

MEMBRANAS MICROPOROSAS OBTIDAS POR IMERSÃO-PRECIPITAÇÃO

Aline Florindo Salviano^{1*}; Bruna Aline Araújo¹; Edson Antônio dos Santos Filho¹; Edcleide Maria Araújo¹; Keila Machado de Medeiros¹

¹Univerisdade Federal de Campina Grande, *alineflorindo@outlook.com; brunaline15@hotmail.com; edson.a.santos.f@gmail.com; edcleide.araujo@ufcg.edu.br; keilamachadodemedeiros@gmail.com

Introdução

Os processos de separação por membranas (PSM) são definidos como sendo barreiras seletivas que atuam como uma espécie de filtro, separando duas fases, podendo restringir total ou parcialmente o transporte de uma ou várias espécies químicas presentes, promovendo separações onde os filtros comuns não são eficientes e não ocorrendo transformações químicas e/ou biológicas durante a operação de separação (SIMÕES, 2016).

As membranas sintéticas surgem como uma alternativa de se obter características semelhantes às membranas naturais, em particular quanto as suas características únicas de seletividade e permeabilidade (HABERT, BORGES e NÓBREGA, 2006).

Os processos comuns de separação incluem métodos químicos, centrifugação, ultracentrifugação, tratamentos térmicos, entre outros. Cada um desses processos têm sérias limitações, sejam de ordem energética, de tratamentos térmicos e mecânicos, ou seja, de ordem química, pois tratamentos como a demulsificação necessitam de uma posterior remoção dos aditivos. Processos que vem recebendo crescente atenção devido à sua eficiência energética, o fato de ser uma tecnologia limpa, a simplicidade de operação, a vasta aplicabilidade, a possibilidade de combinação com outros processos, são os que utilizam membranas como princípio ativo de seu funcionamento (MEDEIROS et al., 2013).

A inversão de fases é o método mais utilizado para obtenção de membranas poliméricas, que são produzidas por precipitação de uma solução polimérica espalhada como um filme fino ou extrusada como uma fibra oca, e posterior precipitação em um banho de não-solvente (GARCIA-IVARS, WANG-XU e IBORRA-CLAR, 2017). O objetivo deste trabalho foi desenvolver membranas poliméricas híbridas pela técnica de inversão de fases.

Metodologia

Materiais

A argila utilizada para obtenção dos nanocompósitos foi a argila Brasgel PA, fornecida pela Indústria Bentonit União Nordeste (BUN), localizada em Campina Grande-PB. A capacidade de troca de cátions (CTC) é de 90meq/100g (método de adsorção de azul de metileno), com abertura de 74µm, passada em peneira ABNT n° 200.

A poliamida 6 B300 da Polyform, com viscosidade média que varia entre 140-160 mL/g sob a forma de grânulos de coloração branca foi utilizada como matriz polimérica.

O ácido fórmico PA com 98% de pureza, com massa molar média de 46,03 g/mol, fabricado pela Neon, foi utilizado como solvente para dissolver o polímero e os nanocompósitos para obtenção das membranas.

O sal utilizado como aditivo foi o cloreto de potássio (KCl) P.A, com massa molar média de 74,5513 g/mol, fabricado pela Vetec. O KCl foi incorporado nas membranas em diferentes tempos de exposição antes da precipitação.

Métodos

Preparação das Membranas

Antes de iniciar a preparação das membranas, a poliamida-6 pura e seus respectivos nanocompósitos com 1, 3, 5% em peso de argila, foram dissolvidas em ácido fórmico. As soluções preparadas foram espalhadas, através de bastões de vidro com espaçamento de aproximadamente 0,1 mm, em placas de vidro, que foram colocadas imediatamente em um banho de não-solvente, no caso água destilada, na temperatura ambiente, de forma que as placas ficassem completamente submersas.

As membranas permaneceram no banho até que a precipitação fosse concluída. Logo após, as mesmas foram removidas das placas, lavadas com água destilada e posteriormente, submersas em uma mistura de 20% de glicerina com 80% de água destilada. As membranas utilizadas para realizar o ensaio de medidas de fluxo permaneceram submersas na mistura de água destilada com glicerina até que efetivamente fosse realizado o ensaio. Por fim, serão secas à temperatura de 26°C e umidade relativa de 51%. O objetivo do armazenamento em água com glicerina foi para evitar o colapso dos poros devido às forças capilares existentes para a secagem em água.

O sal inorgânico KCl foi utilizado como aditivo em diferentes percentuais (5, 10 e 20%) e diferentes tempos de exposição (0, 30, 60, 120 e 180 e 300 s) antes da precipitação, com o intuito de variar a sua estrutura e escolher a morfologia mais adequada.

Caracterização dos Materiais

Difração de Raios-X (DRX)

As análises de DRX da argila e das membranas polimérica e híbridas foram conduzidas à temperatura ambiente em um equipamento Shimadzu XDR-6000, utilizando radiação Cu- α ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$), tensão de 40 kV, corrente de 30 mA, varredura entre 2θ de 1,5° a 30° e velocidade de varredura de 2°/min. A argila bentonítica foi caracterizada na forma de pó, enquanto que as membranas foram caracterizadas na forma de filmes finos.

Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A análise da argila por FTIR foi realizada em um espectrômetro PERKIN-ELMER SPECTRUM 400, com varredura de 4000 a 650 cm^{-1} do Laboratório de Caracterização de Materiais da UAEMA/UFCEG. As amostras da argila foram caracterizadas na forma de pó.

Resultados e discussão

O difratograma da argila apresenta picos característicos de bentoníticas contendo materiais acessórios, como caulinita (C) e quartzo (Q), no intervalo de 18-27°, que ocorrem para as duas amostras e também um pico em 5,93°, indicando a distância interplanar basal d_{001} de 14,95 \AA , que é característico da montmorilonita (M), contendo íons Na^+ na estrutura com uma pequena hidratação. Este resultado foi reportado por Souza Santos (1992).

No espectro na região do infravermelho da argila bentonítica, observa-se a presença da hidroxila em 3.600 cm^{-1} ; em 1.650 cm^{-1} , banda característica da água adsorvida; em 1000 cm^{-1} , banda característica de ligações Si-O-Si e em 800 cm^{-1} , banda característica da camada octaédrica para a argila bentonítica.

No DRX obtido das membranas de poliamida 6 pura e suas respectivas porcentagens de argila, na qual todas contiveram 20% do sal inorgânico cloreto de potássio (KCl), foi possível perceber a presença de dois picos, em 2θ , de aproximadamente 20° e 24° para todas as composições das membranas, sendo mais intensos para as membranas pura e com 5% de argila. O aparecimento de ambos os picos deve-se à formação de uma fase cristalina

característica da poliamida 6, α_1 e α_2 (alfa). Os planos cristalinos de difração (100) e (002)/(202), são referentes as fases α_1 e α_2 , respectivamente (MEDEIROS et al., 2017).

Observou-se ainda o surgimento de um ombro na faixa de 3,5 e 4,0°, o que se deve a uma provável intercalação parcial das lamelas da argila. A intensidade deste ombro deve ser proporcional ao aumento do percentual de argila adicionado na membrana de poliamida, assim como foi observado por Medeiros (2014). Porém, como pode ser observado na amostra de PA6/1% argila/20% KCl, o ombro foi menor que a amostra pura, sendo tal efeito provavelmente advindo do equipamento que realizou a varredura.

Para o difratograma com 5% de argila, são evidentes dois picos em 16 e 26°, relacionados à recristalização da PA6 como resultado do processo de dissolução no ácido fórmico e ao elemento quartzo da argila, respectivamente.

Conclusões

A partir dos resultados obtidos foi possível chegar as seguintes conclusões:

O difratograma da argila apresentou picos característicos de bentoníticas, proveniente de Boa Vista – PB, contendo também em sua composição materiais acessórios.

Na região do infravermelho da argila, observou-se a presença de hidroxila, água adsorvida e bandas características da argila bentonítica.

No DRX obtido das membranas foi possível perceber picos característicos da poliamida 6. Além disso, nas membranas híbridas, foi verificado o surgimento de um ombro que pode estar relacionado a uma provável intercalação parcial das lamelas da argila.

Fomento

Agradecimento à Bentonit União Nordeste pelo fornecimento da argila, ao Laboratório de Desenvolvimento de Membranas/CCT/UFCEG, à CAPES/PNPD, ao MCTI/CNPq, à PETROBRAS, ao PRH-25/ANP e ao CNPq pelo auxílio financeiro.

Referências

SIMÕES, C. P. P. **Avaliação Operacional e Remoção de Bisfenol-A no Tratamento de Água por Diferentes Tipos de Membranas: Avaliação em Escala Piloto**. 202f. Dissertação de Mestrado em Tecnologia Ambiental e Recursos Hídricos, Universidade de Brasília - UnB, Brasília, 2016.

MEDEIROS, K. M.; MORAIS, D. D. S.; KOJUCH, L. R.; ARAÚJO, E. M.; LIRA, H. L. Avaliação do Comportamento Térmico de Membranas Planas de Poliamida/Argila Obtidas pela Técnica de Inversão de Fases. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 8, p. 36–43, 2013.

GARCIA-IVARS, J.; WANG-XU, X.; IBORRA-CLAR, M. Application of Post-Consumer Recycled High-Impact Polystyrene in the Preparation of Phase-Inversion Membranes for Low-Pressure Membrane Processes. **Separation and Purification Technology**, v. 175, p. 340–351, 2017.

HABERT, A. C.; BORGES, C. P.; NÓBREGA, R. **Processos de Separação por Membranas**. Serviços Editoriais Ltda, ISBN 85-7650-085-X, 2006.

MEDEIROS, K. M.; ARAÚJO, E. M.; LIRA, H. L.; LIMA, D. F.; LIMA, C. A. P. Hybrid Membranes of Polyamide Applied in Treatment of Waste Water. **Materials Research**, v. 20, p. 1–9, 2017.

SOUZA SANTOS, P. **Ciência e Tecnologia de Argilas**. 2ª ed., São Paulo: Edgard Blücher Ltda., v. 3, 1992.