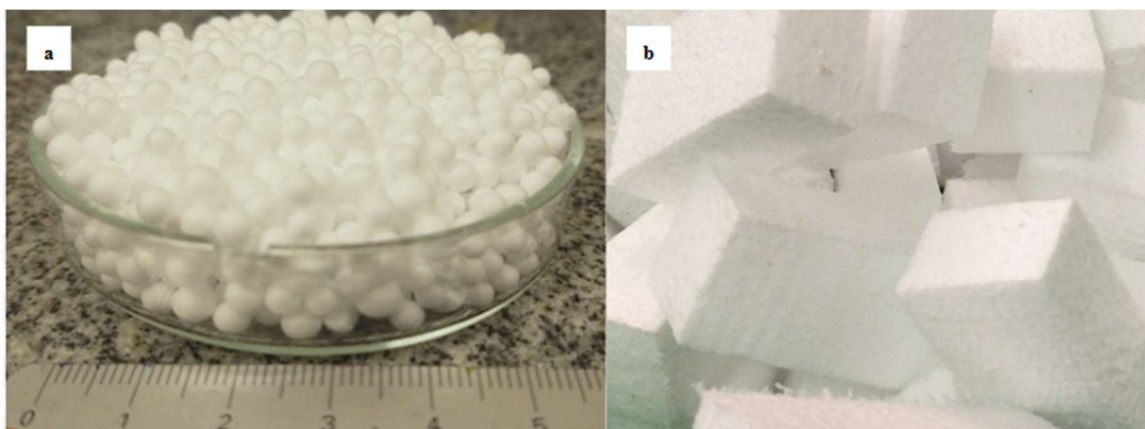
Figura 11 – Fluxograma representando as principais etapas do estudo: caracterização das amostras de EPS, preparação das soluções poliméricas, produção das fibras por SBS e RJS e caracterização das fibras



4.1 MATERIAIS

Neste estudo, a principal matéria-prima utilizada foi o resíduo de EPS na forma de blocos moldados, acompanhado de material virgem em formato de *pellets* (pérolas esféricas), empregado para fins comparativos. Ambos os materiais foram fornecidos pela empresa New Pop do Brasil, fabricante da marca Styropop® (São Paulo, SP) (**Figura 12**). Os solventes selecionados para a dissolução do EPS foram o (R)-(+)-limoneno (97%) e terebintina, ambos adquiridos da Sigma-Aldrich (São Paulo, SP).

Figura 12 – Representação das formas utilizadas de EPS: **(a)** *pellets*, empregados como matéria-prima em processos de fusão ou dissolução; e **(b)** blocos moldados, resultantes do processamento e consolidação do material



4.2 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE EPS

Na etapa de caracterização dos materiais foram realizados ensaios para avaliar as propriedades dos blocos moldados de EPS e dos *pellets* da marca Styropop® NF-212 (lote A481122). Esse tipo de EPS contém pentano como agente expensor (alternativa que visa

reduzir o consumo de água e energia no processo de polimerização do estireno), além de aditivos retardantes à chama. A pré-caracterização dessas amostras teve por objetivo verificar possíveis alterações em suas propriedades, seguindo as diretrizes da norma NBR 10007, que estabelece critérios para o tipo de amostrador, condições de preservação, armazenagem e embalagem adequados, de modo a evitar contaminações ou presença de sujidades nos materiais analisados (ABNT, 2004).

4.2.1 Análise termogravimétrica (TG)

O comportamento térmico das amostras de EPS foi avaliado por análise termogravimétrica (TG) em um analisador térmico SHIMADZU TGA-50, no Laboratório de Materiais (LAMAT) da UCS. As análises foram realizadas sob atmosfera inerte de N₂ com fluxo de 50 mL min⁻¹, utilizando-se um porta-amostra de platina que foi aquecido de 22 a 610 °C, a uma taxa de aquecimento de 10 °C min⁻¹.

4.2.2 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

A caracterização térmica das amostras de EPS foi avaliada por calorimetria exploratória diferencial (DSC), utilizando um equipamento da SHIMADZU DSC-60 no LAMAT da UCS. As análises foram conduzidas sob atmosfera inerte de N₂, com fluxo de 50 mL min⁻¹.

As amostras foram previamente prensadas e acondicionadas em cadinhos de alumínio descartáveis. Os ensaios foram conduzidos a uma taxa de aquecimento de 10 °C min⁻¹, em duas etapas: na primeira corrida, o aquecimento ocorreu de 20 a 160 °C, seguido de resfriamento até 20 °C; na segunda corrida, repetiu-se o aquecimento até 160 °C.

4.2.3 Espectroscopia de absorção no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

Os principais grupos funcionais presentes na estrutura das amostras de EPS foram identificados por espectroscopia de absorção no infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR). Os espectros foram registrados em um espectrofotômetro NICOLET iS10, da marca Thermo Scientific, localizado no LAMAT da UCS, com uma resolução nominal de $4,0\text{ cm}^{-1}$ e dentro da faixa espectral compreendida entre 4000 e 400 cm^{-1} , com o auxílio de um acessório de refletância total atenuada (ATR) e 32 varreduras por amostra.

4.2.4 Microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV-FEG)

A morfologia da superfície das amostras de EPS foi avaliada em um microscópio eletrônico de varredura TESCAN MIRA3, operando com um feixe de elétrons de 5 kV, localizado no Laboratório Central de Microscopia (LCMic) da UCS. Antes das análises, as amostras foram fixadas em *stubs* metálicos com fita de carbono e submetidas à metalização por *sputtering* durante 25 s para deposição de um filme de ouro, utilizando uma metalizadora modelo Denton Vacuum.

A análise morfológica foi repetida após a produção das fibras, com o objetivo de comparar as diferenças entre aquelas obtidas a partir da dissolução do EPS em (R)-(+)-limoneno e terebintina.

4.3 PREPARAÇÃO DAS SOLUÇÕES POLIMÉRICAS

Com objetivo inicial de avaliar a solubilidade do EPS nos solventes (R)-(+)-limoneno e terebintina para posterior aplicação nos processos de fiação, foram

preparadas e testadas soluções com diferentes concentrações do polímero no Laboratório de Materiais Cerâmicos (LMCer) da UCS.

A definição das proporções de polímero nas soluções foi realizada por meio de cálculos de fração gravimétrica. Inicialmente, prepararam-se soluções de EPS em (R)-(+)-limoneno nas concentrações de 10, 15, 20 e 25% (m/m). Em seguida, o mesmo procedimento foi repetido substituindo-se o solvente por terebintina.

É importante ressaltar que os resíduos de EPS provenientes dos blocos moldados foram previamente submetidos a corte mecânico, de modo a gerar frações menores que permitissem maior precisão na pesagem e melhor homogeneização durante o preparo das soluções.

A preparação final das soluções poliméricas foi conduzida com (R)-(+)-limoneno e terebintina como solventes, empregando os blocos moldados de EPS nas concentrações apresentadas na **Tabela 3**.

Tabela 3 – Soluções de EPS em diferentes concentrações (% m/m) preparadas em R-(+)-limoneno e terebintina, utilizadas nos processos de SBS e RJS

Solvente	Concentração de EPS (% m/m)	Código da amostra
R-(+)-limoneno	10	Limo_EPS10
R-(+)-limoneno	15	Limo_EPS15
R-(+)-limoneno	20	Limo_EPS20
R-(+)-limoneno	25	Limo_EPS25
Terebintina	10	Tere_EPS10
Terebintina	15	Tere_EPS15
Terebintina	20	Tere_EPS20

4.3.1 Determinação da massa molar de polímeros por viscosimetria

A viscosimetria é uma técnica amplamente utilizada na caracterização de polímeros em solução, especialmente em baixas concentrações. Na prática, quando uma molécula de baixa molar é dissolvida em um solvente, a viscosidade do sistema sofre alterações pouco expressivas. No entanto, para macromoléculas, devido ao maior tamanho e às diferentes conformações assumidas pelas cadeias poliméricas, a influência sobre a viscosidade é significativamente mais pronunciada (LUCAS, SOARES e MONTEIRO, 2001).

Os ensaios viscosimétricos com as soluções poliméricas preparadas (R)-(+)-limoneno e terebintina, ambos contendo 0,5 g de EPS em 100 mL de solvente, foram realizados no Laboratório de Membranas e Materiais (LAMEM) da UCS. De acordo com requisitos da norma ISO1628-1:2024, a determinação da viscosidade específica reduzida ($\eta_{esp\ red}$) é utilizada para caracterizar polímeros em solução, uma vez que esse parâmetro está diretamente relacionado à interação entre as cadeias poliméricas e o solvente (ISO, 2024).

Considerando que soluções diluídas apresentam densidade próxima à do solvente puro, essa equivalência pode ser assumida para o cálculo da viscosidade relativa, expressa pela **Equação (1)**:

$$\eta_{rel} = t / t_0 \quad (1)$$

onde,

η_{rel} = viscosidade relativa (adimensional);

t = tempo de escoamento da solução polimérica (s);

t_0 = tempo de escoamento do solvente puro (s).

Segundo Holmberg et al. (2002), diferentes parâmetros podem ser empregados para descrever o comportamento viscosimétrico de soluções poliméricas. A viscosidade específica (η_{esp}), por exemplo, expressa o aumento da viscosidade da solução polimérica em relação ao solvente puro, refletindo o espessamento promovido pela presença do polímero. Entretanto, como essa grandeza depende fortemente da concentração, costuma-se utilizar a $\eta_{esp\ red}$, considerada mais informativa sobre as interações polímero-solvente. As principais definições e equações estão apresentadas na **Tabela 4**.

Tabela 4 – Principais termos empregados em viscosimetria: definições, equações e unidades utilizadas na determinação das viscosidades relativa, específica, específica reduzida, inerente e intrínseca em soluções poliméricas

Definição	Equação que define	Unidade	Equação
Viscosidade relativa	$\eta_{rel} = \frac{t}{t_0}$	Adimensional	(1)
Viscosidade específica	$\eta_{esp} = \eta_{rel} - 1 = \frac{(t-t_0)}{t_0}$	Adimensional	(2)
Viscosidade específica reduzida	$\eta_{esp\ red} = \frac{(\eta_{esp})}{c}$	dL g ⁻¹	(3)
Viscosidade inerente	$\eta_{iner} = \frac{\ln(\eta_{rel})}{c}$	dL g ⁻¹	(4)
Viscosidade intrínseca	$[\eta] = \lim_{c \rightarrow 0} (\eta_{iner}) = \lim_{c \rightarrow 0} (\eta_{esp\ red})$	dL g ⁻¹	(5)

Nota: t = tempo de escoamento da solução no viscosímetro (s); t_0 = tempo de escoamento do solvente puro no viscosímetro (s); c = concentração do polímero (g mL⁻¹)

A determinação experimental da viscosidade intrínseca $[\eta]$ é comumente realizada por extrapolação a partir das equações de Huggins e de Kraemer. Essas abordagens são amplamente empregadas de forma complementar, permitindo maior confiabilidade na determinação de $[\eta]$ e na análise das interações polímero-solvente (PRICE e SMITH, 1992; DUARTE, 2016).

A **Equação (6)**, de Huggins, relaciona a viscosidade específica reduzida com a concentração, enquanto a **Equação (7)**, de Kraemer utiliza a viscosidade inerente, sendo ambas expressas como relações lineares cujo intercepto em concentração nula corresponde à viscosidade intrínseca.

$$\frac{(\eta_{esp\ red})}{c} = [\eta] + K'[\eta]^2 c \quad (6)$$

$$\frac{\ln(\eta_{rel})}{c} = [\eta] + K''[\eta]^2 c \quad (7)$$

onde,

c = concentração do polímero (g mL^{-1});

$[\eta]$ = viscosidade intrínseca (dL g^{-1});

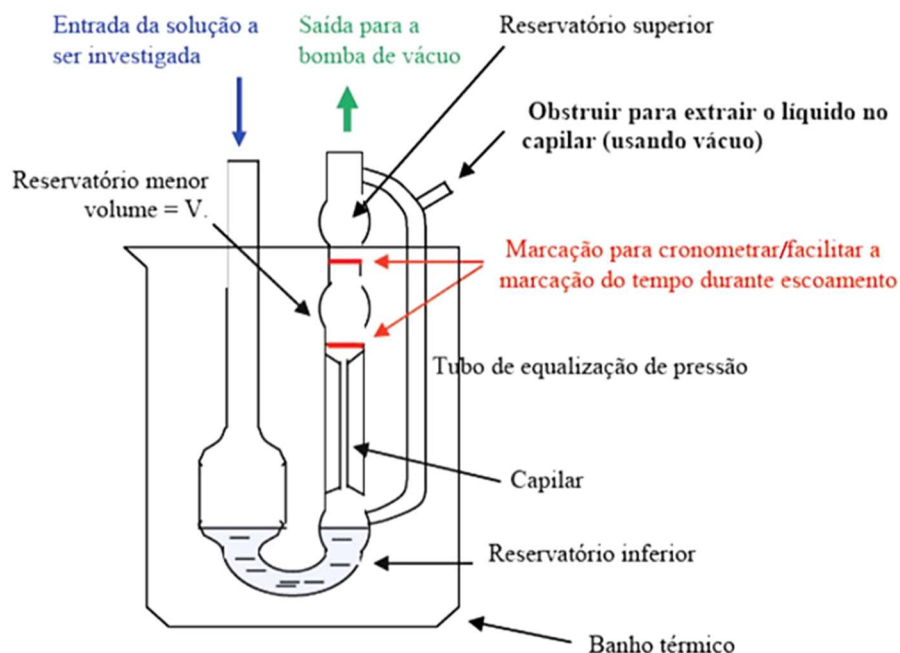
$[\eta_{esp}]$ = viscosidade específica (dL g^{-1});

$[\eta_{rel}]$ = viscosidade relativa (adimensional);

K' e K'' = constantes para um determinado polímero a uma determinada temperatura e solvente.

As viscosidades intrínsecas $[\eta]$ das soluções de EPS em (R)-(+)-limoneno e terebintina foram determinadas por meio de medições em um viscosímetro capilar do tipo *Ubbelohde* n° 1, operando a $25 \pm 0,1$ °C, imerso em banho termostaticado, conforme ilustrado na **Figura 13**. O procedimento experimental consistiu na cronometragem do tempo de escoamento dos solventes puros, da solução inicial de EPS em cada solvente e de quatro diluições sucessivas, obtidas pela adição gradual de 2 mL de solvente.

Figura 13 – Esquema de um viscosímetro de nível suspenso do tipo *Ubbelohde*, evidenciando os reservatórios superior e inferior, o tubo capilar, o tubo de equalização de pressão e as marcações de tempo de escoamento



Fonte: Duarte (2013)

A viscosidade intrínseca $[\eta]$ é independente da concentração do polímero, mas depende do solvente utilizado. Essa relação permite correlacionar esse parâmetro à massa molar viscosimétrica média (M_v) por meio da **Equação (8)** de Mark-Houwink (Moreira et al., 2004):

$$[\eta] = K M_v^\alpha \quad (8)$$

onde,

$[\eta]$ = viscosidade intrínseca (dL g^{-1});

K, α = constantes empíricas dependentes da temperatura e da interação polímero-solvente;

M_v = massa molar viscosimétrica média (g mol^{-1}).

As constantes K e α são amplamente documentadas na literatura, como no *Handbook of Polymers* (Mark, 1999). Entretanto, até o momento, não foram encontrados valores experimentais desses parâmetros para o PS dissolvido em R-(+)-limoneno e terebintina. Considerando que ambos os solventes são apolares, de origem terpênica e possuem massas molares próximas às de solventes aromáticos, adotou-se um procedimento de aproximação, utilizando solventes estrutural e funcionalmente análogos.

Entre esses solventes de referência destacam-se o tolueno e o benzeno, reconhecidos como bons solventes para o PS, devido à sua natureza apolar e excelente capacidade de solvatação em soluções diluídas (SATO et al., 2024). Assim, foram empregados os parâmetros da equação de *Mark-Houwink* reportados por Wagner (1985) para o sistema PS–benzeno a 25 °C, com $K \approx 1,13 \times 10^{-4} \text{ dL g}^{-1}$ e $\alpha \approx 0,73$, valores próximos aos observados para o sistema PS–tolueno. Esses dados foram utilizados como referência teórica para a estimativa da massa molar do PS em R-(+)-limoneno e terebintina.

De acordo com Moreira et al (2004), para cadeias flexíveis, os valores de α variam entre 0,5 e 0,8; para macromoléculas rígidas, situam-se entre 0,8 e 1,0, sendo que o valor de K tende a diminuir à medida que α aumenta.

4.4 PRODUÇÃO DE FIBRAS

A produção das fibras de EPS utilizando solventes verdes foi conduzida por meio de dois processos distintos: (i) SJS, empregando coletor estático; e (ii) RJS, realizada em câmara fechada. Com o objetivo de maximizar o aproveitamento do resíduo de EPS, adotou-se como estratégia o uso de soluções poliméricas com concentrações superiores a 10% (m/m), preparadas conforme descrito na **Tabela 3**.

4.4.1 Fiação por sopro de solução em coletor estático (SBS)

As soluções de EPS em R-(+)-limoneno e terebintina foram previamente preparadas e submetidas à agitação magnética por 24 h, a fim de favorecer a difusão das moléculas do solvente entre as cadeias poliméricas (Datsyuk et al., 2019).

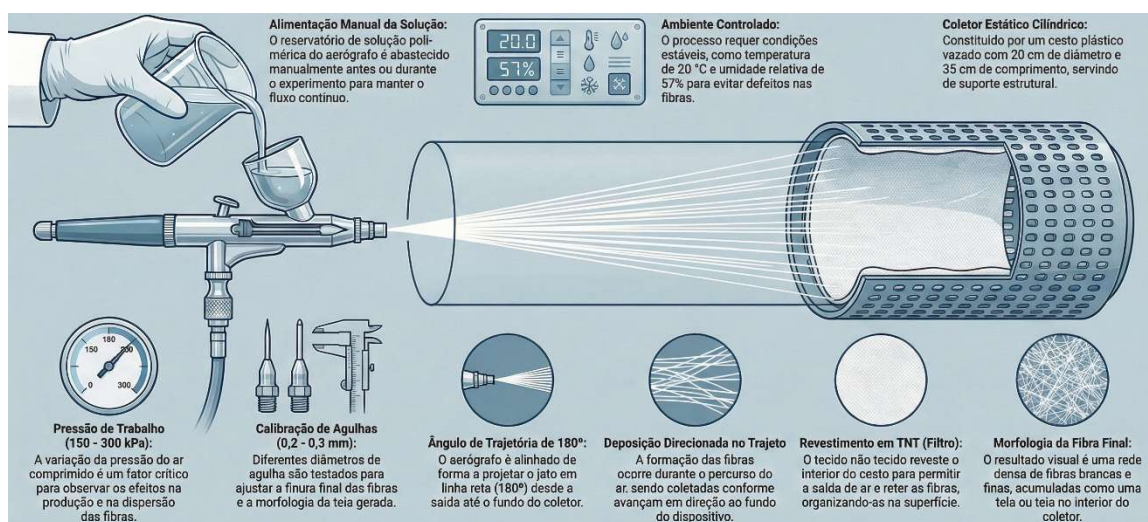
O processo de fiação foi iniciado com as soluções de menor concentração preparadas em R-(+)-limoneno. Cada batelada foi realizada em turnos de 4 h de deposição de fibras, com reabastecimento da solução no reservatório a cada 15 min ao longo desse intervalo. Ao término de cada batelada, realizou-se a limpeza completa do aerógrafo antes da fiação da solução subsequente, especialmente na transição para as soluções contendo terebintina, a fim de evitar qualquer contaminação entre os solventes.

A fiação foi conduzida utilizando um aerógrafo acoplado a um coletor estático, constituído por um cesto plástico vazado (20 cm de diâmetro × 35 cm de comprimento), revestido externamente com tecido não tecido (TNT). A solução polimérica foi inserida no reservatório do aerógrafo e atomizada por meio de ar comprimido, sendo expelida por meio de um orifício posicionado perpendicularmente ao coletor. Durante a aplicação, o TNT atuou como elemento filtrante, permitindo a passagem parcial do fluxo de ar e funcionando simultaneamente como barreira física, o que reduziu a dispersão aleatória das fibras e favoreceu sua deposição direcionada na superfície do anteparo.

A fiação foi realizada sob condições ambientais controladas, com temperatura média de 20 °C e umidade relativa de 57%, utilizando um aerógrafo da marca Wonder (**Figura 14**), adaptado para acoplamento ao cesto plástico, disponível no LMCer da UCS. Foram avaliadas diferentes pressões de trabalho (variando de 150 até 300 kPa) e agulhas de diâmetros internos entre 0,2 e 0,3 mm, com o objetivo de observar seus efeitos na produção e dispersão das fibras. A alimentação do aerógrafo foi realizada manualmente,

utilizando-se uma trava no gatilho do aerógrafo para assegurar deposição contínua e evitar interrupções capazes de comprometer a homogeneidade da distribuição das fibras na superfície interna do cesto coletor.

Figura 14 – Esquema experimental do sistema de fiação por aerógrafo, empregando anteparo estático constituído por cesto plástico vazado (20 cm de diâmetro × 35 cm de comprimento), revestido com TNT



Fonte: imagem gerada por IA na plataforma NotebookLM (2026)

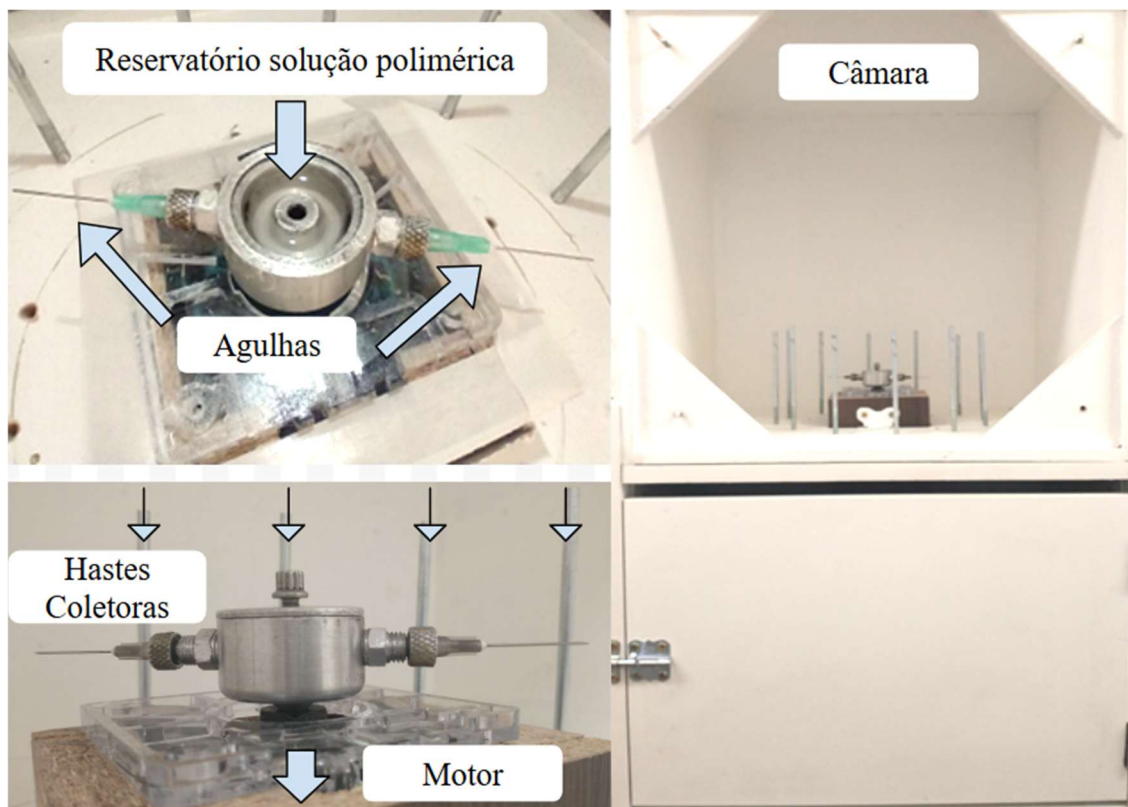
4.4.2 Rotofiação em câmara fechada (RJS)

A fiação das fibras por RJS foi realizada em um rotofiador desenvolvido e disponível no LMCer da UCS. O sistema é composto por uma câmara fechada em madeira, equipada com tampa protetora em acrílico, na qual está acoplado um motor central de 530 W, responsável pela rotação do conjunto. O motor foi acoplado a um autotransformador variável, permitindo o ajuste da tensão de alimentação e, conseqüentemente, da velocidade de rotação. O rotor, confeccionado em alumínio usinado, possui um reservatório central de 5 mL com tampa aparafusada e dois orifícios laterais

destinados à fixação de agulhas, o que possibilita a ejeção controlada da solução polimérica

Figura 15.

Figura 15 – Equipamento de RJS em câmara fechada, constituído por rotor de alumínio com reservatório central para a solução polimérica e duas agulhas laterais para ejeção das fibras



As soluções preparadas (**Tabela 3**) foram mantidas sob agitação magnética por 24 h, visando favorecer a difusão das moléculas do solvente nas cadeias poliméricas (Datsyuk et al., 2019). Durante o processo, conduzido sob temperatura média ambiente de 20 °C e umidade relativa de 57%, foram acopladas duas agulhas hipodérmicas 30G (0,30 mm de diâmetro interno) nas extremidades do rotor. A coleta das fibras foi realizada em doze hastes coletoras dispostas radialmente, posicionadas a 10 cm das extremidades das agulhas. A velocidade de rotação foi fixada em 5.000 rpm, valor definido

a partir de testes preliminares com rotações variando entre 800 e 10.000 rpm. Cada batelada de fiação foi conduzida por 15 min em temperatura ambiente.

Entre os parâmetros que influenciam o processo de fiação, tais como velocidade de rotação, viscosidade da solução, umidade e temperatura da câmara, destacam-se a velocidade de rotação e a viscosidade, por exercerem maior impacto na morfologia das fibras, especialmente quanto à redução de defeitos (*beads*). Estudos prévios relatam que rotações próximas a 3000 rpm favorecem a obtenção de fibras com menor incidência desses defeitos (NATARAJAN e BHARGAVA, 2018).

No presente trabalho, a rotação de 5.000 rpm foi selecionada como condição ideal para a produção de fibras de EPS, buscando maior alongamento do jato polimérico e intensificação das forças centrífugas, o que favorece a formação de fibras mais uniformes e contínuas, com baixa presença de *beads*, mesmo em soluções mais viscosas. Badrossamay et al. (2010) observaram que, em rotações de 4.000 rpm, soluções pouco viscosas (~6,0% m/m) originaram fibras descontínuas com elevada incidência de *beads*, enquanto rotações superiores a 8.000 rpm aumentaram o estiramento dos jatos, promovendo a obtenção de fibras mais regulares.

Assim, a velocidade intermediária de 5.000 rpm foi considerada a mais adequada, representando um ponto de equilíbrio entre intensidade de estiramento e estabilidade do jato, garantindo deposição eficiente sem comprometer a integridade estrutural das fibras.

4.4.3 Compactação das fibras

As fibras obtidas a partir das diferentes soluções poliméricas (**Tabela 3**) foram cuidadosamente distribuídas de maneira uniforme sobre folhas de papel alumínio, com o auxílio de uma pinça, para posterior processo de compactação (**Figura 16**). Em seguida, as amostras foram submetidas a uma carga de 5 N durante 1 min, utilizando-se uma prensa

hidráulica equipada com porta-molde metálico de 2 mm de espessura, disponível no LAMAT da UCS.

Figura 16 – Etapas do processo de preparação das mantas fibrosas de EPS: **(a)** e **(b)** distribuição sobre papel alumínio; **(c)** disposição no porta-molde metálico; **(d)** aspecto das fibras após compactação; **(e)** e **(f)** mantas no formato e espessura adequados para posterior recorte



O principal objetivo desse procedimento foi a obtenção de mantas fibrosas com formato e espessura uniformes, possibilitando o corte padronizado para os ensaios subsequentes. Após a compactação, as mantas foram identificadas e recortadas em dimensões aproximadas de 20×20 mm, assegurando reprodutibilidade e comparabilidade nas análises físico-químicas e nos testes de imersão em óleos minerais.

4.5 CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE EPS

4.5.1 Microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV-FEG)

A preparação das amostras para análise morfológica por MEV-FEG consistiu na coleta das fibras depositadas sobre folha de papel manteiga. As amostras foram fixadas em *stubs* metálicos com fita de carbono e, posteriormente, submetidas à metalização por *sputtering* durante 25 s (após a etapa de vácuo), visando à deposição de um filme de ouro, utilizando uma metalizadora modelo Denton Vacuum.

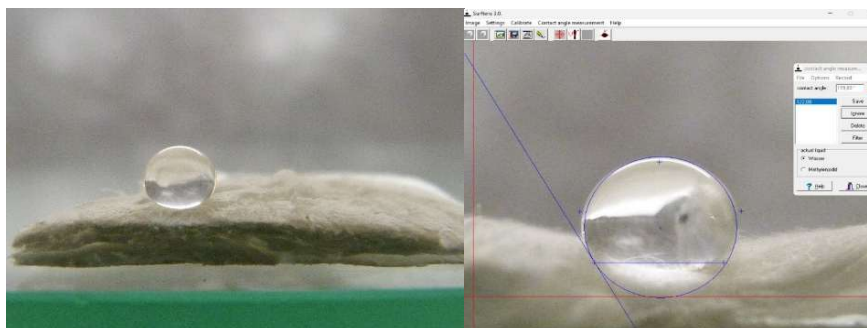
A caracterização morfológica das fibras foi realizada em um microscópio eletrônico de varredura TESCAN MIRA3, operando com um feixe de elétrons de 5 kV, disponível no LCMic da UCS.

4.5.2 Caracterização de superfície por medida de ângulo de contato da água

As medidas de ângulo de contato da água foram realizadas em triplicata para cada uma das mantas de fibras EPS compactadas, utilizando o método da gota séssil, conforme a norma ASTM D7334-08 (ASTM, 2022). Amostras com dimensões de 20 × 20 mm foram fixadas em lâminas de vidro utilizando fita adesiva. As análises foram conduzidas a 23 ± 2 °C e umidade relativa de $60 \pm 5\%$.

Nesse método, uma gota de água destilada de 50 µL foi depositada sobre a superfície de cada amostra em três pontos distintos com o auxílio de uma seringa. As imagens foram registradas com uma câmera digital Panasonic DMC-FZ40, disponível no LAMEM da UCS, e posteriormente analisadas no software *Surftens*, que ajusta o perfil da gota e calcula o ângulo de contato **Figura 17**.

Figura 17 – Metodologia utilizada para determinação do ângulo de contato da água em mantas de fibras de EPS. À esquerda: imagem obtida pela câmera digital Panasonic DMC-FZ40; à direita: análise da imagem no software *Surftens*



4.5.3 Determinação da área superficial específica (BET)

A caracterização da área superficial específica das fibras foi determinada por análise de adsorção de nitrogênio a 77,3 K, utilizando um analisador Nova 1200e (Quantachrome Instruments, USA), localizado no Laboratório de Energia e Bioprocessos (LEBIO) da UCS. Cada amostra foi previamente desgaseificada individualmente a 303 K por 20 h sob vácuo, para remoção de umidade e impurezas adsorvidas, conforme metodologia descrita por Datsyuk et al. (2019). A massa média das amostras analisadas foi de aproximadamente 36,4 mg.

Durante as análises, a pressão foi mantida em 0,100/0,100 (adsorção/dessorção), com tempos de equilíbrio e tempo limite por ponto de 120 e 240 s, respectivamente. O tempo total de cada corrida analítica foi de aproximadamente 187,5 min, considerando os ciclos completos de adsorção e dessorção. Todas as medições foram realizadas sob condições experimentais idênticas, assegurando a reprodutibilidade dos resultados.

A partir das isotermas de adsorção, a área superficial específica das nanofibras foi calculada pelo modelo BET (*Brunauer–Emmett–Teller*), amplamente utilizado na caracterização de materiais porosos (BRUNAUER et al., 1938). Complementarmente, a

distribuição de tamanho de poros foi obtida a partir do ramo de dessorção das isotermas, aplicando-se o modelo BJH (Barrett–Joyner–Halenda). Esse método permitiu determinar o diâmetro médio dos poros e o volume total de poros, parâmetros essenciais para a compreensão da estrutura mesoporosa e da capacidade de adsorção das fibras produzidas (BARRET et al., 1951).

4.5.4 Ensaio de adsorção das fibras em óleos minerais

Os ensaios de adsorção das mantas de EPS em óleos minerais foram realizados no LAMEM da UCS, conforme os procedimentos da norma ASTM F726-17 (2017), que define métodos laboratoriais para avaliar o desempenho de adsorventes na remoção de óleos não emulsionados e outros líquidos imiscíveis flutuantes na superfície da água.

Dentre ensaios descritos na norma ASTM F726-17, foi aplicado o teste curto de adsorção de óleo, no qual as mantas foram imersas por 15 min em béqueres de 150 mL, contendo volume suficiente de óleo para cobrir completamente as amostras, de modo que estas permanecessem sem contato com as paredes do recipiente durante o ensaio. A **Tabela 5** apresenta os tipos de óleos utilizados para essa finalidade e suas respectivas propriedades físico-químicas.

Tabela 5 – Tipos de óleos para teste de desempenho do adsorvente, de acordo com a norma ASTM F726-17

Tipo de óleo	Viscosidade (cP)	Densidade (g cm⁻³)	Exemplo
Leve	1 a 10	0,820 a 0,870	Diesel, óleo mineral
Médio	200 a 400	0,860 a 0,970	Óleo cru, óleo de canola, óleo mineral
Pesado	1500 a 2500	0,930 a 1,000	Combustível residual

Fonte: adaptado de ASTM (2017)

Foram selecionados dois óleos representativos para o ensaio:

a) vaselina – densidade de $0,825 \text{ g cm}^{-3}$ ($25 \text{ }^\circ\text{C}$) e viscosidade de 9 cP ($40 \text{ }^\circ\text{C}$), amplamente utilizada nos setores agrícola, farmacêutico, cosmético e alimentício;

b) lubrificante – densidade de $0,942 \text{ g cm}^{-3}$ ($20 \text{ }^\circ\text{C}$) e viscosidade de $97,9 \text{ cP}$ ($40 \text{ }^\circ\text{C}$), empregado em veículos e máquinas.

As mantas, preparadas conforme descrito na **Seção 4.4.3**, foram acondicionadas por 24 h em ambiente controlado ($23 \pm 2^\circ\text{C}$ e umidade relativa de $60 \pm 5\%$) antes dos testes. Para cada tipo de óleo, foram avaliadas amostras em triplicata, produzidas pelos processos SBS e RJS, considerando as diferentes concentrações de EPS. Inicialmente, as amostras foram posicionadas sobre a superfície do óleo para início do ensaio de absorção (ETAPA A). Após o tempo de imersão ($15 \text{ min} \pm 20 \text{ s}$) (ETAPA B), as amostras foram cuidadosamente removidas com auxílio de uma pinça. Em seguida, foram mantidas em posição vertical por $30 \pm 3 \text{ s}$ para permitir a drenagem do excesso de óleo não retido na estrutura do material (ETAPA C). Por fim, as amostras saturadas foram depositadas em cápsulas previamente taradas e pesadas para à medição da massa de óleo adsorvida (ETAPA D). A **Figura 18** apresenta as etapas do ensaio de adsorção em óleo.

Figura 18 – Representação das etapas do ensaio de adsorção das amostras em óleo mineral lubrificante/vaselina



Fonte: imagem gerada por IA na plataforma NotebookLM (2026)

A adsorvência (A) foi determinada conforme o *item 9.5* da norma ASTM F726-17, pela relação entre a massa de óleo adsorvido e a massa seca do adsorvente, expressa pela

Equação (9):

$$A = S_s / S_o \quad (9)$$

onde,

S_o = massa inicial do adsorvente seco (g);

S_{ST} = massa das amostras após o teste de imersão em óleo (g);

S_s = massa de óleo adsorvido, obtido pela diferença ($S_{ST} - S_o$) (g).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados e discutidos os principais resultados obtidos neste trabalho. Inicialmente, na **Seção 5.1**, é abordado a compatibilidade entre os materiais e os métodos empregados. Em seguida, a caracterização das amostras de EPS, tanto na forma de *pellets* quanto de blocos moldados, é detalhada na **Seção 5.2**, por meio de análises térmicas, espectroscópicas e morfológicas. A solubilidade do EPS nos solventes R-(+)-limoneno e terebintina, bem como a determinação da massa molar por viscosimetria, são discutidas na **Seção 5.3**. A produção das fibras de EPS por SBS e RJS é apresentada na **Seção 5.4**, enquanto a **Seção 5.5** trata da caracterização final das fibras obtidas, com ênfase em suas propriedades estruturais e no desempenho em ensaios de adsorção de óleos.

5.1 COMPATIBILIDADE DOS MATERIAIS E MÉTODOS EMPREGADOS

A compatibilidade entre os materiais e os métodos empregados foi avaliada a partir do comportamento do EPS, tanto na forma de material virgem (*pellets*) como de resíduo (blocos moldados), e quando submetido à dissolução em (R)-(+)-limoneno e terebintina, com vistas à aplicação nos processos de SBS e RJS. A seleção desses solventes e das concentrações poliméricas, definidas por fração gravimétrica entre 10 e 25% (m/m), teve por objetivo verificar a adequação do sistema polímero–solvente às exigências reológicas e operacionais desses métodos de fiação. O pré-processamento do EPS residual por corte mecânico contribuiu para a homogeneização das soluções e para a reprodutibilidade, permitindo avaliar a influência da natureza do solvente e da concentração do polímero sobre a estabilidade das soluções e sua aptidão ao processamento por SBS e RJS, estabelecendo a base para a análise dos resultados discutidos nas seções subsequentes.

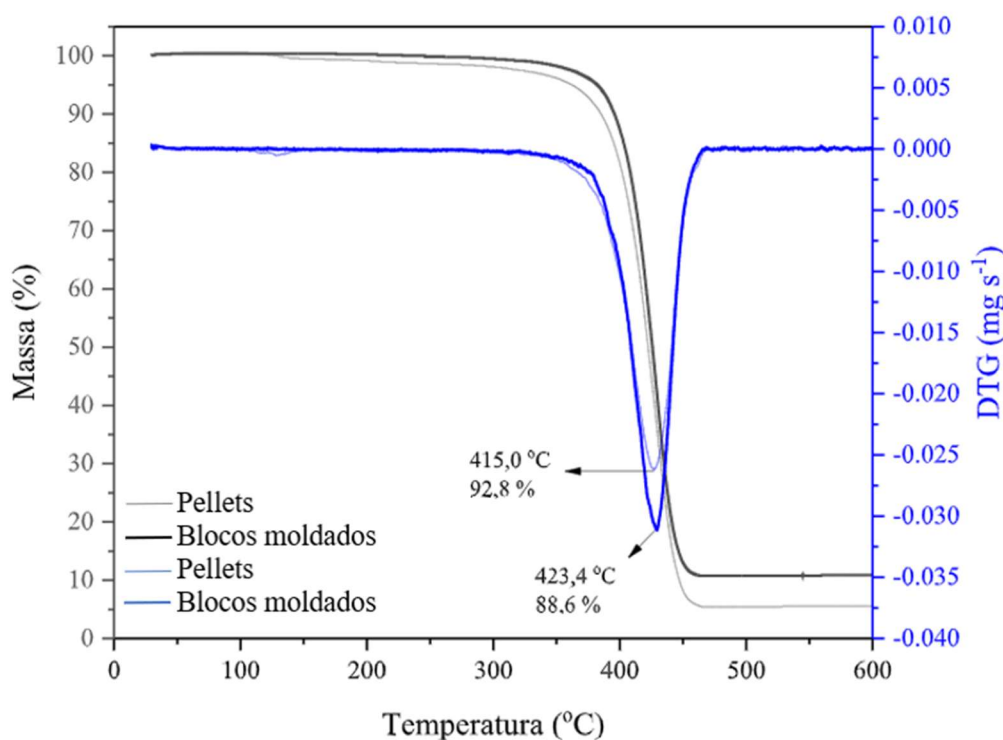
5.2 CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS DE EPS EM PELLETS E EM BLOCOS MOLDADOS

MOLDADOS

5.2.1 Análise termogravimétrica (TG)

A **Figura 19** apresenta as curvas de TG e suas respectivas primeiras derivadas (DTG) para as amostras de EPS na forma de *pellets* e de blocos moldados. Como pode ser observado, a amostra de EPS em *pellets* apresentou uma perda de massa total de 92,8%, com pico máximo de decomposição a 415 °C, enquanto a amostra em blocos moldados exibiu perda de massa de 88,6% e pico de decomposição a 423,4 °C. Esses resultados estão em concordância com os dados reportados por Silva (2021), que verificou que a decomposição do EPS recuperado se inicia próximo a 350 °C, atingindo degradação completa em torno de 450 °C.

Figura 19 – Curvas de TG (em azul) e de DTG (em preto) das amostras de EPS em *pellets* e em blocos moldados

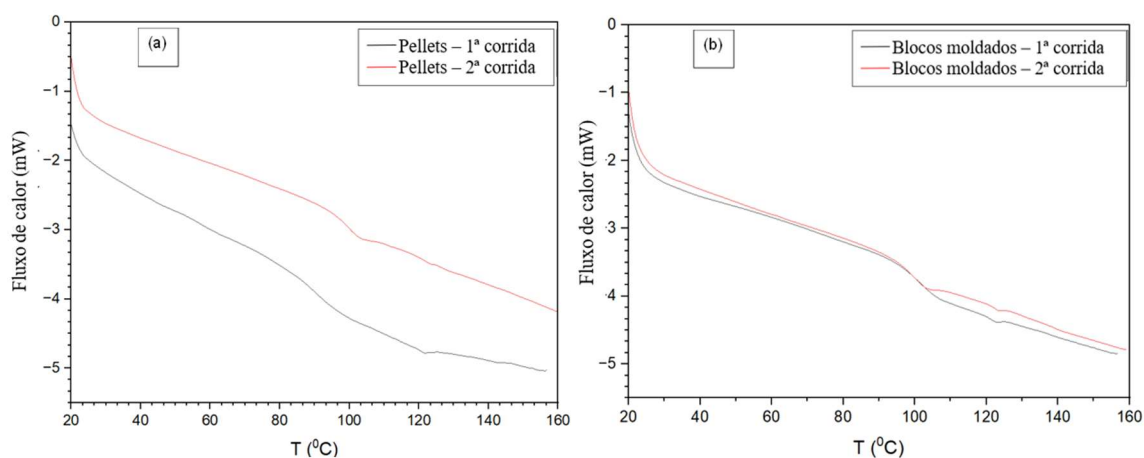


De acordo com Borrelly (2002), o PS inicia sua degradação por volta de 300 °C, sem formação significativa de compostos voláteis nessa faixa de temperatura. Em temperaturas mais elevadas, contudo, há formação de uma mistura de voláteis composta por estireno, tolueno, metilestireno e outros produtos de degradação. A diferença observada entre os perfis térmicos das amostras em *pellets* e em blocos moldados pode estar associada a fatores como o grau de compactação, a presença residual de agentes expansores e o histórico térmico do material durante o processo de moldagem. Esses fatores podem influenciar a difusão de voláteis e, conseqüentemente, a estabilidade térmica global do polímero.

5.2.2 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

A **Figura 20** apresenta as curvas de DSC obtidas para as amostras de EPS nas formas de *pellets* e de blocos moldados.

Figura 20 – Curvas de DSC das amostras de EPS: **(a)** primeira e segunda corridas da curva de aquecimento para a amostra em forma de *pellets*; **(b)** primeira e segunda corridas da curva de aquecimento da amostra em forma blocos moldados



Como pode ser observado, nenhuma das amostras apresentou temperatura de fusão (T_f), o que confirma a natureza amorfa do polímero (CANEVAROLO, 2006; SANFELICE et al., 2022). Além disso, ambas as amostras exibiram uma única temperatura de transição vítrea (T_g) próxima de 100 °C. Logo após essa transição, observou-se um **evento** de relaxação térmica, representado por um mínimo endotérmico. Essa relaxação entálpica está relacionada ao tempo de exposição do material ao tratamento térmico anterior à T_g , de modo que, quanto maior for o tempo de aquecimento prévio, mais pronunciado tende a ser o pico observado (IPEN, 2007; JESUS, 2014).

Resultados semelhantes foram relatados por Borrelly (2002), que avaliou os efeitos do envelhecimento natural e acelerado em PS e PS de alto impacto (PSAI), observando valores de T_g entre 91 e 94 °C, em ambas as condições. De modo análogo, Figueiredo (2019) verificou que, acima da T_g , o EPS perde seu comportamento rígido e passa a apresentar características emborrachadas, típica de polímeros amorfos.

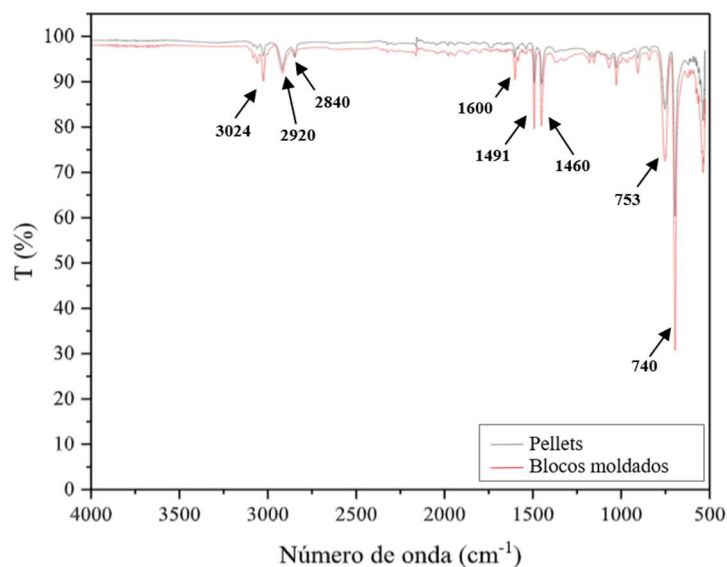
Em outro estudo, Doan et al. (2019) encontraram valores de T_g em torno de 90 °C para fibras obtidas a partir de resíduos PS dissolvidos em tetrahydrofurano (THF) e dimetilformamida (DMF). Os autores observaram ainda que a T_g das fibras foi superior à do PS em massa (*bulk*), sugerindo que a processo de RJS promove maior orientação e ordenamento das cadeias poliméricas.

Quanto ao efeito dos solventes sobre a T_g , Doan et al. (2019) relataram que o aumento da fração de DMF na mistura levou a valores mais elevados. Esse comportamento foi atribuído à menor taxa de evaporação da DMF, que resulta em solidificação mais lenta do jato polimérico durante a fiação, favorecendo o estiramento das cadeias e o aumento da densidade estrutural das fibras, resultando em T_g mais elevada.

5.2.3 Espectroscopia de absorção no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A **Figura 21** apresenta os espectros de FTIR das amostras de EPS nas formas de *pellets* e de blocos moldados. De modo geral, é possível identificar as principais bandas características da estrutura química do PS, indicando a preservação de suas funcionalidades após o processamento.

Figura 21 – Espectros de FTIR das amostras de EPS em *pellets* (em preto) e em blocos moldados (em vermelho)



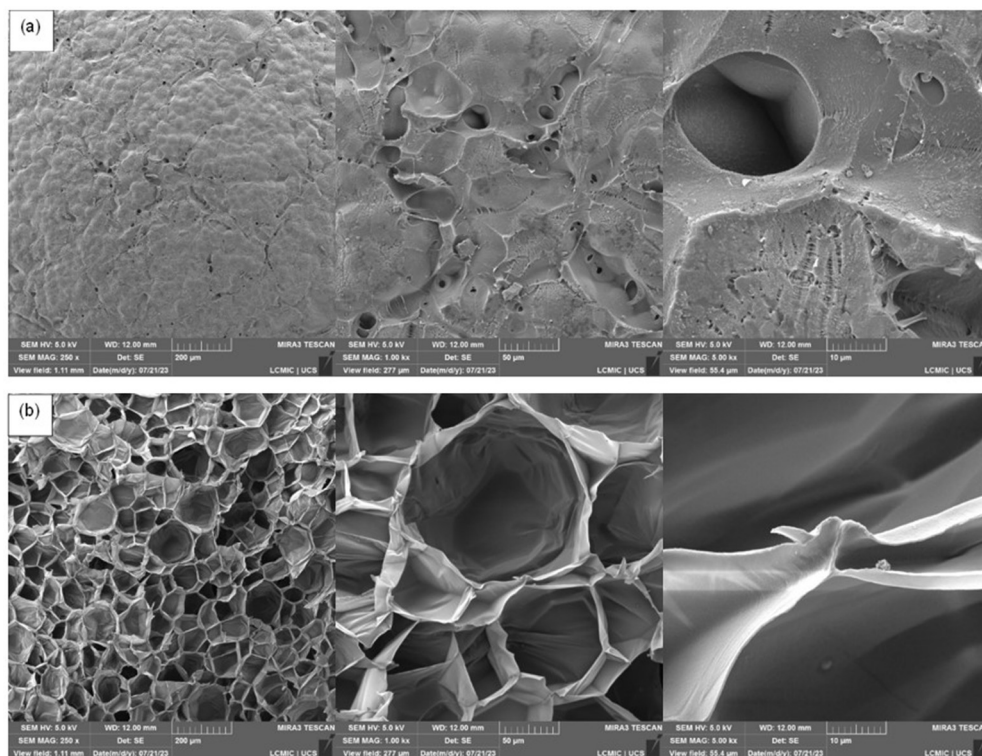
A banda típica associada ao estiramento axial da ligação C–H de anel aromático pode ser observada em 3024 cm⁻¹, enquanto as bandas correspondentes aos estiramentos simétrico e assimétrico das ligações C–H alifáticas aparecem em 2920 e 2840 cm⁻¹, respectivamente. Destacam-se ainda as bandas relativas ao estiramento da ligação C=C de anel aromático, na região de 1600 a 1490 cm⁻¹, às deformações angulares de C–H, evidenciadas em 1460 cm⁻¹, e às deformações angulares fora do plano de C–H, em 753 e 740 cm⁻¹. Essas bandas foram igualmente reportadas por Andrade et al. (2019) ao analisarem amostras provenientes de resíduos de PS.

De forma semelhante, Silva (2021) obteve um espectro de FTIR com as mesmas bandas características, tanto em PS residual quanto em amostras dissolvidas em R-(+)-limoneno, confirmando que o solvente não promoveu alterações significativas na estrutura química do polímero. Além disso, Budlayan et al. (2021) observaram bandas equivalentes em amostras de EPS sólido e em fibras produzidas por RJS a partir de solução de PS em THF, indicando que os processos de dissolução e fiação não alteram de forma perceptível as ligações químicas do polímero.

5.2.4 Microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV-FEG)

As micrografias obtidas por MEV-FEG referentes à estrutura interna das amostras de EPS nas formas de *pellets* e em blocos moldados são apresentadas na **Figura 22**.

Figura 22 – Micrografias de MEV-FEG das amostras de EPS: **(a)** *pellets* de PS pré-expandidos; **(b)** estrutura interna de blocos moldados de EPS



Como pode ser observado, as amostras, analisadas sob as mesmas condições de magnificação (250, 1000 e 5000 \times), exibem morfologias distintas, refletindo as diferenças estruturais decorrentes do tipo de processamento. Nas imagens da **Figura 22a**, observa-se uma morfologia composta por pequenas células fechadas, dispostas de forma circular e uniforme, delimitadas por finas paredes de PS. Essa configuração é típica de materiais termoplásticos expansíveis, nos quais o agente expensor atua na formação de uma estrutura celular interna regular e de baixa densidade aparente. Por outro lado, as imagens da **Figura 22b** revelam um padrão semelhante a uma colmeia, caracterizado pela fusão parcial dos *pellets* durante o processo de moldagem. As paredes contínuas de PS formam uma rede coesa que envolve cavidades correspondentes às células expandidas preenchidas por ar, resultantes da vaporização e insuflamento dos *pellets* durante a expansão térmica.

Esse comportamento morfológico foi igualmente descrito por Silva (2021), que observou a formação de estruturas análogas no processo de moldagem de EPS. Segundo esse autor, a etapa intermediária de resfriamento após a pré-expansão favorece o aprisionamento de ar no interior das células poliméricas, decorrente da depressão térmica e da difusão limitada dos gases no interior do material. Esse aprisionamento explica a presença das cavidades visíveis na estrutura expandida e reforça o caráter fisicamente transformativo, porém quimicamente estável, do processo de conformação dos blocos moldados.

5.3 SOLUBILIDADE DO EPS EM R-(+)-LIMONENO E TEREBINTINA

Esse ensaio teve por objetivo avaliar a solubilidade das amostras de EPS, tanto na forma de *pellets* quanto de blocos moldados, nos solventes verdes. A dissolução em R-(+)-limoneno ocorreu de forma instantânea à temperatura ambiente, sob agitação manual

com bastão de vidro, independentemente da concentração em massa do polímero (**Tabela 3**).

De modo geral, as soluções obtidas com R-(+)-limoneno apresentaram aspecto límpido e homogêneo, sem indícios de turvação, mesmo nas concentrações mais elevadas (20 e 25% m/m) e independentemente da forma física inicial do EPS. Resultados semelhantes foram relatados por Silva (2021), que obteve completa dissolução de 15 g de EPS fragmentado em 60 mL de R-(+)-limoneno, correspondendo a uma concentração de aproximadamente 23% (m/m), confirmando a elevada capacidade de solvatação desse monoterpeno frente ao PS.

Por outro lado, todas as soluções de EPS preparadas com terebintina, tanto na forma de *pellets* quanto de blocos moldados, requereram aquecimento moderado (~70 °C) e agitação magnética contínua para favorecer a dissolução. Mesmo na menor concentração (10% m/m), verificou-se solubilização limitada do polímero após 30 min de ensaio.

A diferença de comportamento entre os solventes evidencia a forte influência das propriedades químicas e físico-químicas na cinética e na extensão do processo de dissolução. O R-(+)-limoneno, composto apolar, de estrutura cíclica e alta compatibilidade com o PS, apresenta parâmetros de solubilidade muito próximos aos do polímero, o que explica sua eficiência na solvatação (GARCÍA et al., 2024). Já a terebintina, embora também apolar, possui composição variável e contém monoterpenos menos compatíveis com o EPS, resultando em menor capacidade de dissolução (MATHEWS; AZZU; HASCAKIR, 2024). Esses resultados estão em concordância com os obtidos por Sousa et al. (2013), que avaliaram a solubilidade do EPS comercial em R-(+)-limoneno e terebintina por análise gravimétrica, verificando maior solubilidade no primeiro solvente.

Considerando o comportamento observado e o interesse em avaliar simultaneamente a influência da concentração do polímero e do tipo de solvente sobre o

desempenho na fiação, foram selecionadas as seguintes composições da **Tabela 3**: 10, 15, 20 e 25 % (m/m) de EPS em R-(+)-limoneno, e 10, 15 e 20 % (m/m) de EPS em terebintina. Os resultados referentes ao processamento dessas formulações pelos processos de SBS e RJS serão apresentados na **Seção 5.4**, incluindo a avaliação das condições que possibilitaram a formação de fibras contínuas em cada processo.

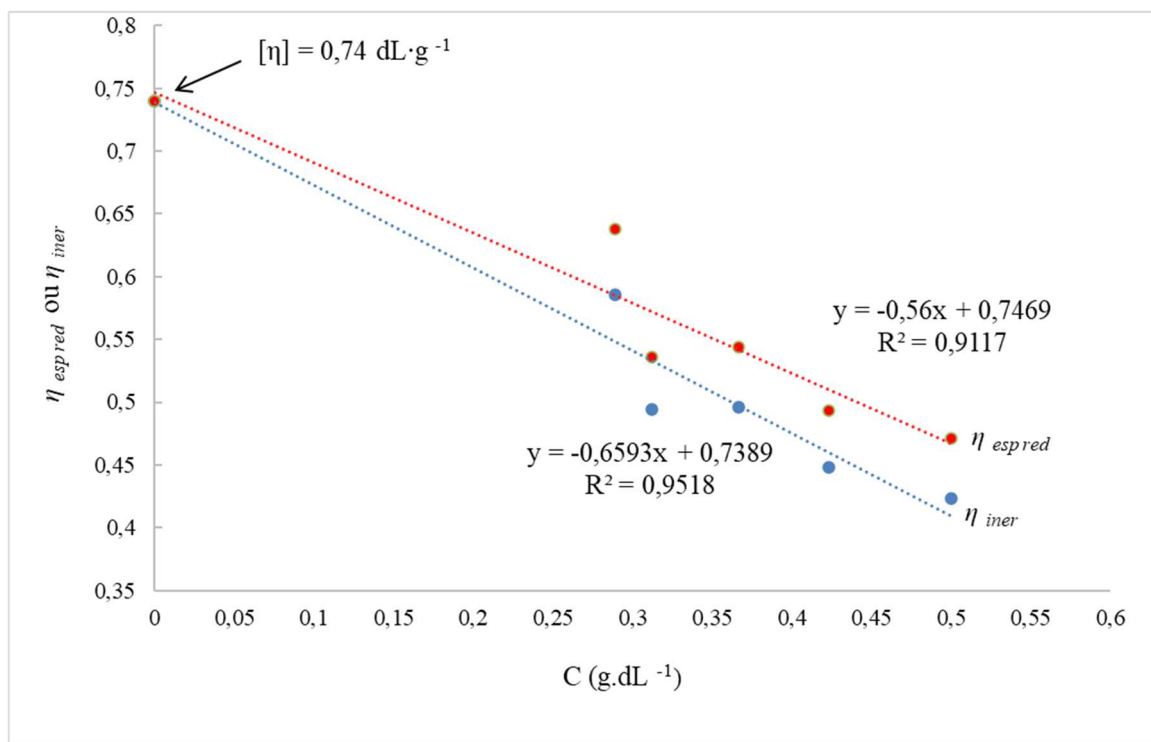
5.3.1 Análise da massa molar por viscosimetria

A determinação da massa molar viscosimétrica (M_v) do polímero foi realizada pela técnica de viscosimetria capilar, conforme os procedimentos e equações descritos na **Seção 4.3.3**.

A partir dos tempos de escoamento dos solventes puros e de suas respectivas soluções, calcularam-se as viscosidades relativas (η_{rel}), utilizando a **Equação (1)**. Esses valores foram aplicados na **Equação (2)** para obtenção das viscosidades específicas (η_{esp}) e, subsequentemente, das viscosidades específicas reduzidas ($\eta_{esp\ red}$) por meio da **Equação (3)**. As viscosidades relativas também foram utilizadas na **Equação (4)** para o cálculo das viscosidades inerentes (η_{iner}).

A **Figura 23** apresenta as curvas de $\eta_{esp\ red}$ e η_{iner} em função da concentração para as soluções de EPS em R-(+)-limoneno. A extrapolação das retas para concentração zero fornece o intercepto correspondente à viscosidade intrínseca $[\eta]$, conforme a **Equação (5)**. Aplicando-se a equação de *Mark-Houwink* (**Equação (8)**), com parâmetros $K \approx 1,13 \times 10^{-4} \text{ dL g}^{-1}$ e $a \approx 0,73$, obteve-se um valor de $M_v = 1,69 \times 10^5 \text{ g mol}^{-1}$ para o EPS dissolvido em R-(+)-limoneno.

Figura 23 – Viscosidade intrínseca do EPS em R-(+)-limoneno, obtida a partir do intercepto das retas de viscosidade específica reduzida e viscosidade inerente em função da concentração



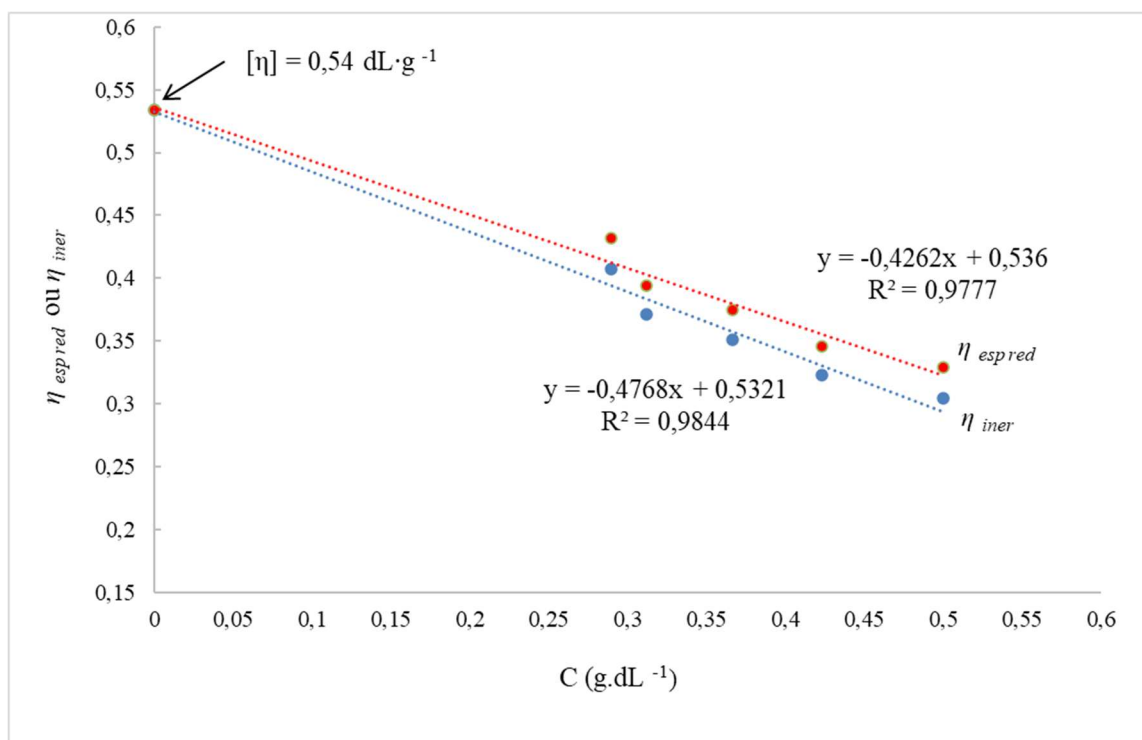
Esse resultado situa-se dentro da faixa de massas molares reportada por Sato et al. (2024) para PS em *d*-limoneno a 25 °C, que variou de $3,73 \times 10^4$ a $2,87 \times 10^6$ g mol⁻¹, conforme determinado por espalhamento de luz (LS). Assim, o valor obtido neste estudo encontra-se na região inferior dessa faixa, o que indica consistência com dados da literatura e confirma a eficiência do R-(+)-limoneno como solvente eficaz para dissolução e caracterização de polímeros estirênicos.

De modo complementar, o PS de referência analisado por Dobrynin et al. (2023) apresentou $M_v = 1,5 \times 10^4$ g mol⁻¹ em tolueno e ciclohexano. A proximidade entre os valores de ordem de magnitude reforça a coerência dos resultados e valida a metodologia aplicada. Além disso, os autores observaram variações do parâmetro α entre 0,625 e 0,745 em função da qualidade do solvente, demonstrando o aumento da expansão conformacional das cadeias em sistemas de maior afinidade.

De maneira análoga, a **Figura 24** apresenta resultados $\eta_{esp\ red}$ e η_{iner} para as soluções de EPS em terebentina, cuja extrapolação também resultou em um intercepto correspondente à $[\eta]$. Aplicando novamente a equação de *Mark-Houwink* (**Equação (8)**), com os mesmos parâmetros, obteve-se um valor de $M_v = 1,10 \times 10^5 \text{ g mol}^{-1}$ para o EPS dissolvido em terebentina.

Considerando que a terebentina é uma mistura rica em terpenos, principalmente pineno, estruturalmente semelhantes ao R-(+)-limoneno, o valor de M_v obtido é compatível com o comportamento esperado para um solvente de qualidade intermediária para PS.

Figura 24 – Viscosidade intrínseca do EPS em terebentina, obtida a partir do intercepto das retas de viscosidade específica reduzida e viscosidade inerente em função da concentração



Uma vez que a qualidade do solvente está diretamente relacionada à viscosidade intrínseca $[\eta]$, os resultados indicam que a solução de EPS em terebentina, ao apresentar menores valores de $[\eta]$ ($0,54 \text{ dL g}^{-1}$) e de M_v ($1,10 \times 10^5 \text{ g mol}^{-1}$), promoveu um grau de

solvatação das cadeias de PS ligeiramente inferior, caracterizando-se como um solvente de qualidade intermediária (GARCÍA et al., 2024). Em contrapartida, a solução de EPS em R-(+)-limoneno, com valores mais elevados de $[\eta]$ ($0,74 \text{ dL g}^{-1}$) e M_v ($1,69 \times 10^5 \text{ g mol}^{-1}$), evidencia maior expansão hidrodinâmica e mobilidade das cadeias poliméricas, refletindo interações polímero–solvente mais favoráveis, do que aquelas observadas para a terebintina.

De acordo com Terao et al. (1999), o comportamento viscoso de polímacromônômeros de PS depende fortemente do comprimento das cadeias laterais de PS ligadas à cadeia principal, apresentando massas molares médias variando de 10^3 a 10^7 g mol^{-1} , conforme o número de unidades repetitivas de estireno nas ramificações. O aumento no comprimento das cadeias laterais promove maior rigidez conformacional e expansão hidrodinâmica, resultando em elevação da viscosidade intrínseca e dependência acentuada da qualidade do solvente.

Segundo Brandrup et al. (1999), solventes como tolueno e benzeno são considerados bons solventes para PS, pois promovem elevado grau de solvatação e expansão das cadeias. Em contrapartida, estudos recentes, como o de Sato et al. (2024), classificam o R-(+)-limoneno como um solvente verde de qualidade intermediária, capaz de promover solvatação mais eficiente que solventes altamente apolares, como hexano ou terebintina, embora inferior àquela observada para tolueno.

Apesar de apresentarem capacidade de solvatação inferior à de solventes aromáticos convencionais, os solventes verdes de origem terpenoídica, como o R-(+)-limoneno e a terebintina, apresentam características favoráveis à aplicação industrial, incluindo baixa toxicidade, origem renovável, biodegradabilidade e menor impacto ambiental. De acordo com Tzanova et al. (2024), solventes bio-derivados, especialmente os terpenos, vêm se destacando como alternativas tecnicamente viáveis e

ambientalmente seguras para substituir solventes petroquímicos em processos industriais envolvendo polímeros.

5.4 PRODUÇÃO DE FIBRAS DE EPS

5.4.1 Fiação por sopro de solução em coletor estático

A etapa de fiação teve por objetivo avaliar a viabilidade de produção de fibras de EPS a partir das soluções preparadas nos solventes R-(+)-limoneno e terebintina, conforme as composições apresentadas na **Tabela 3**. O processo de fiação SBS foi inicialmente conduzido em coletor estático, sob alimentação manual e temperatura ambiente, com o propósito de investigar a capacidade de formação de fibras sem a aplicação de forças externas adicionais de estiramento.

No sistema contendo R-(+)-limoneno, foi possível obter fibras contínuas e estáveis a partir das soluções Limo_EPS15, Limo_EPS20 e Limo_EPS25, evidenciando que o aumento da concentração do polímero favorece a coesão do jato e a formação de estruturas fibrosas homogêneas. Em contrapartida, a solução de menor concentração Limo_EPS10 não apresentou comportamento adequado à fiação, resultando predominantemente na formação de filmes e partículas irregulares, atribuídas à baixa viscosidade da solução e instabilidade do jato durante o sopro.

No caso do sistema com terebintina, observou-se a formação de fibras contínuas nas soluções Tere_EPS10 e Tere_EPS15, enquanto a amostra Tere_EPS20 não apresentou estabilidade suficiente para a formação de filamentos. Esse comportamento está associado à maior volatilidade do solvente e à limitação na dissolução do EPS, fatores que comprometem a uniformidade da extrusão e a solidificação do jato.

Esses resultados iniciais demonstram que tanto o R-(+)-limoneno quanto a terebintina podem atuar como solventes compatíveis para a fiação do EPS em faixas específicas de concentração. Entretanto, a viscosidade da solução e o perfil de evaporação do solvente mostram-se determinantes para o sucesso do processo e para a morfologia final das fibras obtidas.

Durante o presente trabalho, observou-se que a tentativa de fiação da solução Tere_EPS20 resultou na obstrução do bico do aerógrafo, consequência direta da alta viscosidade. Mesmo após ajustes na pressão do ar comprimido e aquecimento moderado, não foi possível obter fibras contínuas. Esse comportamento está em consonância com os resultados viscosimétricos descritos anteriormente, indicando que o EPS dissolvido em terebintina apresenta cadeias menos expandidas e, portanto, solvatação menos eficiente. Essa característica limita a fluidez da solução e dificulta a formação do jato durante o processo de fiação. Devido à aplicação manual e ao uso de coletor estático, algumas regiões apresentaram acúmulo localizada de fibras, como ilustrado na **Figura 25**.

Figura 25 – Exemplo do aspecto visual das fibras Limo_EPS20 obtidas por aplicação manual com coletor estático por SBS



Considerando que o objetivo principal deste estudo era produzir fibras com o maior teor de EPS possível para ambos os solventes, visando ao reaproveitamento de resíduos desse polímero como materiais adsorventes de óleos, uma série de testes complementares foram conduzidos com diferentes pressões de trabalho e condições de aplicação.

Com base nos resultados obtidos, foi definida como condição ideal uma pressão de 300 kPa e o uso de agulha de 0,2 mm de diâmetro. A deposição sobre coletores estáticos sem aberturas e passagem parcial do ar, favoreceu a formação de fibras compactas e concentradas, solucionando problemas de dispersão observados em testes preliminares com coletores estáticos não cobertos.

Após a fiação, as fibras foram mantidas por 24 h à temperatura de 20 °C e umidade relativa média de 57% para permitir a evaporação residual de solvente. Em seguida, foram acondicionadas e identificadas em recipientes selados para posterior caracterização.

Os resultados obtidos no presente trabalho são coerentes com os relatados por Silveira (2018), que destacou a importância da escolha do coletor para a formação eficiente das mantas de nanofibras no processo SBS. A seleção do coletor estático com passagem parcial de ar permitiu a obtenção de mantas compactas e coesas, superando limitações observadas em coletores perfurados, que frequentemente apresentavam obstruções e dificultavam a remoção das fibras.

Em um estudo semelhante, Cebrian (2019) investigou a dissolução do EPS em *d*-limoneno em concentrações superiores a 15% (m/m), relatando dificuldades na coleta das fibras, que se dispersavam na capela ou não atingiam o coletor de deposição. Resultados mais satisfatórios foram obtidos apenas por SBS, utilizando 27% (m/m) de EPS. De modo análogo, Zhang et al. (2021) produziram fibras de PS por SBS em coletor estacionário, empregando soluções com cerca de 22% (m/m) em DMF e acetona. Para

aumentar a resistência mecânica da esponja fibrosa resultante, os autores intercalaram camadas de PS e PVDF, formando uma estrutura tipo sanduíche (PVDF/PS).

Por fim, a fabricação de fibras por SBS, conforme empregada neste estudo, mostrou-se uma abordagem eficiente, de baixo custo e ambientalmente favorável, configurando uma rota promissora para aplicações em escala industrial, especialmente na produção de materiais fibrosos adsorventes de óleos e no tratamento de derramamentos. Esses resultados estão em consonância com o estudo de Zhang et al. (2020), que evidenciaram o potencial do reaproveitamento de EPS como material funcional de relevância ambiental.

5.4.2 Rotofiação em câmara fechada

A técnica centrífuga de produção de fibras foi empregada com o objetivo de investigar o comportamento das soluções de EPS em solventes verdes sob condições dinâmicas de estiramento. O processo foi conduzido com alimentação manual, em temperatura ambiente e sob rotação controlada do rotor, o que possibilitou a ejeção do jato polimérico e sua solidificação pela ação combinada das forças centrífugas e de cisalhamento.

Nessas condições, observou-se a formação de fibras a partir das soluções Limo_EPS20 e Limo_EPS25, no sistema contendo R-(+)-limoneno, e das soluções Tere_EPS10, Tere_EPS15 e Tere_EPS20, no sistema contendo terebintina. A obtenção de fibras em ambas as formulações demonstra que a técnica apresenta ampla aplicabilidade frente às diferentes combinações de solvente e concentração polimérica testadas.

De modo geral, a RJS mostrou-se altamente sensível às propriedades reológicas (comportamento de escoamento e deformação) das soluções e à volatilidade dos solventes,

aspectos que serão discutidos em maior detalhe nas seções subsequentes, em conjunto com as análises morfológicas e físico-químicas das fibras produzidas.

Durante os testes preliminares, verificou-se que o uso de agulhas com maior diâmetro interno (0,45–0,8 mm) favorecia o escoamento indesejado da solução polimérica pelos orifícios laterais do rotor, comprometendo a formação de fibras. A substituição por agulhas mais finas (0,30 mm) mostrou-se essencial para mitigar esse problema, promovendo retenção adequada das soluções durante o modo de alimentação estática (sem rotação). Nessa configuração, observou-se a atuação de uma força capilar significativa no interior da agulha, que atuou como barreira à liberação da solução. Essa força foi superada pela ação combinada das pressões hidrostática e centrífuga, geradas durante a rotação do rotor, o que permitiu o escoamento controlado da solução e a ejeção dos jatos poliméricos. Esses resultados demonstram que o diâmetro interno da agulha constituiu um parâmetro crítico para a estabilidade do processo e para a qualidade morfológica das fibras obtidas.

Para as soluções Limo_EPS10 e Limo_EPS15, testou-se o uso de uma agulha ultrafina (34G, diâmetro interno de 0,18 mm); entretanto, não houve formação aparente de fibras. Esse resultado pode ser atribuído à baixa viscosidade das soluções, insuficiente para sustentar a formação e o alongamento do jato sob as forças centrífugas aplicadas. De acordo com a teoria da viscosidade intrínseca (η), a formação de fibras está diretamente relacionada à qualidade do solvente e ao grau de expansão das cadeias poliméricas em solução diluída. Em solventes de menor qualidade, as cadeias tendem a se contrair, reduzindo a viscosidade hidrodinâmica e dificultando a formação de jatos contínuos durante a fiação (AL-ABDULJABBAR e FAROOQ, 2023).

Em estudo semelhante, Golecki et al. (2014) obtiveram fibras de poli(ácido láctico) (PLA) por RJS, a partir da extrusão do fluido por um orifício micrométrico (343 μm) acoplado ao reservatório do sistema e posicionado a 10 cm das hastes coletoras. Os autores

observaram que, no primeiro estágio da fiação, ocorria o alongamento das cadeias poliméricas simultaneamente à evaporação do solvente, resultando na formação de emaranhados fibrosos contínuos.

Além da substituição das agulhas, a obtenção de fibras por RJS exigiu ajustes adicionais nos parâmetros operacionais para assegurar a estabilidade do jato e a morfologia adequada das fibras. Entre as modificações implementadas destacaram-se a otimização da velocidade de rotação do rotor e o reposicionamento das hastes coletoras. Essas medidas foram necessárias para evitar efeitos indesejados observados nas etapas iniciais, como dispersão e rompimento das fibras, conforme ilustrado na **Figura 26**.

Figura 26 – Exemplo de efeitos de dispersão das fibras durante o processo de RJS: **(a)** velocidades acima de 6.000 rpm causaram turbulência no sistema; **(b)** distâncias reduzidas entre agulhas e coletores provocaram obstrução dos orifícios de ejeção

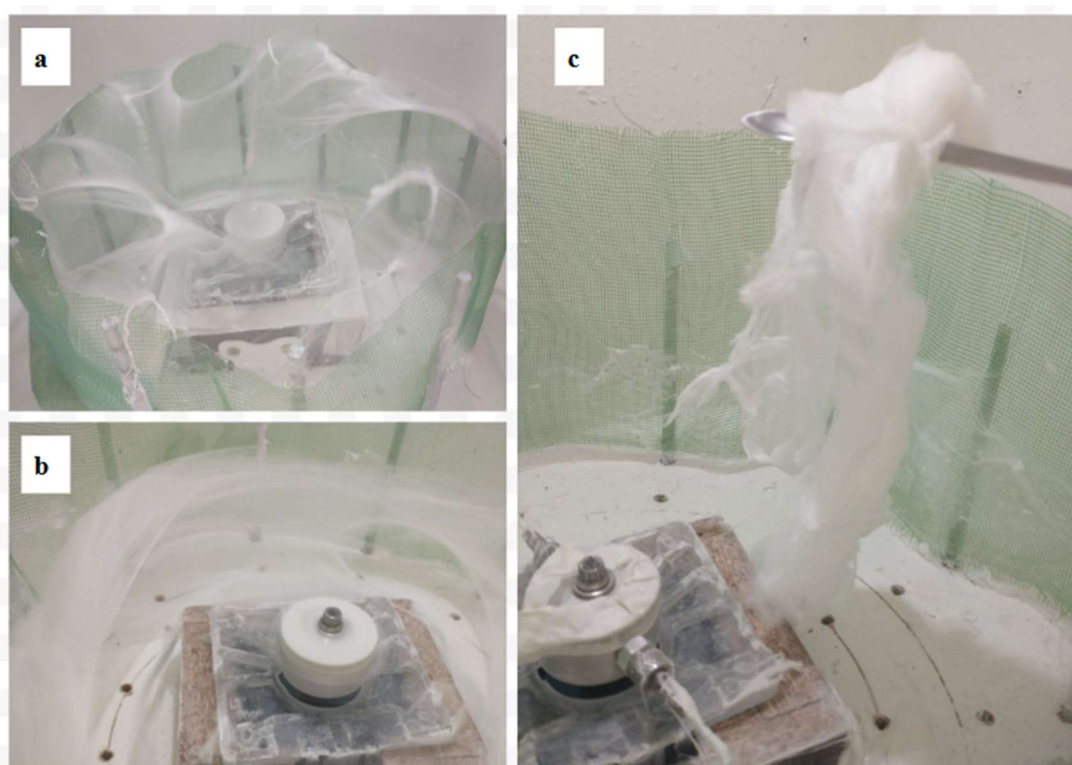


Como ilustrado na **Figura 26a**, a operação em rotações superiores a 6.000 rpm intensificou a turbulência gerada pelo campo centrífugo, resultando em instabilidades hidrodinâmicas do jato polimérico. Esse regime instável comprometeu a formação estruturada do novelo de fibras no coletor, favorecendo sua fragmentação e dispersão em direção às paredes da câmara. Já na **Figura 26b**, nota-se que distâncias inferiores a 10 cm

entre as agulhas e os coletores provocaram contato direto entre as já fibras depositadas, levando à obstrução dos orifícios da ejeção e interrupção do processo de fiação.

Com o objetivo de otimizar a deposição das fibras e minimizar sua dispersão durante o processo de RJS, foi implementado o uso de uma tela perfurada entre as hastes coletoras **Figura 27a**. Essa modificação promoveu maior concentração das fibras em torno do rotor, embora ainda tenha sido necessário reduzir a rotação inicial de 10.000 para 5.000 rpm para evitar turbulência excessiva. Nessas condições, observou-se a formação ordenada das fibras, com morfologia de novelo distribuída uniformemente no perímetro interno do coletor **Figura 27b**. Ao término de cada batelada, após a realimentação do reservatório, as fibras foram coletadas manualmente com auxílio de uma espátula metálica, conforme demonstrado na **Figura 27c**.

Figura 27 – Influência do uso de tela perfurada e ajuste de rotação no processo RJS: **(a)** posicionamento da tela perfurada entre as hastes coletoras; **(b)** formação ordenada das fibras com aspecto de novelo; **(c)** coleta manual das fibras ao final da batelada



De acordo com Kinashi et al. (2025), o processo RJS combina alta produtividade, simplicidade operacional e flexibilidade de ajuste de parâmetros como velocidade de rotação, diâmetro do orifício e configuração do coletor. Esses aspectos corroboram os resultados obtidos no presente estudo, nos quais não houve formação de fibras para soluções de baixa viscosidade (Limo_EPS10 e Limo_EPS15), confirmando a influência direta das propriedades reológicas da solução na estabilidade do jato.

Da mesma forma, os efeitos de dispersão e ruptura observados em rotações elevadas foram eliminados pela redução da rotação para 5.000 rpm e pela modificação do sistema de coleta, o que possibilitou a formação ordenada e estável das fibras. Assim, os resultados confirmam a versatilidade e o potencial de adaptação do processo RJS, que se mostra uma alternativa robusta, escalável e sustentável para a produção de fibras poliméricas uniformes, especialmente em sistemas voltados ao reaproveitamento de EPS.

5.5 CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE EPS

Todas as amostras analisadas nesta seção foram previamente submetidas ao processo de compactação, conforme descrito na **Seção 4.4.3**. Nesta seção são apresentados e discutidos os resultados relativos às fibras obtidas pelos processos de fiação SBS e RJS, a partir de soluções poliméricas preparadas com R-(+)-limoneno e terebintina.

5.5.1 Microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV-FEG)

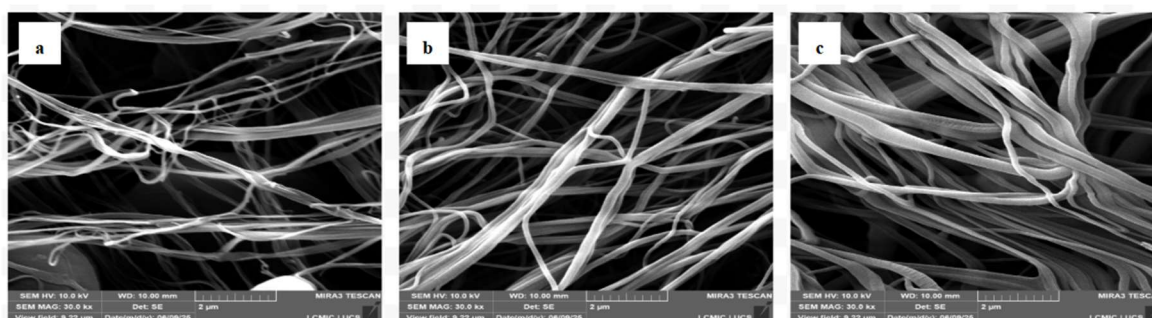
Nesta seção são apresentados e discutidos os resultados relativos à produção de fibras obtidas pelos processos de fiação SBS e RJS, utilizando soluções poliméricas preparadas com R-(+)-limoneno e terebintina. A análise compreende a caracterização

morfológica por MEV-FEG e a comparação dos diâmetros médios das fibras, com o objetivo de avaliar a influência combinada do solvente e do processo de fiação sobre as propriedades morfológicas das fibras.

5.5.1.1 Micrografias de MEV-FEG para as fibras obtidas a partir das soluções de *R-(+)-limoneno*

As micrografias de MEV-FEG das fibras obtidas a partir das soluções Limo_EPS15, Limo_EPS20 e Limo_EPS25 obtidas por SBS são apresentadas na **Figura 28**. Sob as mesmas condições de magnificação (30.000 ×), observa-se uma manta do tipo não-tecido, formada por fios sobrepostos e entrelaçados. Nota-se ainda uma distribuição espacial irregular, com vazios e variação nos diâmetros das fibras. Essa heterogeneidade é coerente com o modo de alimentação manual, as variações de pressão do ar e o uso de coletor estático, fatores que favorecem uma deposição não uniforme.

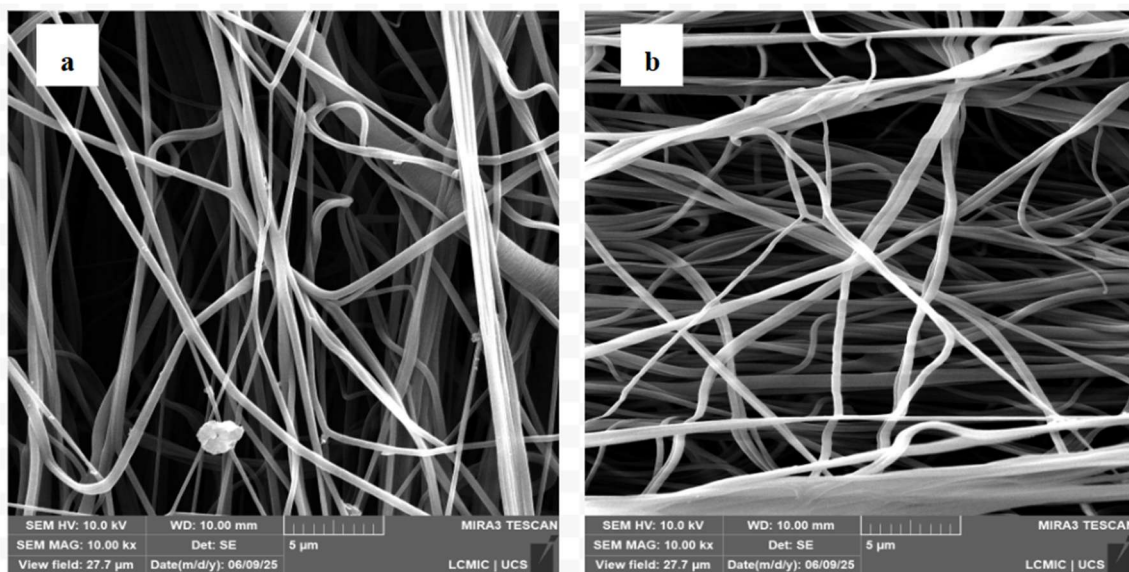
Figura 28 – Micrografias de MEV-FEG das fibras produzidas a partir das soluções (a) Limo_EPS15, (b) Limo_EPS20 e (c) Limo_EPS25 por SBS



As micrografias de MEV-FEG das fibras provenientes das soluções Limo_EPS20 e Limo_EPS25 por RJS encontram-se na **Figura 29**. Em ambos os casos, evidencia-se uma rede contínua de fibras com orientação aleatória, típica da deposição promovida por forças centrífugas. A variação de diâmetros, bem como a presença de regiões alongadas ou com

leves irregularidades, decorre do balanço entre a viscosidade da solução e a superação da força capilar pela ação combinada das pressões hidrostática e centrífuga no interior do rotor.

Figura 29 – Micrografias de MEV-FEG das fibras produzidas a partir das soluções **(a)** Limo_EPS20 e **(b)** Limo_EPS25 por RJS



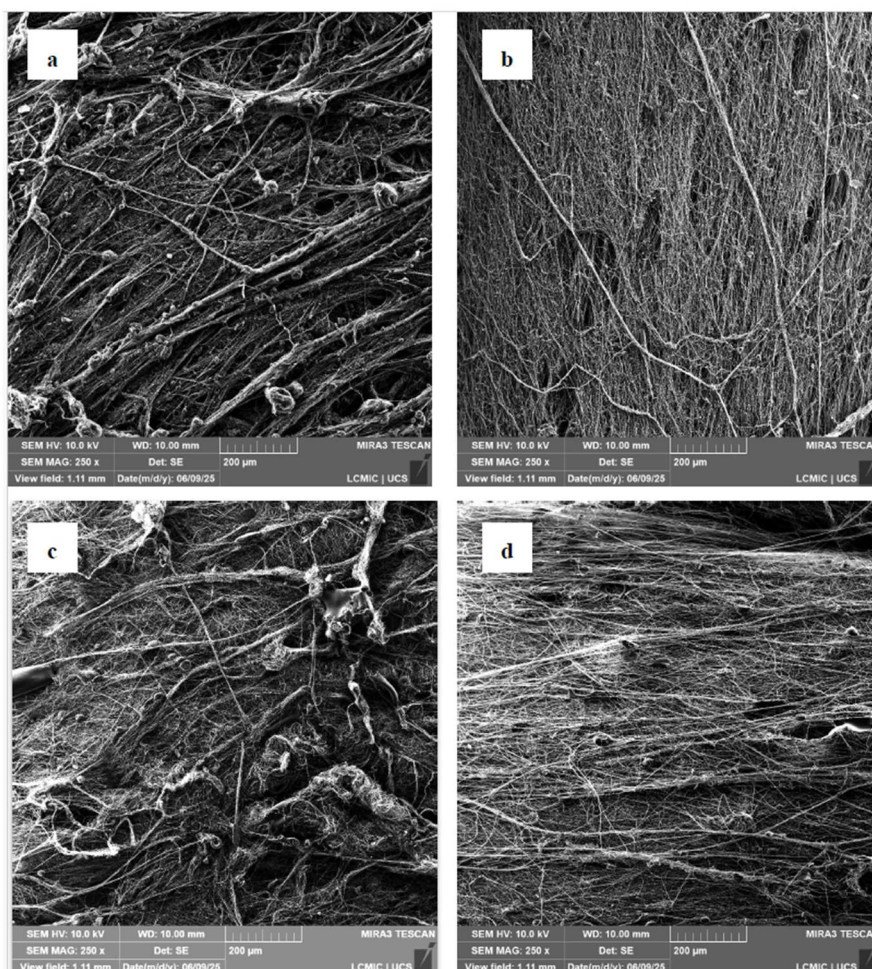
A análise morfológica por MEV-FEG das fibras obtidas a partir das soluções Limo_EPS20 (**Figura 29a**) e Limo_EPS25 (**Figura 29b**) revela a formação de estruturas contínuas, bem distribuídas e sem rupturas aparentes, características típicas do processo de RJS. Observa-se que o aumento da concentração polimérica na solução Limo_EPS25 resultou em fibras de maior diâmetro e com melhor uniformidade superficial. Esse comportamento pode ser atribuído à maior viscosidade da solução, associada ao cisalhamento intenso gerado pela rotação, que favorece o estiramento controlado das cadeias poliméricas e a estabilidade do jato.

Com base nas diferenças morfológicas observadas entre as amostras obtidas pelos dois processos de fiação, tornou-se relevante avaliar a influência do método de processamento na formação das fibras. A **Figura 30** reúne as micrografias de MEV-FEG

das fibras obtidas a partir das soluções Limo_EPS20 e Limo_EPS25, processadas por SBS e RJS, possibilitando uma comparação direta entre os resultados.

Observa-se que ambos os processos possibilitaram a formação de estruturas predominantemente fibrosas, indicando que o R-(+)-limoneno apresenta propriedades de volatilidade e viscosidade adequadas à obtenção de fibras contínuas. Entretanto, as amostras produzidas por SBS (**Figuras 30a e 30c**) apresentaram maior incidência de *beads* e regiões de descontinuidade, atribuídas à instabilidade do jato durante a ejeção, consequência da alta velocidade do ar comprimido.

Figura 30 – Micrografias de MEV-FEG das mantas de fibras produzidas a partir da solução Limo_EPS20 por (a) SBS e (b) RJS, e da solução Limo_EPS25 por (c) SBS e (d) RJS, respectivamente



Por outro lado, as amostras obtidas por RJS (**Figuras 30b e 30d**) exibiram fibras mais contínuas e com menor ocorrência de defeitos, evidenciando que o mecanismo de estiramento centrífugo proporciona maior estabilidade do jato e tempo de secagem mais adequado, resultando em fibras mais uniformes e regulares. Esse comportamento reforça a eficiência do processo de RJS na produção de mantas com menor variação de diâmetro e melhor uniformidade morfológica.

Resultados semelhantes foram reportados por Medeiros et al. (2009), que produziram fibras em formato não tecido utilizando aparato de deposição estacionário. Nesse estudo, a comparação entre fibras formadas em coletor fixo e coletor rotativo demonstrou que este último promove melhor alinhamento das fibras e estrutura mais ordenada, assemelhando-se à de um tecido parcialmente orientado.

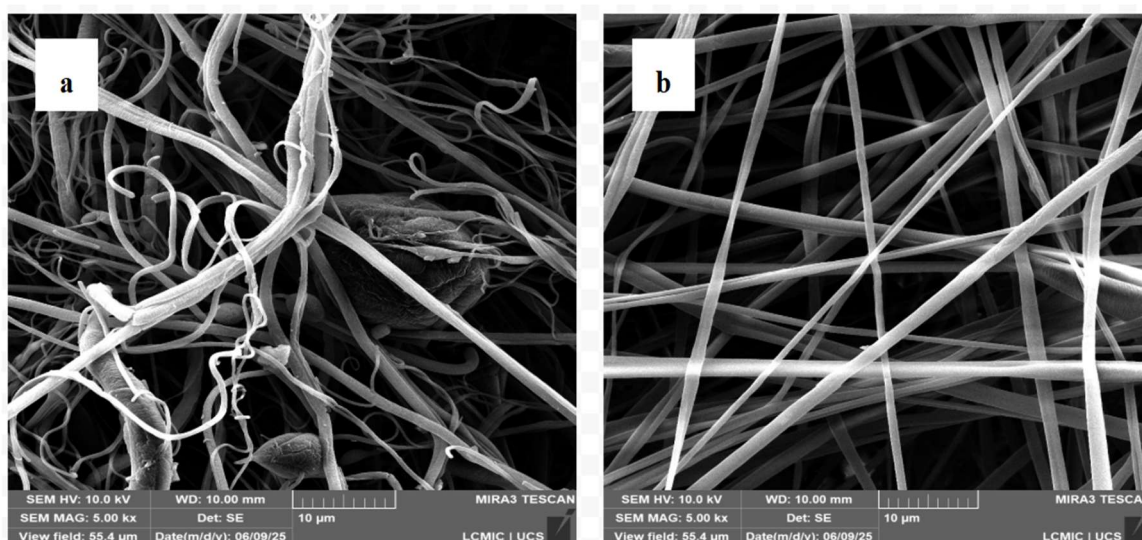
5.5.1.2 Micrografias de MEV-FEG para as fibras obtidas a partir das soluções de terebintina

A morfologia das amostras obtidas por SBS é apresentada na **Figura 31**, que exhibe as micrografias de MEV-FEG das fibras produzidas a partir das soluções Tere_EPS10 e Tere_EPS15. Sob mesmas condições de magnificação (5.000 ×), observa-se, em ambas as amostras, a formação de estruturas fibrosas contínuas, com variações no grau de alinhamento e na regularidade superficial, evidenciando a influência da concentração nas características morfológicas resultantes do processo SBS.

Na **Figura 31a**, as fibras obtidas a partir da solução Tere_EPS10 apresentam diâmetros variados e presença significativa de defeitos, como *beads* e regiões fundidas, possivelmente resultantes da baixa viscosidade da solução. Nessas condições, a força coesiva entre as cadeias poliméricas é insuficiente para sustentar um estiramento uniforme

do jato, favorecendo a formação de irregularidades e fibras enoveladas. Por outro lado, na **Figura 31b**, correspondente à amostra obtida a partir da solução Tere_EPS15, observa-se uma rede de fibras mais homogênea, com diâmetros mais regulares e ausência de defeitos aparentes. O aumento da concentração promove maior viscosidade, o que contribui para estabilidade do jato e formação de fibras contínuas.

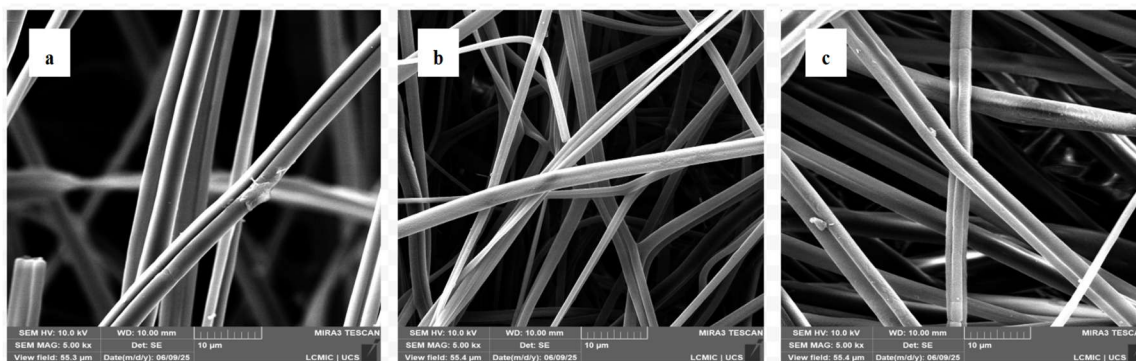
Figura 31 – Micrografias de MEV-FEG das fibras produzidas a partir das soluções (a) Tere_EPS10 e (b) Tere_EPS15 por SBS



O contraste entre as duas imagens evidencia que a concentração polimérica é um parâmetro determinante para a qualidade morfológica das fibras obtidas por SBS, sendo que concentrações reduzidas de polímero, resultam em instabilidade do jato, enquanto concentrações adequadas permitem a produção de fibras com boa uniformidade e integridade estrutural.

As micrografias de MEV-FEG apresentadas na **Figura 32** correspondem às fibras obtidas a partir de soluções contendo terebintina, processadas por RJS. As imagens referem-se às amostras Tere_EPS10, Tere_EPS15 e Tere_EPS20, com concentrações poliméricas de 10, 15 e 20% (m/m), respectivamente.

Figura 32 – Micrografias de MEV-FEG das fibras produzidas a partir das soluções (a) Tere_EPS10, (b) Tere_EPS15 e (c) Tere_EPS20 por RJS

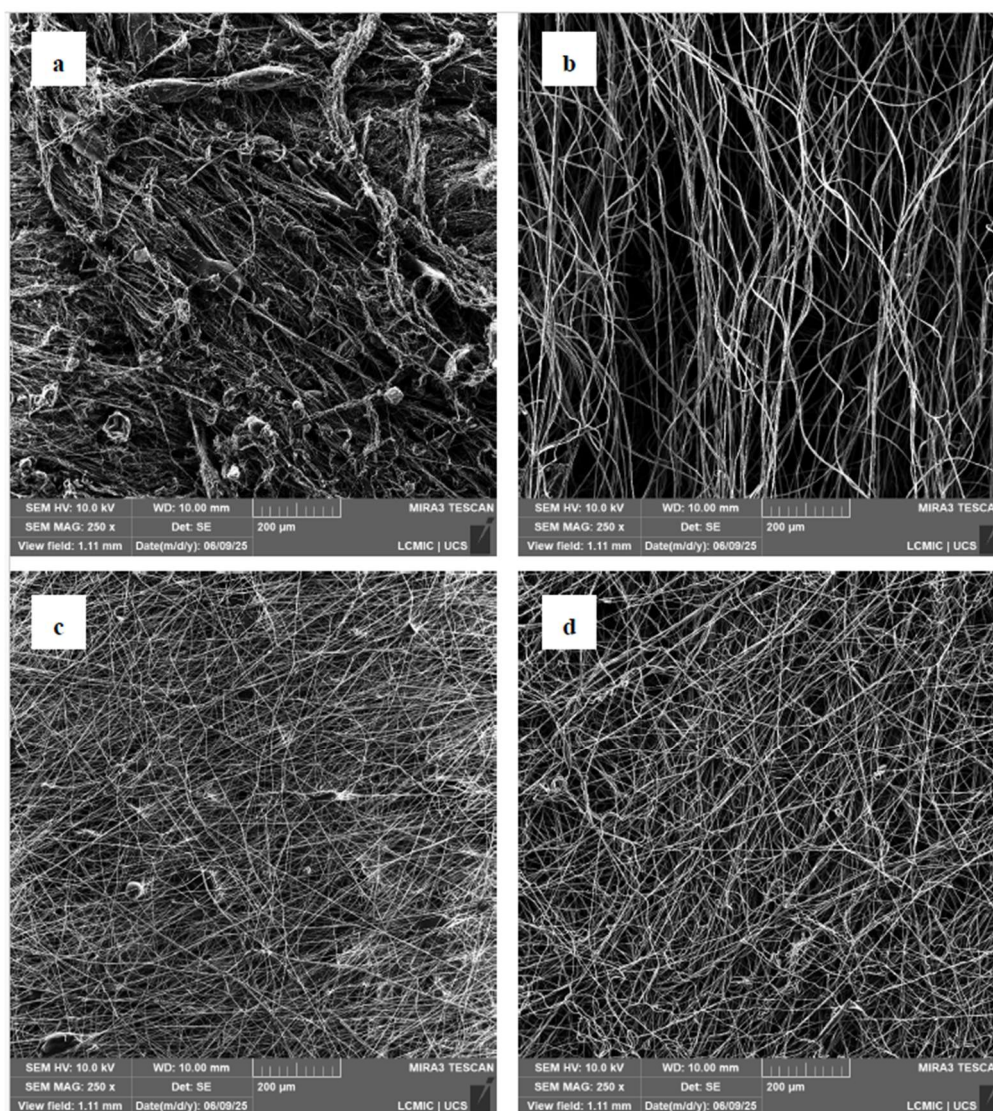


Na **Figura 32a**, correspondente à amostra obtida a partir da solução Tere_EPS10, as fibras apresentam diâmetros reduzidos e superfície relativamente uniforme, embora com a presença de estreitamentos e fusões parciais, típicos de soluções com baixa viscosidade, nas quais a coesão molecular é insuficiente para estabilizar o jato durante a fiação. Já na **Figura 32b**, associada à amostra obtida a partir da solução Tere_EPS15, observa-se uma distribuição mais uniforme das fibras, com menor incidência de irregularidades superficiais. O aumento da concentração eleva a viscosidade da solução, proporcionando melhor estabilidade hidrodinâmica e fibras mais contínuas e regulares. Por fim, na **Figura 32c**, relativa à amostra obtida a partir da solução Tere_EPS20, as fibras exibem morfologia bem definida, diâmetros maiores e superfície lisa, sem defeitos visíveis. Essa condição favoreceu significativamente a formação de fibras uniformes, embora o aumento do diâmetro possa estar associado à maior resistência do jato ao alongamento devido à viscosidade mais elevada.

De forma análoga à observada nas fibras produzidas com R-(+)-limoneno, o processo de fiação exerce influência significativa sobre a morfologia final das fibras obtidas em terebintina. Para essa comparação, as micrografias de MEV-FEG apresentadas na **Figura 33**, reúnem as fibras produzidas com a mesma concentração polimérica,

utilizando os processos SBS e RJS, permitindo a análise direta dos efeitos do processamento.

Figura 33 – Micrografias de MEV-FEG das mantas de fibras produzidas a partir da solução Tere_EPS10 por (a) SBS e (b) RJS, e da solução Tere_EPS15 por (c) SBS e (d) RJS, respectivamente



Nas **Figuras 33a** e **33c**, correspondentes ao processo SBS, observam-se redes menos organizadas, com acúmulo de material e regiões densas, indicando instabilidade do jato de fiação e deposição não uniforme das fibras. Por outro lado, as **Figuras 33b** e **33d**,

associadas ao processo RJS, mostram fibras mais bem distribuídas, com orientação mais definida e disposição homogênea ao longo da área analisada. Essa uniformidade morfológica evidencia a maior estabilidade do processo RJS, decorrente da ejeção controlada promovida pelas forças centrífugas, que favorecem a deposição ordenada e o entrelaçamento eficiente das fibras sobre o coletor.

5.5.1.3 Análise morfológica e distribuição de diâmetros das fibras obtidas a partir das soluções de R-(+)-limoneno e terebintina por SBS e RJS

A caracterização morfológica das fibras produzidas a partir das soluções poliméricas em R-(+)-limoneno e terebintina, permitiu avaliar a influência combinada do tipo de solvente e do processo de fiação (SBS e RJS) sobre a estrutura final das mantas obtidas. As micrografias obtidas por MEV-FEG revelaram diferenças significativas quanto à continuidade das fibras, à presença de defeitos morfológicos e à distribuição de diâmetros, demonstrando que ambos os parâmetros de processamento exercem papel determinante na formação da microestrutura final. A análise quantitativa dos diâmetros médios das fibras complementa essas observações, permitindo correlacionar o comportamento reológico das soluções com a estabilidade do jato durante a fiação e, conseqüentemente, com a regularidade das fibras formadas.

A **Tabela 6** reúne os valores de diâmetro médio com o desvio padrão para as fibras obtidas por SBS e RJS, considerando tanto as soluções contendo R-(+)-limoneno quanto aquelas preparadas com terebintina, nas diferentes concentrações avaliadas. Observa-se que, para as amostras obtidas com R-(+)-limoneno, o processo RJS resultou em fibras com maior diâmetro médio (273 ± 84 nm para Limo_EPS20 e 352 ± 100 nm para Limo_EPS25) em comparação ao processo SBS (82 ± 18 nm a 138 ± 20 nm). Além disso, os desvios

padrão foram mais elevados nas amostras processadas por RJS, indicando uma distribuição de diâmetros mais heterogênea.

Tabela 6 – Diâmetro médio e desvio padrão das fibras de EPS obtidas a partir de soluções com diferentes concentrações, utilizando R-(+)-limoneno ou terebintina como solventes, por SBS e RJS

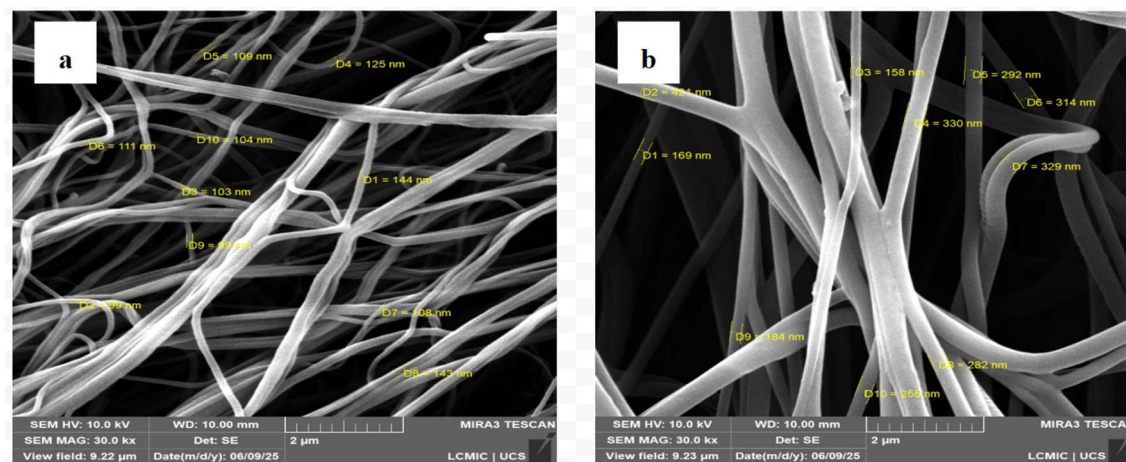
Solução polimérica	Processo de fiação	Número de medidas	Média diâmetro (nm)	Desvio padrão (nm)
Limo_EPS15	SBS	10	82	18
Limo_EPS20	SBS	10	115	17
Limo_EPS25	SBS	10	138	20
Limo_EPS20	RJS	10	273	84
Limo_EPS25	RJS	10	352	100
Tere_EPS10	SBS	10	342	174
Tere_EPS15	SBS	10	960	392
Tere_EPS10	RJS	10	2550	796
Tere_EPS15	RJS	10	1500	699
Tere_EPS20	RJS	10	2180	773

A comparação entre os resultados mostra que as fibras obtidas com R-(+)-limoneno apresentaram diâmetros menores e distribuição mais uniforme, possivelmente em função da maior viscosidade e polaridade do solvente, que favorecem o estiramento eficiente do jato polimérico. Já as amostras produzidas com terebintina exibiram diâmetros médios mais elevados, o que pode estar associado a menor taxa de evaporação do solvente e à maior tendência à coalescência de fibras parcialmente fluidas durante a deposição.

A **Figura 34** apresenta as micrografias de MEV-FEG e os diâmetros das fibras obtidas a partir da solução Limo_EPS 20, utilizando os processos de fiação SBS e RJS. Na

Figura 34a, observa-se que as fibras formadas apresentam diâmetros reduzidos (de 99 a 144 nm), boa uniformidade e ausência de defeitos evidentes. O fluxo de ar de alta velocidade, característico do processo SBS, promove intenso estiramento aerodinâmico, resultando em fibras ultrafinas, embora variações locais no campo de fluxo possam gerar pequenas flutuações de diâmetro (PENCONEK et al., 2023). Já na **Figura 34b**, as fibras apresentam diâmetros maiores (de 158 e 330 nm) e disposição mais linear, com menor grau de entrelaçamento. A força centrífuga predominante no processo RJS provoca um estiramento menos intenso que o aerodinâmico do SBS, resultando em fibras mais espessas e mantas com estrutura mais aberta e porosa (BADROSSAMAY et al., 2010; ROGALSKI et al., 2017, MERCHIERS et al., 2022).

Figura 34 – Imagens de MEV-FEG das fibras obtidas a partir da solução Limo_EPS20 por (a) SBS e (b) RJS

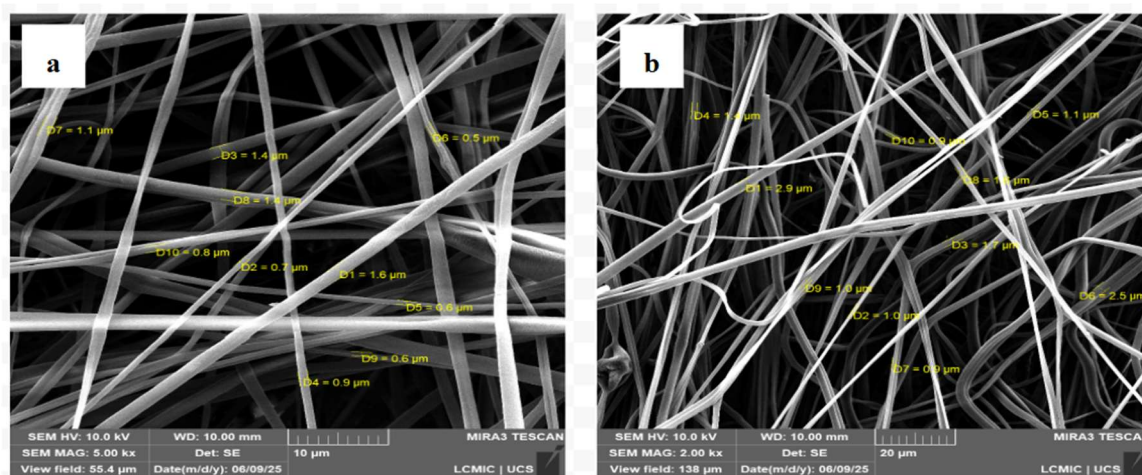


Resultados semelhantes foram reportados por Silveira et al. (2025), que obtiveram fibras de PS por SBS a partir de soluções em clorofórmio/EPS com diâmetros de 149 a 330 nm. Miranda et al. (2019) também observaram diâmetros médios próximos a 327 nm para soluções a 25% (m/m) de PS em *d*-limoneno e cerca de 144 nm para 20% (m/m), corroborando os resultados deste estudo.

No caso das soluções preparadas com terebintina, os diâmetros obtidos foram ainda mais elevados, especialmente para RJS (2550 ± 796 nm para Tere_EPS10, 1500 ± 699 nm para Tere_EPS15 e 2180 ± 773 nm para Tere_EPS20), em comparação às amostras produzidas por SBS (342 ± 174 nm e 960 ± 392 nm, respectivamente). Essa tendência confirma que, independentemente do solvente, o processo RJS tende a gerar fibras mais espessas e com maior variação dimensional.

A **Figura 35** apresenta as micrografias de MEV-FEG e os diâmetros das fibras produzidas a partir das soluções Tere_EPS15, utilizando as duas técnicas de fiação.

Figura 35 – Micrografias de MEV-FEG das fibras obtidas a partir da solução Tere_EPS15 por (a) SBS e (b) RJS



Na **Figura 35a**, referente ao processo SBS, as fibras apresentam diâmetros entre 0,5 e 1,6 μm, com distribuição uniforme e rede densa e sobreposta. O menor intervalo de variação indica que o estiramento aerodinâmico e a viscosidade da solução foram suficientes para gerar fibras contínuas e homogêneas. Já a **Figura 35b**, correspondente ao processo RJS, mostra fibras mais espessas e variáveis (0,8 a 2,9 μm), formando mantas menos compactas, o que pode influenciar a permeabilidade e o desempenho mecânico do material.

De forma comparativa, Budlayan et al. (2021) relataram a obtenção de microfibras de PS com diâmetro de 3,14 μm por RJS a partir de solução em THF, resultado próximo aos valores obtidos neste estudo. A análise conjunta dessas micrografias evidencia que, para a solução Tere_EPS15, o processo SBS favorece a produção de fibras mais finas e densamente entrelaçadas, enquanto o processo RJS tende a gerar fibras mais grossas e mantas mais abertas. Essas diferenças estruturais podem impactar significativamente o desempenho funcional do material, especialmente em aplicações que requerem alta área superficial e porosidade controlada, como a adsorção de óleos e filtração de partículas.

Em síntese, observa-se que, mesmo partindo da mesma solução polimérica, as condições de estiramento impostas por cada processo de fiação influenciam diretamente o diâmetro médio e a morfologia final das fibras. Enquanto o processo SBS favorece a formação de fibras nanométricas finas e densamente sobrepostas, o processo RJS resulta em fibras micrométricas mais espessas e organizadas, implicando variações de permeabilidade e desempenho adsorptivo.

Essas diferenças morfológicas podem ser atribuídas à capacidade de solvatação dos solventes. O EPS em R-(+)-limoneno, com $M_v = 1,69 \times 10^5 \text{ g mol}^{-1}$, apresentou maior expansão conformacional e viscosidade intrínseca superior, favorecendo o estiramento e a formação de fibras mais finas. Já o EPS em terebintina, com $M_v = 1,10 \times 10^5 \text{ g mol}^{-1}$, apresentou solvatação limitada e maior heterogeneidade morfológica. Esses achados reforçam a correlação entre os parâmetros reológicos e a morfologia final, demonstrando que a escolha do solvente é um fator decisivo para o controle estrutural das fibras de EPS.

5.5.1.4 Efeito da evaporação do solvente na formação de beads nas fibras

A formação de defeitos morfológicos (*beads*) constitui um dos principais desafios nos processos de fiação de polímeros em solução, pois reflete diretamente o equilíbrio entre

as propriedades reológicas da solução, a taxa de evaporação do solvente e as condições de ejeção do jato polimérico. No presente estudo, verificou-se que tanto as fibras obtidas a partir das soluções contendo R-(+)-limoneno quanto aquelas preparadas com terebintina (**Figura 36**) apresentaram *beads* em diferentes graus de ocorrência. Esse comportamento evidencia que, mesmo sob condições controladas de fiação, pequenas variações na volatilidade do solvente e na viscosidade da solução são capazes de gerar instabilidades no jato, resultando em irregularidades ao longo das fibras formadas.

As micrografias apresentadas nas **Figuras 36 e 37** ilustram claramente como a interação entre solvente, viscosidade e o processo de fiação determinam a presença e o formato dos *beads* nas fibras de EPS. No sistema contendo R-(+)-limoneno, todas as amostras obtidas a partir da solução Limo_EPS20 apresentaram *beads* distribuídos ao longo das fibras, independentemente do processo de fiação empregado.

Figura 36 – Micrografias de MEV-FEG das fibras obtidas a partir das soluções (a) Limo_EPS15, (b) Limo_EPS20 e (c) Limo_EPS25 por SBS, e das fibras obtidas a partir das soluções (d) Limo_EPS20 e (e) Limo_EPS25 por RJS, mostrando a ocorrência significativa de *beads* esféricos e alongados (setas amarelas)

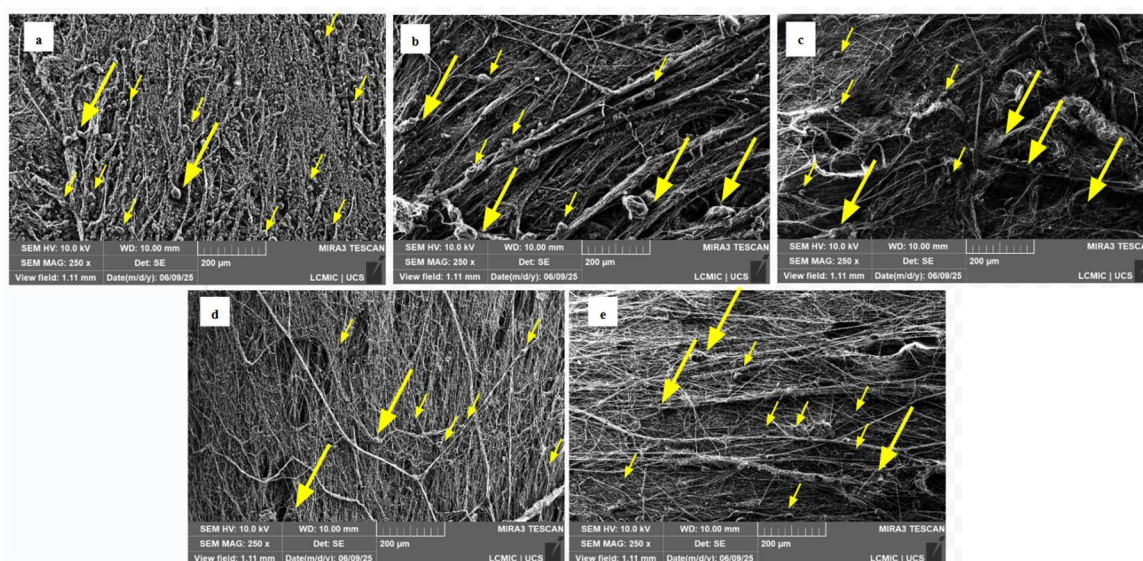
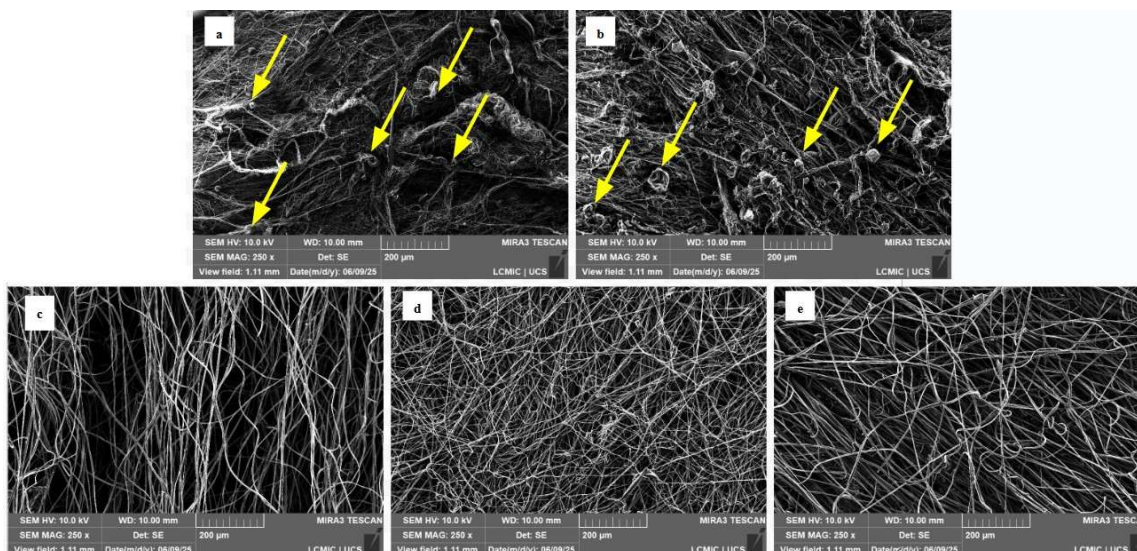


Figura 37 – Micrografias de MEV-FEG das fibras obtidas a partir das soluções (a) Tere_EPS10 e (b) Tere_EPS15 por SBS, evidenciando a presença de *beads* (setas amarelas), e das fibras obtidas a partir das soluções (c) Tere_EPS10, (d) Tere_EPS15 e (e) Tere_EPS20 por RJS, sem a presença de *beads*



Esse comportamento sugere que, para essa faixa de concentração, a combinação de propriedades físico-químicas do R-(+)-limoneno, como sua tensão superficial relativamente elevada e a viscosidade da solução, favoreceu instabilidades no jato durante a fiação, levando à formação de irregularidades morfológicas. Estudos anteriores relatam resultados semelhantes, indicando que solventes mais voláteis, como clorofórmio e diclorometano, quando empregados em soluções de menor concentração, produzem maior quantidade de *beads*, confirmando o papel combinado da viscosidade e da volatilidade do solvente na estabilidade do jato (LOPIANIAK et al., 2025).

Por outro lado, para as soluções contendo terebintina, observa-se na **Figura 37** que os *beads* foram detectados apenas nas fibras produzidas por SBS, enquanto as amostras obtidas por RJS apresentaram morfologia regular e livre de defeitos visíveis. A ausência de *beads* nas fibras obtidas por meio dessa técnica pode ser atribuída à menor turbulência aerodinâmica e ao estiramento centrífugo predominante, que conferem maior estabilidade

ao jato durante o processo. Em contrapartida, a ocorrência desses defeitos no processo SBS indica que, embora a viscosidade da solução seja suficiente para garantir a formação de fibras contínuas, as condições aerodinâmicas do processo promovem instabilidades localizadas que favorecem o aparecimento de *beads*.

De modo geral, a concentração da solução polimérica, a pressão de ejeção e a taxa de evaporação do solvente exercem influência direta não apenas sobre o diâmetro e a regularidade das fibras, mas também sobre a formação dessas imperfeições morfológicas. Segundo Cebrian (2019) e Golecki et al. (2014), o mecanismo de formação de *beads* está associado às instabilidades na evaporação do solvente, que interferem no equilíbrio entre alongamento e solidificação do jato polimérico.

Além disso, Lima e Guerra (2022) destacam que a disposição aleatória das fibras, resultante da alimentação manual e da deposição sobre anteparo plano, tende a acentuar esse fenômeno. Resultados semelhantes foram descritos por Ramakrishna et al. (2005), Gil-Jasso et al. (2019) e Li et al. (2019), os quais apontaram ainda a baixa constante dielétrica do poliestireno e parâmetros inadequados de processamento como fatores que intensificam a formação de *beads* durante a fiação.

Por fim, os estudos de Badrossamay et al. (2010) e Padron et al. (2013) corroboram essas observações, demonstrando que solventes de alta volatilidade promovem solidificação precoce e fibras mais uniformes, enquanto solventes de baixa volatilidade e alta tensão superficial tendem a favorecer a formação de *beads* devido à solidificação mais lenta e à menor estabilidade do jato polimérico. Esses resultados reforçam que a escolha do solvente, aliada ao controle das condições de fiação, desempenha papel determinante na morfologia final das fibras e na minimização de defeitos estruturais.

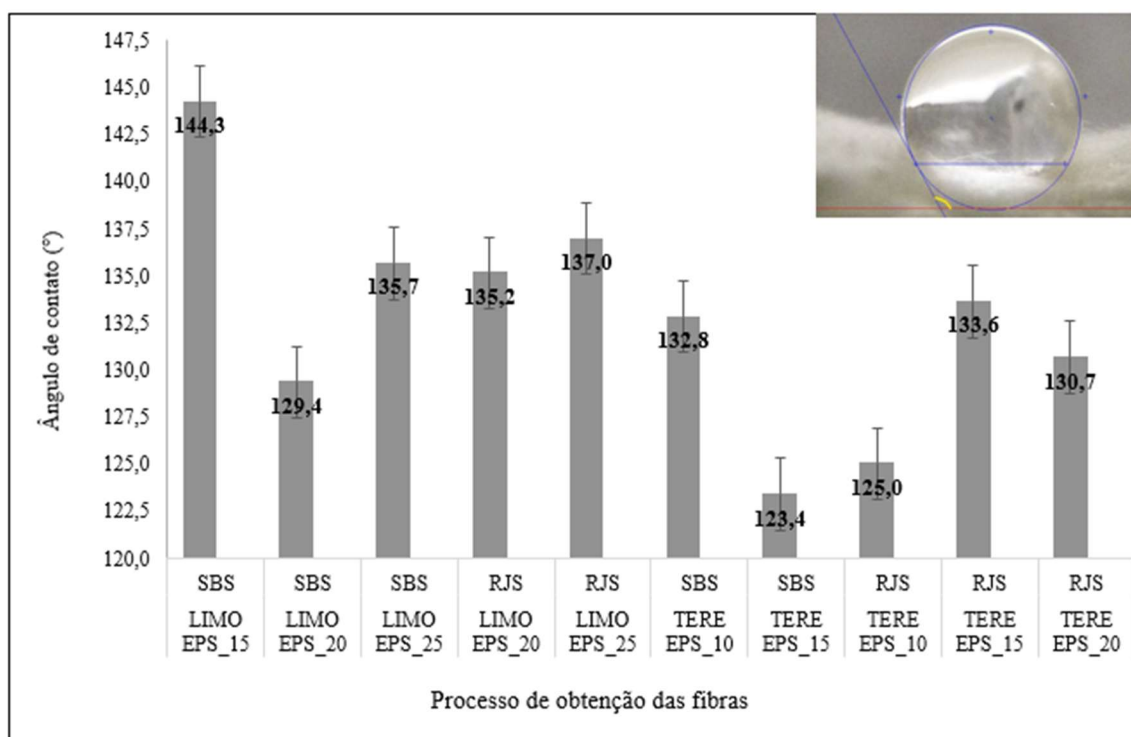
5.5.2 Caracterização de superfície por medida de ângulo de contato da água

A molhabilidade é um fenômeno interfacial que descreve a capacidade de uma fase fluida substituir parcial ou totalmente outra fase sobre uma superfície sólida ou líquida. Esse comportamento é geralmente quantificado por meio do ângulo de contato formado entre o líquido e o substrato: valores elevados ($> 90^\circ$) indicam baixa afinidade do líquido pela superfície, caracterizando um comportamento hidrofóbico, enquanto ângulos reduzidos ($< 45^\circ$) denotam caráter hidrofílico (ASTM, 2022). Assim, a medida do ângulo de contato constitui uma ferramenta robusta para avaliar as propriedades superficiais de materiais fibrosos e os efeitos de variáveis de processamento sobre sua energia superficial.

A **Figura 38** apresenta os valores de ângulo de contato obtidos para as fibras de EPS produzidas neste estudo, evidenciando o caráter predominantemente hidrofóbico das superfícies. No grupo de amostras produzidas com R-(+)-limoneno pelo processo SBS, observou-se o maior ângulo de contato ($144,3^\circ$) na amostra Limo_EPS15, indicando a maior hidrofobicidade entre as formulações testadas. Embora tenha ocorrido variação nos valores com o aumento da concentração de EPS, não se observou uma tendência linear clara: a amostra com 20% (m/m) apresentou o menor ângulo, sugerindo que concentrações intermediárias podem gerar superfícies menos hidrofóbicas, possivelmente em decorrência de alterações na morfologia superficial ou na porosidade das fibras.

Nas amostras produzidas com o mesmo solvente, porém por RJS, os ângulos de contato foram ligeiramente inferiores aos obtidos por SBS, mas ainda dentro da faixa hidrofóbica. Entre as mantas Limo_EPS20 e Limo_EPS25, verificou-se um leve aumento do ângulo com o incremento da concentração polimérica, sugerindo que a maior fração de EPS pode favorecer a formação de superfícies mais compactas e hidrofóbicas nesse tipo de fiação.

Figura 38 – Ângulo de contato da água com a superfície das fibras de EPS obtidas a partir das soluções R-(+)-limoneno e terebintina pelos processos SBS e RJS



Para as fibras obtidas com terebintina pelo processo SBS, constatou-se comportamento inverso: o aumento da concentração de EPS esteve associado à redução do ângulo de contato, indicando diminuição da hidrofobicidade. Esse resultado pode estar relacionado à maior exposição de grupos polares ou a modificações na topografia superficial, como o aumento de rugosidade e heterogeneidade, que afetam a capacidade de repelência à água (KASIRI, DOMÍNGUEZ e BENITO, 2020).

No conjunto das amostras processadas por RJS, observou-se que a formulação Tere_EPS15 apresentou o maior ângulo de contato, sugerindo que a interação entre concentração e tipo de fiação exerce influência significativa sobre as propriedades superficiais das mantas. A ausência de uma tendência linear reforça que o comportamento da molhabilidade resulta de uma combinação complexa entre as propriedades reológicas da solução, evaporação do solvente e a formação da microestrutura fibrosa.

Os valores obtidos neste estudo estão em concordância com dados da literatura. Doan et al. (2019) relataram ângulos de contato próximos ($142,3 \pm 2,8^\circ$) para fibras contendo 22% (m/m) de PS em solução de DMF, correlacionando a alta hidrofobicidade à uniformidade superficial das fibras. De modo semelhante, Kántor et al. (2024) obtiveram valores médios de $131,5 \pm 2,3^\circ$ para nanofibras de poli(estireno-b-isobutileno-b-estireno) produzidas por RJS, enquanto Agarwal et al. (2006) reportaram ângulos na faixa de 130° a 150° para mantas de PS eletrofiadas em misturas DMF:THF. Resultados análogos também foram descritos por Ramos et al. (2022), que produziram mantas não tecidas de biopoliuretanos modificados com nanotubos de carbono (MWCNT) por SBS, apresentando ângulos entre 126° e 129° , igualmente característicos de materiais altamente hidrofóbicos.

De modo geral, os resultados obtidos confirmam o comportamento hidrofóbico típico das superfícies de EPS, coerente com o caráter apolar do PS. Apesar das variações decorrentes do solvente, da concentração polimérica e do processo de fiação, as tendências observadas mantiveram-se consistentes com estudos anteriores sobre fibras de PS e outros polímeros de estrutura semelhante, o que reforça a confiabilidade dos dados e a reprodutibilidade das análises conduzidas neste trabalho.

5.5.3 Determinação da área superficial específica (BET)

A determinação da área superficial específica das fibras foi realizada por meio da técnica de adsorção e dessorção de nitrogênio (BET), fundamentada na quantificação da quantidade de gás adsorvido e posteriormente dessorvido pela superfície do material à temperatura constante de nitrogênio líquido (77 K). Conforme descrito por (Datsyuk et al., 2019), parâmetros semelhantes aplicados à análise de nanofibras de PS permitiram avaliar

a distribuição de poros, característica de grande relevância para aplicações em materiais isolantes e adsorventes.

Durante o ensaio, a amostra é inicialmente imersa em nitrogênio líquido, e o processo de adsorção é monitorado mediante o aumento gradual da pressão do gás em etapas controladas. Na sequência, a dessorção é registrada à medida que a pressão é reduzida, possibilitando a determinação da área superficial específica, do volume de poros e do diâmetro médio de poros (MALEKI et al., 2023). Os resultados obtidos para as diferentes amostras de fibras estão apresentados na **Tabela 7**.

Tabela 7 – Resultados de área superficial específica (BET) ($\text{m}^2 \text{g}^{-1}$), volume de poros (BJH) ($\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$) e diâmetro médio dos poros (BJH) (nm) das fibras de EPS produzidas a partir das soluções de R-(+)-limoneno e terebintina, obtidas por SBS e RJS

Solução polimérica	Processo de fiação	Área superficial específica ($\text{m}^2 \text{g}^{-1}$)	Volume de poros ($\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$)	Diâmetro dos poros (nm)
Limo EPS_15	SBS	4,95	0,010	11,15
Limo EPS_20	SBS	15,77	0,028	3,74
Limo EPS_25	SBS	7,00	0,023	24,49
Limo EPS_20	RJS	3,91	0,016	16,73
Limo EPS_25	RJS	3,11	0,008	22,46
Tere EPS_10	SBS	2,02	0,011	7,38
Tere EPS_15	SBS	2,91	0,006	23,22
Tere EPS_10	RJS	12,52	0,004	11,90
Tere EPS_15	RJS	7,74	0,017	10,96
Tere EPS_20	RJS	2,64	0,007	22,82

O coeficiente de determinação médio ($R^2 = 0,8948$), obtido para os ajustes lineares do modelo de BET, indica que aproximadamente 89% da variabilidade experimental da região selecionada da isoterma de adsorção é explicada pela regressão linear. Esse valor

representa um ajuste moderado, possivelmente associado ao número limitado de pontos experimentais e à heterogeneidade intrínseca das superfícies fibrosas.

Comportamento semelhante foi relatado por Silva et al. (2022) ao analisar materiais como hidroxiapatita (HAP) e estruvita, que, por apresentarem superfícies heterogêneas e baixa área específica, resultaram em valores de R^2 próximos ou inferiores a 0,90. Tal semelhança reforça que, assim como esses materiais, as mantas de fibras poliméricas possuem estrutura complexa e irregular, devendo-se interpretar os valores obtidos de área superficial como estimativas comparativas entre as amostras, e não como grandezas absolutas.

Observa-se que as amostras produzidas por SBS apresentaram áreas superficiais específicas variando de $2,02 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ (Tere_EPS10) a $15,77 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ (Limo_EPS20), enquanto para as amostras obtidas por RJS, os valores oscilaram entre $2,64 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ (Tere_EPS20) e $12,52 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ (Tere_EPS10). Além disso, nota-se ainda que tanto o processo de fiação quanto a concentração polimérica influenciam o volume e o diâmetro médio dos poros, demonstrando que a morfologia final das fibras está intimamente relacionada às condições de processamento empregadas.

Esses resultados estão em consonância com os relatados por Doan et al. (2019), que observaram forte influência da composição do solvente sobre a morfologia das fibras de PS. Nesse estudo, as áreas superficiais específicas variaram de $0,42 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ (PS/THF) até $13,65 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ (PS/THF/DMF = 1/3), acompanhadas de aumentos significativos no volume de poros (de $0,004$ a $0,075 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$). De forma semelhante, o presente trabalho evidenciou ampla variação nos parâmetros texturais em função da concentração da solução polimérica e do processo de fiação, confirmando que a composição da solução e as condições de fiação exercem papel determinante na geração da porosidade e da área acessível das fibras.

O volume de poros segue tendência coerente com os resultados de área superficial: amostras com maiores valores de BET, como Limo_EPS20 – SBS ($0,028 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$), também apresentam maiores volumes de poros, indicando uma estrutura interna mais aberta e acessível. De acordo com Cao et al. (2022), a porosidade exerce influência decisiva sobre a área superficial específica e o volume de poros, sendo parâmetros fundamentais para o desempenho de nanofibras em aplicações como catálise, adsorção e armazenamento de energia.

Os diâmetros médios de poros situaram-se entre 3,7 e 24,5 nm, faixa correspondente à categoria de mesoporos (2–50 nm) (MALEKI et al., 2023). Essa variação reflete o controle da solidificação durante a fiação: solventes mais voláteis tendem a gerar poros menores devido à rápida fixação da estrutura, enquanto solventes menos voláteis ou processos com solidificação mais lenta permitem a formação de poros maiores.

Ao relacionar as propriedades morfológicas com os parâmetros texturais, observa-se uma correlação direta entre o diâmetro das fibras e a área superficial específica. As amostras produzidas por SBS, caracterizadas por fibras mais finas e uniformes, apresentaram maiores áreas superficiais e volumes de poros acessíveis, especialmente nas formulações Limo_EPS20 e Limo_EPS25, que exibiram morfologia mais aberta e interconectada. Por outro lado, as fibras obtidas por RJS, com diâmetros mais elevados e estrutura mais compacta, resultaram em menores áreas específicas e poros de maior diâmetro, sugerindo menor permeabilidade para adsorção.

Esses resultados confirmam que a redução do diâmetro médio das fibras e a melhor dispersão das cadeias poliméricas favorecem o aumento da área superficial efetiva, enquanto a compactação associada à fiação centrífuga restringe a porosidade total. Dessa forma, as análises BET complementam de maneira consistente as análises morfológicas, mostrando que as diferenças estruturais decorrentes dos processos de fiação afetam

diretamente as propriedades superficiais e o comportamento de adsorção das mantas de nanofibras poliméricas.

A **Tabela 8** apresenta, de forma comparativa, as tendências observadas nos parâmetros texturais das fibras de EPS em função do solvente e do processo de fiação, evidenciando as variações relativas de área superficial, volume e diâmetro de poros determinadas por meio da análise BET.

Tabela 8 – Tendência relativa dos parâmetros texturais das fibras de EPS em função do solvente e processo de fiação

Solvente / processo	Área superficial específica (m ² g ⁻¹)	Volume de poros (cm ³ g ⁻¹)	Diâmetro dos poros (nm)	Tendência observada
Limo/SBS	▲▲ até 20% (m/m) / ▼▼ acima de 20% (m/m)	▲ até 20% (m/m) / ≈ acima de 20%	▼ até 20% (m/m) / ▲▲ acima de 20% (m/m)	Relação inversa bem definida entre área e diâmetro: até 20% (m/m) de EPS há poros menores e área ampliada; acima disso, o aumento do diâmetro reduz drasticamente a superfície disponível
Limo/RJS	▼▼	▼	▲▲	O aumento expressivo do diâmetro, associado à evaporação mais rápida do solvente, levou à coalescência dos poros e à redução acentuada da área e do volume
Tere/SBS	▼	▼	▲▲	Estrutura com poros amplos e menos acessíveis; o aumento do diâmetro coincide com a redução da área e do volume, indicando menor conectividade superficial
Tere/RJS	▼▼ (de 10 a 20% (m/m))	▲ até 15% ▼ acima	▲	Mantém a relação inversa entre área e diâmetro: 10% (m/m) de EPS apresentou poros menores e maior área; concentrações superiores ampliaram o diâmetro e reduziram a área total

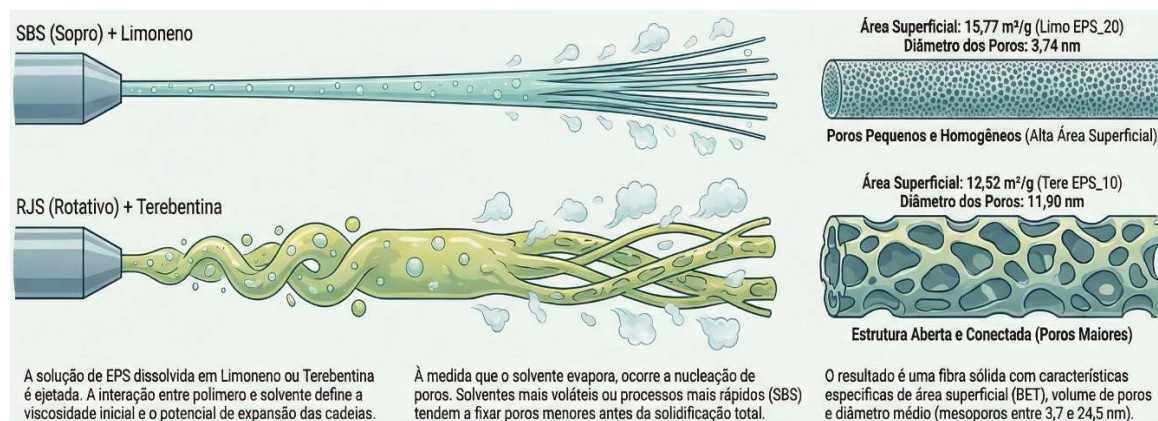
Nota: ▲▲ aumento expressivo; ▲ aumento moderado; ≈ variação pouco significativa; ▼ redução moderada; ▼▼ redução acentuada

Fonte: tabela gerada por IA (ChatGPT, versão GPT-5) (2026)

A análise conjunta dos resultados para os diferentes solventes e processos de fiação evidencia comportamentos distintos, mas coerentes com a relação inversa entre área

superficial e diâmetro médio dos poros. No grupo Limo–SBS, observa-se um aumento expressivo da área até 20% (m/m) de EPS, acompanhado por um volume de poros moderado e diâmetros reduzidos, indicando que a formação de poros menores e mais numerosos favorece a ampliação da área específica. Em contrapartida, na concentração de 25% (m/m) de EPS, o aumento acentuado do diâmetro levou à redução significativa da área, reforçando o efeito negativo da expansão dos poros sobre a superfície disponível. De forma semelhante, nas amostras Limo–RJS, o aumento do diâmetro médio foi mais pronunciado e resultou em forte redução da área e do volume de poros, comportamento associado à instabilidade do processo e à evaporação mais intensa do solvente, que favorecem a coalescência dos poros e a diminuição da área acessível à adsorção, conforme ilustrado na **Figura 39**.

Figura 39 – Correlação dos parâmetros de processo com a área superficial específica (BET)



Fonte: imagem gerada por IA na plataforma NotebookLM (2026)

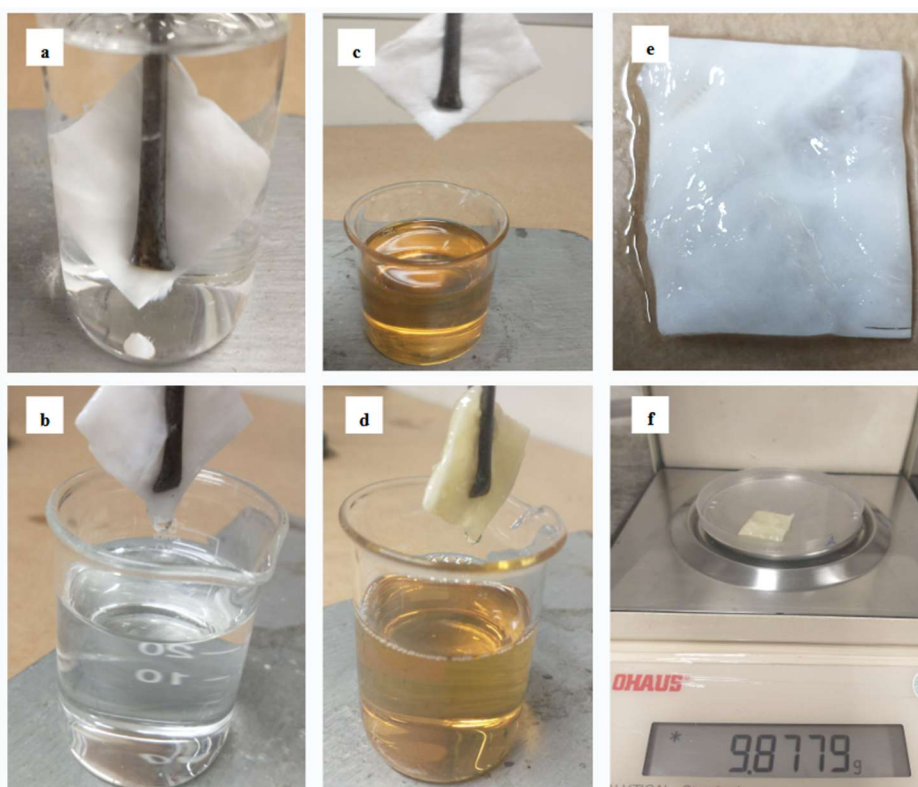
Conforme discutido por Gorjanc e Kostajnsšek (2023), a permeabilidade ao ar em não tecidos e em matrizes formadas por fibras poliméricas depende fortemente da morfologia interna das fibras, em especial do diâmetro, da forma da seção transversal e da área superficial específica. Estruturas com maior área superficial por unidade de volume

tendem a apresentar poros menores e menor permeabilidade, condição favorável tanto à adsorção quanto à filtração de partículas e fluidos.

5.5.4 Desempenho adsorvente das fibras de EPS

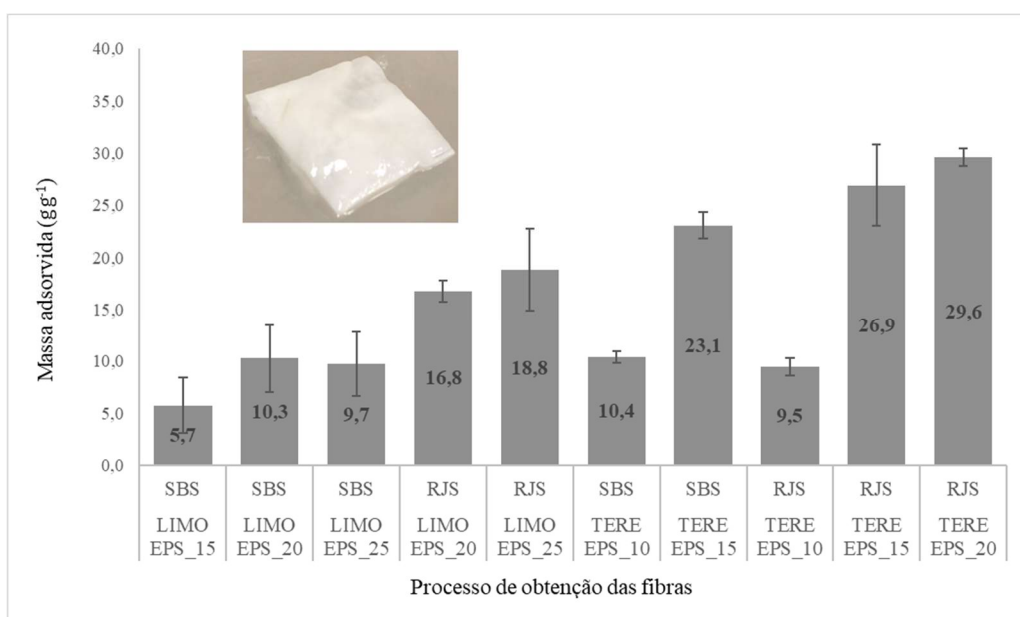
De acordo com a classificação da ASTM F726-17 (ASTM, 2017), as fibras de EPS produzidas atenderam aos critérios para materiais do Tipo I (adsorvente em forma de rolo, filme, folha, almofada, membrana ou manta: material com comprimento e largura muito superiores à espessura, apresentando forma linear e resistência suficiente para manuseio, saturado ou não). A **Figura 40** ilustra as etapas do ensaio de imersão, evidenciando o comportamento das mantas de EPS em contato com diferentes fluidos.

Figura 40 – Mantas de EPS durante o ensaio curto de imersão: (a) e (b) imersas em vaselina; (c) e (d) imersas em óleo lubrificante; (e) manta saturada após imersão; (f) pesagem da manta saturada



Os resultados obtidos nos ensaios gravimétricos com vaselina, conduzidos em triplicata, nos quais as fibras de EPS foram imersas por 15 min para determinação da massa adsorvida (g g^{-1}), são apresentados na **Figura 41**. Em geral, os valores variaram em função do solvente utilizado, da concentração polimérica e do processo de fiação empregado. Entre os solventes avaliados, as fibras produzidas com terebintina apresentaram desempenho superior às obtidas com R-(+)-limoneno, alcançando valores entre 10 e 30 g g^{-1} , enquanto as formulações contendo R-(+)-limoneno permaneceram na faixa de 8 a 20 g g^{-1} .

Figura 41 – Capacidade adsorvente das mantas de fibras de EPS produzidas pelos processos de fiação SBS e RJS, a partir de soluções de R-(+)-limoneno e terebintina, com determinação da massa adsorvida (g g^{-1}) de vaselina e respectivos desvios padrão

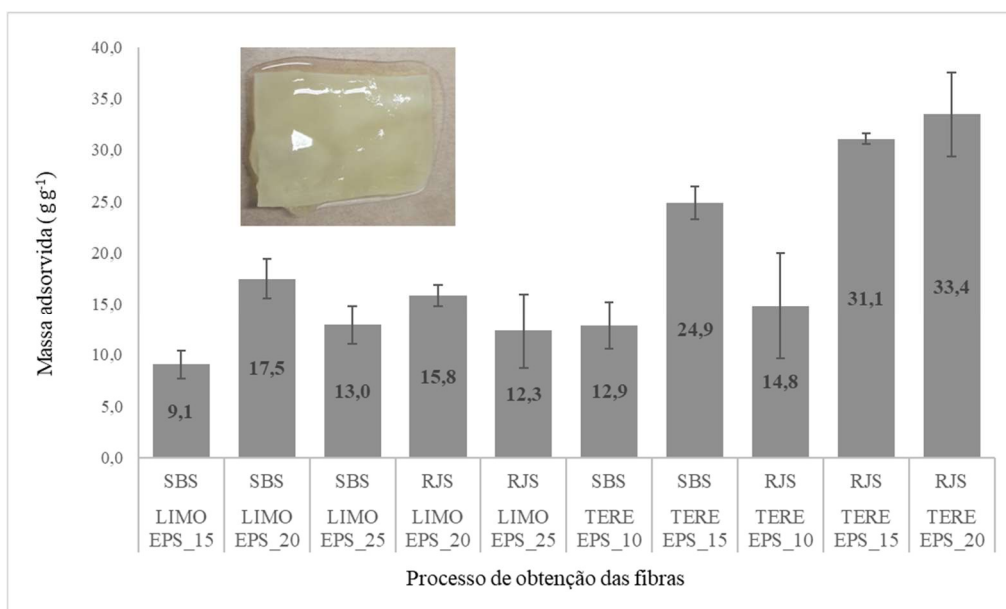


Em relação ao processo, as fibras produzidas por RJS apresentaram maior eficiência de adsorção do que as obtidas por SBS, especialmente nas formulações com terebintina. As amostras Tere_EPS15 e Tere_EPS20, produzidas por RJS, atingiram as maiores capacidades de adsorção, superando 30 g g^{-1} . Observou-se ainda que, no sistema com

R-(+)-limoneno, a variação da concentração polimérica teve efeito pouco expressivo, ao passo que, na terebintina, o aumento do teor de EPS resultou em ganhos significativos, particularmente sob fiação centrífuga.

Resultados semelhantes foram observados no ensaio com óleo mineral, apresentado na **Figura 42**, também realizado em triplicata. Nessa condição, as fibras produzidas por RJS novamente apresentaram desempenho superior às obtidas por SBS, destacando-se a formulação RJS Tere_EPS20, cuja capacidade de adsorção ultrapassou 35 g g^{-1} , valor aproximadamente três vezes maior que o observado para as fibras de R-(+)-limoneno. Esses resultados confirmam o efeito combinado do tipo de solvente, processo de fiação e concentração polimérica sobre a eficiência de adsorção.

Figura 42 – Capacidade adsorvente das mantas de fibras de EPS produzidas pelos processos de fiação SBS e RJS, a partir de soluções de R-(+)-limoneno e terebintina, com determinação da massa adsorvida (g g^{-1}) de óleo mineral e respectivos desvios padrão



De forma comparativa, observa-se que a viscosidade dos fluidos exerceu papel determinante na capacidade de adsorção das fibras. A vaselina líquida, com viscosidade de

9 cP (40 °C), apresentou menor retenção em todas as condições, em razão de sua fluidez, enquanto o óleo lubrificante, mais viscoso de 97,9 cP (40 °C), proporcionou maiores valores de massa adsorvida, especialmente em fibras com estrutura porosa mais acessível.

De modo consistente, Jansri et al. (2025) observaram que o aumento da compactação das amostras promove a redução do tamanho de poros e da área vazia efetiva, resultando em menor permeabilidade ao ar. Tendência semelhante foi verificada nas fibras de EPS reciclado produzidas neste trabalho, nas quais o aumento da compactação estrutural resultou em menor permeabilidade e maior uniformidade morfológica, evidenciando o controle da distribuição de poros por meio do ajuste dos parâmetros de processamento.

Entre os solventes utilizados, observaram-se diferenças marcantes na microestrutura e no comportamento adsorptivo das fibras (**Figura 43**). O R-(+)-limoneno favoreceu a formação de fibras com diâmetros menores, poros mais homogêneos e maior área superficial, características que aumentaram a difusão gasosa e a interação com fluidos de menor viscosidade. Em contraste, a terebintina, especialmente quando associada ao processo RJS, originou fibras com rugosidade superficial acentuada e poros de distribuição mais ampla, o que elevou a retenção de fluidos mais viscosos, como o óleo lubrificante.

Figura 43 – Correlação das características superficiais das fibras de EPS produzidas pelos processos de fiação SBS e RJS, a partir de soluções de R-(+)-limoneno e terebintina



Fonte: imagem gerada por IA na plataforma NotebookLM (2026)

Em relação ao processo de fiação, as fibras produzidas por RJS exibiram maior desempenho adsorptivo em praticamente todas as condições, com destaque para as amostras Tere_EPS20, que atingiram valores próximos de 37 g g^{-1} , desempenho consideravelmente superior ao das fibras obtidas por SBS. Essa diferença está associada à maior área superficial efetiva e à estrutura tridimensional mais aberta das fibras produzidas por RJS, que facilitam a penetração e a retenção do óleo nos interstícios da manta.

Estudos recentes corroboram essas observações. Kinashi et al. (2025) relataram que fibras obtidas por RJS apresentaram alta oleofilicidade, com diâmetro médio de $3,50 \pm 1,60 \text{ }\mu\text{m}$, área superficial de $6,7 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ e capacidades de adsorção de $76,1 \pm 2,8 \text{ g g}^{-1}$ (óleo de silicone), $65,3 \pm 10,5 \text{ g g}^{-1}$ (óleo de motor) e $46,0 \pm 1,8 \text{ g g}^{-1}$ (óleo vegetal). De forma semelhante, Budlayan et al. (2021) obtiveram fibras de PS com capacidade de adsorção em torno de $15,5 \text{ g g}^{-1}$, enquanto Doan et al. (2019) reportaram valores próximos a 47 g g^{-1} para fibras de PS produzidas por RJS, associando o elevado desempenho à morfologia de microfibras e à elevada área superficial.

Complementarmente, Rogalski (2018) destacou que a RJS apresenta produtividade superior à eletrofiação, com formação de estruturas tridimensionais mais complexas e rede capilar ampliada, o que resulta em maior eficiência de adsorção. Kántor et al. (2024) também observaram alto desempenho em fibras de SIBS (poli[estireno-b-isobutileno-b-estireno]) produzidas por RJS, com capacidades de $19,9 \text{ g g}^{-1}$ para óleo lubrificante e $23,8 \text{ g g}^{-1}$ para óleo de engrenagens.

De modo geral, os resultados demonstram que a combinação do processo RJS com o solvente terebintina representa a condição mais promissora para a obtenção de fibras de EPS com elevada capacidade adsorvente. A sinergia entre os parâmetros de fiação, a natureza do solvente e a morfologia resultante evidencia o potencial do reaproveitamento

do EPS como um material adsorvente sustentável e eficiente, adequado para aplicações em contenção, recuperação e tratamento de derramamentos oleosos.

6 CONCLUSÕES

Neste trabalho, foram investigadas as condições de produção e as propriedades de fibras de EPS obtidas por diferentes técnicas de fiação (SBS e RJS) com dois solventes verdes (R-(+)-limoneno e terebentina).

A caracterização inicial do EPS nas formas de *pellets* e blocos moldados indicou comportamento térmico típico de polímeros amorfos, com perda de massa total entre 88,6 e 92,8% e pico de decomposição entre 415 e 423 °C, valores consistentes com aqueles reportados na literatura. A análise por DSC revelou uma T_g próxima de 100 °C, enquanto os espectros de FTIR confirmaram a integridade química do polímero, sem alterações estruturais significativas após o processo de moldagem. As micrografias de MEV-FEG, por sua vez, mostraram diferenças morfológicas entre os *pellets* (superfícies lisas e contínuas) e os blocos moldados (regiões fundidas e heterogeneidade interna), refletindo o histórico térmico e o grau de compactação do material.

Os resultados evidenciaram que a qualidade do solvente influencia diretamente a solvatação das cadeias de PS. A terebentina apresentou ligeiramente menor capacidade de solvatação, caracterizando-se como solvente de qualidade intermediária. Em contrapartida, o R-(+)-limoneno promoveu maior expansão hidrodinâmica e mobilidade das cadeias poliméricas, evidenciando interações polímero-solvente mais favoráveis. Esses achados confirmam seu potencial como alternativa mais eficiente e sustentável para o processamento de EPS.

Na produção das fibras, os processos SBS e RJS apresentaram comportamentos distintos. O primeiro gerou fibras mais finas e uniformes, com diâmetros médios de 82 a 138 nm (Limo_EPS20–25), enquanto o segundo produziu fibras de maior diâmetro (273 a 352 nm para Limo_EPS20–25 e até 2,55 μm para Tere_EPS10), porém mais contínuas e

com estrutura tridimensional mais robusta. Observou-se correlação inversa entre o diâmetro das fibras e área superficial específica, evidenciando que a morfologia controlada pelo processo de fiação influencia diretamente as propriedades de adsorção.

As análises de superfície e porosidade confirmaram essa relação. As áreas superficiais específicas variaram de 2,02 a 15,77 m² g⁻¹, com volumes de poros entre 0,004 e 0,028 cm³ g⁻¹ e diâmetros médios de 3,7 a 24,5 nm, caracterizando estruturas predominantemente mesoporosas. As fibras produzidas por SBS com R-(+)-limoneno (Limo_EPS20) apresentaram os maiores valores de área superficial e volume de poros, enquanto as amostras obtidas por RJS com terebintina mostraram um equilíbrio entre porosidade e integridade mecânica.

Em relação aos ensaios de adsorção (ASTM F726-17), as mantas foram classificadas como *Tipo I*; e apresentaram desempenho elevado, com capacidades de adsorção superiores a 30 g de óleo g⁻¹ de fibra (em alguns casos), especialmente nas amostras produzidas por RJS com terebintina. Esse desempenho foi atribuído à combinação entre rugosidade superficial e poros interconectados, que favorecem a retenção de óleo. Não obstante a preparação das soluções de EPS em terebintina exigir aquecimento prévio moderado (~70 °C), condição que implica consumo energético adicional e deve ser considerada sob a ótica ambiental, tal limitação não invalida a relevância, a viabilidade nem a contribuição do estudo, uma vez que o processo se mostra passível de otimização. Assim, a sinergia entre solvente, morfologia e processo de fiação confirma o potencial do reaproveitamento do EPS como adsorvente sustentável e altamente eficiente para a remoção de óleos minerais e derivados de petróleo.

Por fim, esse estudo contribuiu para o avanço do conhecimento sobre a produção de fibras poliméricas sustentáveis, demonstrando que a escolha adequada de solvente e processo de fiação é determinante para otimizar seu desempenho adsorvente.

APÊNDICE – PUBLICAÇÕES

Artigo - Silveira, K. P., Crespo, J. S., Catafesta, J., Giovanela, M., Takimi, A. S., Tubino, R. M. C. Production of polystyrene nanofibers for adsorption of mineral oils derived from petroleum. *Journal of Cellular Plastics* 2025; 61(3):183-202.

Journal of Cellular Plastics
Volume 61, Issue 3, May 2025, Pages 183-202
© The Author(s) 2025, Article Reuse Guidelines
<https://doi.org/10.1177/0021955X251322264>

Sage Journals

Original articles

Production of polystyrene nanofibers for adsorption of mineral oils derived from petroleum

Kelen Pagliarini da Silveira^{1,2}, Janaina da Silva Crespo², Jadna Catafesta¹, Marcelo Giovanela¹, Antonio Shigueaki Takimi², and Rejane Maria Candiota Tubino²

Abstract

Technological innovations can offer a multitude of benefits to modern society; however, they often fail to fully address the desired requirements for the specific applications, particularly when considering environmental impacts of solid waste. Expanded polystyrene (EPS) waste exemplifies this challenge, highlighting the urgent need for innovative and effective solutions to address the existing gaps in conventional technologies. In this regard, chemical dissolution methods using organic solvents emerge as a viable approach for polymer recovery and impurity removal. This study focused on the preparation of EPS nanofibers from polymeric solutions with concentrations of 10% (EPS_10) and 15% (w/w) (EPS_15) in chloroform, employing the solution blow spinning technique. The resulting nanofibers were then characterized morphologically through scanning electron microscopy and evaluated for their oil adsorption efficiency. Overall, the EPS_10 and EPS_15 nanofibers displayed average diameters of 149.7 and 330.5 nm, respectively, and achieved maximum adsorption capacities of 37.0 and 70.1 g/g for petroleum jelly, and 33.3 and 48.9 g/g for lubricating oil. These results emphasize the transformative potential of EPS nanofibers as high-performance sorbent materials, offering promising opportunities for their application in oil spill remediation and wastewater treatment. By addressing a critical environmental issue, this work contributes to developing a solution for managing solid waste and mitigating its ecological impact.

Keywords

Expanded polystyrene, waste processing, chemical dissolution, nanofibers, morphological analysis, oil adsorption

REFERÊNCIAS

ABDAL-HAY, A. *et al.* Air jet spinning of hydroxyapatite/poly(lactic acid) hybrid nanocomposite membrane mats for bone tissue engineering. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 102, p. 635–643, 1 fev. 2013.

ABDAL-HAY, A. *et al.* A novel simple one-step air jet spinning approach for deposition of poly(vinyl acetate)/hydroxyapatite composite nanofibers on Ti implants. **Materials Science and Engineering C**, v. 49, p. 681–690, 1 abr. 2015.

ABIPLAST. **As Indústrias de Transformação & Reciclagem de Plástico no Brasil**. São Paulo - SP: [S.n.]. Disponível em: <https://www.abiplast.org.br/wp-content/uploads/2025/10/PERFIL_2025ABIPLAST_digital.pdf?utm_medium=email&utm_campaign=perfil_2025&utm_source=RD+Station>. Acesso em: 12 out. 2025.

ABNT. NBR 10007 - Amostragem de resíduos sólidos. **Associação Brasileira de Normas Técnicas**, 2004.

AGARWAL, S. *et al.* Electrospinning of fluorinated polymers: Formation of superhydrophobic surfaces. **Macromolecular Materials and Engineering**, v. 291, n. 6, p. 592–601, 16 jun. 2006.

AISSOU, M. *et al.* Limonene as an agro-chemical building block for the synthesis and extraction of bioactive compounds. **Comptes Rendus Chimie**, v. 20, n. 4, p. 346–358, 1 abr. 2017.

AL-ABDULJABBAR, A.; FAROOQ, I. **Electrospun Polymer Nanofibers: Processing, Properties, and Applications**. **PolymersMDPI**, , 1 jan. 2023.

ALNAQBI, M. A. *et al.* Morphological variations of micro-nanofibrous sorbents prepared by electrospinning and their effects on the sorption of crude oil. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 4, n. 2, p. 1850–1861, 1 jun. 2016.

ALVARENGA, A. D. **Nanofibras de poliamida 6 produzidas por fiação por sopro de solução modificadas com materiais carbonáceos: Caracterização e aplicação na remoção de poluentes orgânicos**. São Carlos - SP: Universidade de São Carlos, 2021.

ANDRADE, B. T. N. C.; BEZERRA, A. C. S.; CALADO, C. R. Adding value to polystyrene waste by chemically transforming it into sulfonated polystyrene. **Revista Matéria**, v. 24, n. 3, 2019.

ARJANGGI, R. D.; KANSEDO, J. **Recent advancement and prospective of waste plastics as biodiesel additives: A review**. **Journal of the Energy Institute** Elsevier B.V., 1 jun. 2020.

ASTM. **ASTM F726-17 - Standard test method for Sorbent Performance of Adsorbents for use on Crude Oil and Related Spills**. West Conshohocken, PA, USA American Society for Testing and Materials, 1 nov. 2017. Disponível em: <http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?F726-17>

ASTM. **ASTM D7334-08 - Practice for Surface Wettability of Coatings, Substrates and Pigments by Advancing Contact Angle Measurement**. West Conshohocken, PA, USA American Society for Testing and Materials, , 13 set. 2022. Disponível em: <http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?D7334-08R22>
Acesso em: 11 nov. 2025.

BADROSSAMAY, M. R. *et al.* Nanofiber Assembly by Rotary Jet-Spinning NIH Public Access Author Manuscript. **Nano Lett**, v. 10, n. 6, p. 2257–2261, 2010.

BANG, J. *et al.* Biodegradable and hydrophobic nanofibrous membranes produced by solution blow spinning for efficient oil/water separation. **Chemosphere**, v. 312, p. 137240, 1 jan. 2023.

BARRETT, E. P. *et al.* The determination of pore volume and area distributions in porous substances - Computations from nitrogen isotherms. **Journal of the American Chemical Society**, v. 73, p. 373–380, 1 jan. 1951.

BENITO, J. G. *et al.* Solution Blow Spinning and Obtaining Submicrometric Fibers of Different Polymers. **International Journal of Nanoparticles and Nanotechnology Citation**, v. 3, p. 7, 2017.

BORRELLY, D. F. Estudo comparativo da degradação do poliestireno por envelhecimento natural e artificial. **Dissertação de Mestrado da Escola Politécnica de São Paulo**, 2002.

BRANDRUP, J. *et al.* **Polymer handbook (4th Edition): J. Brandrup, E.H. Immergut, E.A. Grulke (Eds.); Wiley, New York, 1999.** 4th. ed. New York: [S.n.]. v. 46

BRUNAUER, S. *et al.* Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. **Journal of the American Chemical Society**, v. 60, p. 309–319, 1 fev. 1938.

BUDLAYAN, P. J. N. *et al.* Improvised centrifugal spinning for the production of polystyrene microfibers from waste expanded polystyrene foam and its potential application for oil adsorption. **Journal of Engineering and Applied Science**, v. 68, n. 1, 1 dez. 2021.

CALDER, J. *et al.* Performance and emissions of a diesel engine fueled by biodiesel-diesel blends with recycled expanded polystyrene and fuel stabilizing additive. **Energy**, v. 149, p. 204–212, 15 abr. 2018.

CALHEIROS, A. V. **Aspectos Gerais Poliestireno Expandido (EPS)**. Dissertação de Mestrado—Rio de Janeiro - RJ: Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, 2013.

CAMARGO, A. P. S. *et al.* Hansen solubility parameters for selection of green extraction solvents. **TrAC Trends in Analytical Chemistry**, v. 118, p. 227–237, 1 set. 2019.

CANEVAROLO, Jr. S. V. **Ciência dos Polímeros - Um texto básico para tecnólogos e engenheiros**. 2^a Ed. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Polímeros, 2006.

CAO, X. *et al.* Electrospun porous nanofibers: pore-forming mechanisms and applications for photocatalytic degradation of organic pollutants in wastewater. **Polymers MDPI**, 1 out. 2022.

CARDOSO, R. A. G. **Polímeros para estabilização de suspensões e hidrofobização de superfícies**. Dissertação apresentada para provas de Mestrado em Química, Área de especialização em Controlo de Qualidade e Ambiente—Coimbra - Portugal: Universidade de Coimbra, jul. 2015.

CARVALHO, C. H. R.; MOTTA, L. A. C. Study about concrete with recycled expanded polystyrene. **Revista IBRACON de Estruturas e Materiais**, v. 12, n. 6, p. 1390–1407, dez. 2019.

CEBRIAN, A. V. S. **Membranas biopoliméricas funcionalizadas com nanofibras de poliestireno reciclado obtidas por solution blow spinning**. Araraquara: Universidade Estadual Paulista. 2019.

CELLA, R. F. *et al.* Polystyrene recycling processes by dissolution in ethyl acetate. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 135, n. 18, p. 46208, 10 maio 2018.

CHAUKURA, N. *et al.* Potential uses and value-added products derived from waste polystyrene in developing countries: A review. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 107, p. 157–165, 1 fev. 2016.

CHEMAT, F. *et al.* Review of Green Food Processing techniques. Preservation, transformation, and extraction. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*. **Comment citer ce document**, v. 41, p. 357–377, 2017.

CIRIMINNA, R. *et al.* Limonene: a versatile chemical of the bioeconomy. **Chemical Communications**, v. 50, n. 97, p. 15288–15296, 11 nov. 2014.

CUI, G. *et al.* Turpentine as an alternative solvent for the extraction of gutta-percha from *Eucommia ulmoides* barks. **Industrial Crops and Products**. v. 121, p. 142-150, 1 oct. 2018.

DATSYUK, V. *et al.* Polystyrene nanofibers for nonwoven porous building insulation materials. **Engineering Reports**, v. 1, n. 2, 1 set. 2019.

DAVIDSON, C. J. *et al.* Effects of inhaled combined benzene, toluene, ethylbenzene, and xylenes (BTEX): Toward an environmental exposure model. **Environmental Toxicology and Pharmacology**, v. 81, p. 103518, 1 jan. 2021.

DOAN, H. N. *et al.* Facile and scalable fabrication of porous polystyrene fibers for oil removal by centrifugal spinning. **ACS Omega**, v. 4, n. 14, p. 15992–16000, 1 out. 2019.

DOBRYNIN, A. V.; SAYKO, Ryan; COLBY, Ralph H. Viscosity of polymer solutions and molecular weight characterization. **ACS Macro Letters**, v. 12, n. 6, p. 773–779, 20 jun. 2023.

DUARTE, J. **Análise termodinâmica do sistema ternário água/ácido clorídrico/poliamida 66**. Dissertação de Mestrado—Caxias do Sul: Universidade de Caxias do Sul, 16 ago. 2013.

ELMARCO. **Elmarco - Máquina de eletrofiação de nanofibra**. Disponível em: <<https://www.directindustry.com/prod/elmarco/product-188767-1899002.html>>. Acesso em: 22 fev. 2023.

ELNABAWY, E. *et al.* Electro-blown spinning: New insight into the effect of electric field and airflow hybridized forces on the production yield and characteristics of nanofiber membranes. **Journal of Science: Advanced Materials and Devices** Elsevier B.V. 1 jun. 2023.

ELNABAWY, E. *et al.* The effect of electro blow spinning parameters on the characteristics of polylactic acid nanofibers: Towards green development of high-performance biodegradable membrane. **Polymer**, v. 311, 9 out. 2024.

EPS BRASIL. **EPS Brasil - O que é | Poliestireno Expansível**. Disponível em: <<https://www.epsbrasil.eco.br/eps/index.html>>. Acesso em: 15 maio. 2023.

FIGUEIREDO, L. A. R. **Estudo térmico do material polimérico no revestimento de embalagem para o transporte de material biológico categoria B-UN3373**. Trabalho de Conclusão de Curso—Belo Horizonte: Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, 2019.

FLORENCE A. T.; ATTWOOD, D.; ROTHSCHILD, Z. **Princípios Físico-Químicos em Farmácia**. 2 Ed ed. São Paulo: Pharmabooks, 2011.

GARCÍA, H. *et al.* Solubility/Insolubility: A Possible Option for Recycling Polystyrene. **Applied Sciences** (Switzerland), v. 14, n. 17, 1 set. 2024.

GARCÍA, M. T. *et al.* Study of the solubility and stability of polystyrene wastes in a dissolution recycling process. **Waste Management**, v. 29, n. 6, p. 1814–1818, 1 jun. 2009.

GIL-JASSO, N. D. *et al.* Dissolution and recovery of waste expanded polystyrene using alternative essential oils. **Fuel**, v. 239, p. 611–616, 1 mar. 2019.

GIL-JASSO N. D. *et al.* A methodology for recycling waste expanded polystyrene using flower essential oils. **Fuel**, v. 307, 1 jan. 2022.

GOLECKI, H. M. I. *et al.* Effect of solvent evaporation on fiber morphology in rotary jet spinning. **Langmuir**, v. 30, n. 44, p. 13369–13374, 11 nov. 2014.

GORJANC, D. Š.; KOSTAJNŠEK, K. Permeability properties of dry-laid mechanical bonded nonwovens for filter. **Industria Textila**, v. 74, n. 2, p. 133–142, 2023.

HARIDHARAN, N. *et al.* Oil spills adsorption and cleanup by polymeric materials: A review. **Polymers for Advanced Technologies**, v. 33, n. 5, p. 1353–1384, 1 maio 2022.

HATTORI, K. Recycling of expanded polystyrene using natural solvents. *In: Recycling Materials Based on Environmentally Friendly Techniques*. [S.l.]: InTech, 2015.

HOLMBERG, K. *et al.* **Surfactants and polymers in aqueous solution**. 2 ed ed. England: John Wiley & Sons, LTD, 2002.

HULSBOSCH, J. *et al.* Biobased ionic liquids: solvents for a green processing industry. **ACS Sustainable Chemistry and Engineering**, v. 4, n. 6, p. 2917–2931, 6 jun. 2016.

IPEN. **Transição vítrea: Uma importante propriedade para caracterização de materiais**. São Paulo - SP: [S.n.]. Disponível em: <<https://www.ipen.br/biblioteca/cd/cbpol/2007/PDF/766.pdf>>. Acesso em: 31 jul. 2023.

ISO. **ISO 1628-1:2024 Plastics — Determination of the viscosity of polymers in dilute solution using capillary viscometers — Part 1: General principles**. Switzerland International Organization for Standardization, 2024. Disponível em: <<https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:1628:-1:ed-5:v1:en>>. Acesso em: 11 nov. 2025.

JANSRI, Ektinai *et al.* Sustainable conversion of expanded polystyrene waste into nonwoven fabric using the melt jet spinning process: characterization and properties. **ACS Sustainable Chemistry and Engineering**, v. 13, p. 1788–1797, 3 fev. 2025.

JEEVANANTHAM, A. K. *et al.* Experimental study on the effect of cetane improver with turpentine oil on CI engine characteristics. **Fuel**, v. 262, 15 fev. 2020.

JESUS, L. C. C. **Obtenção e Caracterização de Compósitos de Poliestireno Expandido Pós-consumo Reforçados com Celulose de Bagaço de Cana-de-açúcar**. Dissertação de Mestrado em Integridade de materiais da Engenharia—Brasília: Universidade de Brasília, mar. 2014.

JOSEPH, B. *et al.* **Green Chemistry Approach for Fabrication of Polymer Composites**. **Sustainable Chemistry** Multidisciplinary Digital Publishing Institute (MDPI), 1 jun. 2021.

KÁNTOR, J.; FEKETE, G.; GERGELY, A. L. Oil Sorption Properties of centrifugally spun polyisobutylene-based thermoplastic elastomer microfibers. **Polymers**, v. 16, n. 18, 1 set. 2024.

KASIRI, A.; DOMÍNGUEZ, J. E.; BENITO, G. J. Morphology optimization of solution blow spun polystyrene to obtain superhydrophobic materials with high ability of oil absorption. **Polymer Testing**, v. 91, p. 106859, 1 nov. 2020.

KENRY; LIM, C. T. Nanofiber technology: current status and emerging developments. **Progress in Polymer Science**, v. 70, p. 1–17, 1 jul. 2017.

KINASHI, K. *et al.* Porous polylactic acid fibers synthesized by centrifugal spinning with phase separation for oil removal application. **Royal Society of Chemistry**, p. 11749–11758, abr. 2025.

KRONBERG, B. *et al.* Surfactants and polymers in aqueous solutions. **Surface Chemistry of Surfactants and Polymers**, 31 out. 2014.

LEE, M. W. *et al.* Electrospun polystyrene nanofiber membrane with superhydrophilicity and superoleophobicity for selective separation of water and low viscous oil. **ACS Applied Materials and Interfaces**, v. 5, n. 21, p. 10597–10604, 13 nov. 2013.

LIMA, F. A.; GUERRA, V. G. **Avaliação de meios filtrantes de poliestireno expandido reciclado obtidos através da técnica de electrospinning na filtração de nanopartículas dispersas em ar**. São Carlos. 2022.

LI, H. M. *et al.* Ultrafine polystyrene nanofibers and its application in nanofibrous membranes. **Chemical Engineering Journal**, v. 264, p. 329–335, 5 mar. 2015.

LI, Y. *et al.* Towards a zero-waste biorefinery using edible oils as solvents for the green extraction of volatile and non-volatile bioactive compounds from rosemary. **Antioxidants**, v. 8, n. 5, 1 maio 2019.

LINDNER, A.; WAGNER, C. Complex and biofluids / fluides complexes et biologiques Viscoelastic surface instabilities. **C. R. Physique**, v. 10, p. 712–727, 2009.

LOPIANIAK, I. *et al.* Optimizing solution blow spinning parameters for enhanced porous core-shell fiber production. **Journal of Materials Research**, 16 jun. 2025.

LUCAS, E. F.; SOARES, F. G.; MONTEIRO, E. E. C. **Caracterização de polímeros: Determinação de peso molecular e análise térmica**. In: Rio de Janeiro: E-Papers Serviços Editoriais Ltda, 2001. p. 0–366.

MALEKI, F. *et al.* Synthesis and characterization of waste Styrofoam hypercrosslinked polymer as an adsorbent for CO₂ capture. **Environmental Progress and Sustainable Energy**, v. 42, n. 1, p. e13954, 1 jan. 2023.

MARK, J. E. **Polymer Data Handbook**. New York: Oxford University Press, 1999.

MARTINS, T. R. *et al.* Development of recycled expanded polystyrene nanofibers modified by chitosan for the removal of lead (II) from water. **Metals**, v. 12, n. 8, 1 ago. 2022.

MATHEWS, T. A.; AZZU, P.; HASCAKIR, B. Unlocking sustainable solutions: exploring terpene-based green solvents for enhanced heavy oil recovery. **Energy & Fuels**, v. 38, n. 24, p. 23336–23347, 19 dez. 2024.

MC NAUGHT, A. D.; WILKINSON, A. **Compendium of Chemical Terminology-Gold Book**. [S.l.]: International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC), 2012.

MEDEIROS, E. S. *et al.* Solution blow spinning: A new method to produce micro- and nanofibers from polymer solutions. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 113, n. 4, p. 2322–2330, 15 ago. 2009.

MERCHERS, J. *et al.* Extensibility-enriched spinnability and enhanced sorption and strength of centrifugally spun polystyrene fiber mats. **Macromolecules**, v. 55, n. 3, p. 942–955, 8 fev. 2022.

MIRANDA, K. W. E. *et al.* Polystyrene bioactive nanofibers using orange oil as an ecofriendly solvent. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 136, n. 15, p. 47337, 15 abr. 2019.

MOREIRA, J. C. *et al.* Determinação das constantes K e α da equação de Merk-Houwink de poli(p-acetóxiestireno). **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 14, p. 80–82, 2004.

MUMBACH, G. D. *et al.* A closed-loop process design for recycling expanded polystyrene waste by dissolution and polymerization. **Polymer**, v. 209, p. 122940, 17 nov. 2020.

NATARAJAN, T. S.; BHARGAVA, P. Influence of spinning parameters on synthesis of alumina fibres by centrifugal spinning. **Ceramics International**, v. 44, n. 10, p. 11644–11649, 1 jul. 2018.

NOGUCHI, T. *et al.* A new recycling system for expanded polystyrene using a natural solvent. Part 2. Development of a prototype production system. **Packaging Technology and Science**, 1998.

NOTEBOOKLM. Plataforma de IA **NotebookLM**, (versão 1.29.11.878369932). Disponível em: <<https://notebooklm.google.com/>>. Acesso em: 30 mar. 2026.

ONU. **Objetivos de Desenvolvimento Sustentável | As Nações Unidas no Brasil**. Disponível em: <<https://brasil.un.org/pt-br/sdgs>>. Acesso em: 29 jan. 2024.

OPENAI. Plataforma de IA **ChatGPT** (versão GPT-5). Disponível em: <<https://chat.openai.com/>>. Acesso em: 15 fev. 2026.

PADRON, S. *et al.* Experimental study of nanofiber production through forcespinning. **Journal of applied physics**, v. 113, p. 1–10, 2013.

PAGANOTTO, G. F. R. *et al.* Production of recycled eps fibers by centrifugal spinning. **Revista Materia**, v. 26, n. 2, 2021.

PAKOLPAKÇIL, A. Development of biodegradable poly(butylene succinate) based nanofibrous webs via solution-blow spinning technology for N95 respiratory filters. **Fibers and Polymers**, v. 25, n. 2, p. 473–484, 1 fev. 2024.

PENIDO, R. G. *et al.* Sustainable solvents for chemical processes. **Revista Virtual de Química**, v. 14, n. 3, p. 537–551, 27 abr. 2022.

PENCONEK, A. *et al.* Fibrous structures produced using the solution blow-spinning technique for advanced air filtration process. **Materials**, v. 16, n. 22, 1 nov. 2023.

PETRELLA, A. *et al.* Recycled expanded polystyrene as lightweight aggregate for environmentally sustainable cement conglomerates. **Materials**, v. 13, n. 4, 1 fev. 2020.

PIRES, T. C. M. *et al.* Extraction of R-(+)-limonene from orange peels: Assessment and optimization of the greenness of traditional extraction processes. **Química Nova**, v. 41, n. 3, p. 355–365, 1 mar. 2018.

PLASTICS EUROPE. **Plastics-the Facts 2020 An analysis of European plastics production, demand and waste data**. 2021. Disponível em: <<https://plasticseurope.org/plastics-the-fast-facts-2020/>>. Acesso em: 10 nov. 2025.

PLASTICS EUROPE. **Plastics-the fast facts 2025**. 2026. Disponível em: <<https://plasticseurope.org/knowledge-hub/plastics-the-fast-facts-2025/>> Acesso em: 06 fev. 2026.

PSYRRI, G. et al. Recycling for a sustainable future: Advancing resource efficiency through life cycle assessment resource indicators. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 209, 1 out. 2024.

PRICE, G. P; SMITH, P. F. Viscometric measurement of the thermodynamic properties of dilute polystyrene solutions polystyrene solutions. **Polymer**, v.33 n. 10, 1992.

RAGHVENDRA, K. M; SRAVANTHI, L. Fabrication techniques of micro/nano fibres based nonwoven composites: A review bio-polymer view project biopolymer based sustainable packaging view project. **Modern Chemistry & Applications**, v. 5, n. 1000206, 2017.

RAMAKRISHNA, S. *et al.* **An introduction to electrospinning and nanofibers**. 1. ed. New Jersey: World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., 2005. v. 1

RAMOS, P. et al. Nonwoven mats based on segmented biopolyurethanes by SBS. **Polymers** v.14, p. 4175, 5 out. 2022.

RODRIGUES, B. V. M. *et al.* Nanofibras Poliméricas Eletrofiadas. *In: Nanotecnologia aplicada a polímeros*. Salvador. 2021.

ROGALSKI, J. J.; BASTIAANSEN, C. W. M.; PEIJS, T. Rotary jet spinning review—a potential high yield future for polymer nanofibers. **Nanocomposites**, v. 3, n. 4, p. 97–121, 2 out. 2017.

ROGALSKI, J. J. **Rotary jet spinning of polymer fibres**. Tese de Doutorado. Queen Mary University of London, 2018.

SANFELICE, R. C.; PAVINATTO, A.; CORRÊA, D. S. **Nanotecnologia aplicada a polímeros**. São Paulo: Edgard Blucher Ltda, 2022.

SANTOS, M. G. **Refino da terebintina sulfatada desodorizada por destilação e sua utilização na síntese de α -terpinol**. Trabalho de Conclusão de Curso de Engenharia Química. Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis. Fev. 2005.

SATO, T. *et al.* A combined study on intermolecular interactions between polystyrene and d-limonene utilizing light-scattering experiments and computational simulations. **Polymer Journal**, v. 57, n. 2, p. 171–179, 14 nov. 2024.

SCHOENUNG, J. M.; OLIVETTI, E. A. Sustainable development of materials: Broadening stakeholder engagement. **MRS Bulletin**, v. 48, n. 4, p. 362–367, 1 abr. 2023.

SEGALA, B. N.; BERTUOL, D. A.; TANABE, E. H. Production of polyacrylonitrile nanofibres modified with Cyanex 272 for recovery of gallium from solution. **Environmental Technology**, v. 43, n. 5, p. 737–750, 2022.

SILVA, M. *et al.* Water adsorption on hydroxyapatite and struvite as a function of relative humidity: application of BET and Freundlich adsorption models. **ACS Earth and Space Chemistry**, v. 6, n. 2, p. 431–443, 17 fev. 2022.

SILVA M. F. B. **Estudo de técnicas de reciclagem do poliestireno expandido: uma revisão sistemática e uma proposta de aproveitamento**. Uberaba: Universidade Federal do Triângulo Mineiro, 2021.

SILVA, J. C.; DE FREITAS, G. F.; DA ROCHA, J. V. S. S. Dissolução do poliestireno expandido com o solvente d-limoneno. *Revista Eletrônica - Unifacear*, 2022.

SILVEIRA, K. P. *et al.* Production of polystyrene nanofibers for adsorption of mineral oils derived from petroleum. **Journal of Cellular Plastics**, v. 61, n. 3, p. 183–202, 1 maio 2025.

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

SINGH, N. *et al.* Recycling of plastic solid waste: A state of art review and future applications. **Composites Part B: Engineering**, v. 115, p. 409–422, 15 abr. 2017.

SOUSA, F. L. N. *et al.* **Solubilidade de polímeros: Uma revisão prática dos parâmetros termodinâmicos**. Jornada de Ensino, Pesquisa e Extensão. Universidade Federal Rural de Pernambuco. Recife. 2013.

SOW, P. K.; ISHITA; SINGHAL, R. Sustainable approach to recycle waste polystyrene to high-value submicron fibers using solution blow spinning and application towards oil-water separation. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 8, n. 2, 16 nov. 2018.

TERAO, K. *et al.* Solution Properties of polymacromonomers consisting of polystyrene. 3. Viscosity behavior in cyclohexane and toluene. **Macromolecules**, v. 32, n. 11, p. 3690–3694, 1 jun. 1999.

TIBBETTS, J. D.; BULL, S. D. p-menthadienes as biorenewable feedstocks for a monoterpene-based biorefinery. **Advanced Sustainable Systems**, v. 5, n. 6, 1 jun. 2021.

TOMAR, P.; JAIN, D. A review of green solvent ionic liquid: as a future solvent. **Journal of Advanced Scientific Research**, v. 13, n. 06, p. 1–16, 31 jul. 2022.

TZANOVA, M. T. *et al.* Green solvents for extraction of natural food colorants from plants: selectivity and stability issues. **Foods**, v. 13, n. 4, p. 605, 1 fev. 2024.

WAGNER, H. L. The Mark-Houwink-Sakurada equation for the viscosity of atactic polystyrene. **Journal of Physical and Chemical Reference Data**, v. 14, n. 4, p. 1101–1106, 1985.

WAGNER, W. *et al.* **Method for producing fine polymer fibers**. Germany, 26 jun. 1990. Disponível em: <<https://patents.google.com/patent/DE58900934D1/en>>. Acesso em: 17 ago. 2025.

WANG, X. *et al.* Electrospun nanofibrous materials: a versatile medium for effective oil/water separation. **Materials Today**, v. 19, n. 7, p. 403–414, 1 set. 2016.

YANG, Z.; XU, B. Supramolecular hydrogels based on biofunctional nanofibers of self-assembled small molecules. **Journal of Materials Chemistry**, v. 17, n. 23, p. 2385–2393, 5 jun. 2007.

YANG, Z. *et al.* Resource and material efficiency in the circular space economy. **Chem Circularity**, p. 100001, dez. 2025.

ZDRAVEVA, E. *et al.* Effects of morphology, structure and altering layers on the composite heat resistance of electrospun PS/PU. **Tekstilec**, v. 68, p. 14–30, 2025.

ZHANG, H. *et al.* One-step, large-scale blow spinning to fabricate ultralight, fibrous sorbents with ultrahigh oil adsorption capacity. **ACS Applied Materials and Interfaces**, v. 13, n. 5, p. 6631–6641, 10 fev. 2021.

ZHANG, J. *et al.* High strength ultrafine cellulose fibers generated by solution blow spinning. **European Polymer Journal**, v. 125, p. 109513, 15 fev. 2020.

ZHANG, Z. M. *et al.* A review on nanofiber fabrication with the effect of high-speed centrifugal force field. **Journal of Engineered Fibers and Fabrics**, v. 14, 1 jul. 2019.

ZHANG, X.; LU, Y. Centrifugal spinning: An alternative approach to fabricate nanofibers at high speed and low cost. **Polymer Reviews**, v. 54, n. 4, p. 677–701, 2 out. 2014.

ZHAO, Y.; XU-DONG, L.; HONG-GANG, N. Solvent-based separation and recycling of waste plastics: A review. **Chemosphere**, v. 209, p. 707–720, 1 out. 2018.

ZHAO, Z. *et al.* PI nanofiber membranes with pH-responsive wettability fabricated through solution blow spinning for efficient on-demand oil-water separation. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 11, p. 2213–3437, 2023.

ZHENG, W. *et al.* Large-scale fabrication of nanofibers by tiny-needle-spaced electrostatic-induction-assisted solution blowing spinning. **Journal of Science: Advanced Materials and Devices**, v. 9, n. 2, 1 jun. 2024.

ZHU, H. *et al.* Evaluation of electrospun polyvinyl chloride/polystyrene fibers as sorbent materials for oil spill cleanup. **Environmental Science and Technology**, v. 45, n. 10, p. 4527–4531, 15 mai. 2011.