

CARACTERIZAÇÃO DO DIÓXIDO DE TITÂNIO PARA A OBTENÇÃO DE MEMBRANAS HÍBRIDAS

Bruna Aline Araújo^{1*}; Edcleide Maria Araújo¹; Aline Florindo Salviano¹; Edson Antônio dos Santos Filho¹; Keila Machado de Medeiros¹

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

Introdução

Os processos comuns de tratamento de efluentes incluem métodos químicos, centrifugação, ultracentrifugação, tratamentos térmicos, entre outros. Cada um desses processos tem sérias limitações, sejam de ordem energética, de tratamentos térmicos e mecânicos, ou seja, de ordem química. Processos que vem recebendo crescente atenção devido à sua eficiência energética são os que utilizam membranas como princípio ativo de seu funcionamento, isso pelo fato de ser uma tecnologia limpa, apresentar simplicidade de operação, ter uma vasta aplicabilidade, além de ser possível combinar com outros processos, entre outras vantagens (HABERT, BORGES e NÓBREGA, 2006).

As membranas são 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 nas fases. Além disso, são capazes de promover separações onde os filtros comuns não são eficientes (HABERT, BORGES e NÓBREGA, 2006). As modificações nas membranas de polisulfona são necessárias a fim de melhorar suas propriedades como a sua hidrofiliicidade. A adição de componentes orgânicos e inorgânicos à solução polimérica da membrana tem sido bastante utilizada na preparação de membranas, e a adição de componentes caracteriza as membranas compósitas (SANTOS, 2012). O objetivo deste trabalho foi caracterizar o dióxido de titânio para a obtenção de membranas híbridas.

Metodologia

Materiais

O dióxido de titânio (TiO₂) foi o P-25, identificado como Aeroxide® com grau de pureza de 99,5% em forma de pó fino fornecido pela Evonik Degussa, que consiste em 70% da fase anatase e 30% da fase rutilo. A matriz polimérica empregada foi a polisulfona UDEL P3500 LCD MB7, fabricado pela Solvay, com massa molar entre 77.000 g/mol e 83.000 g/mol e densidade relativa de 1.2, segundo ASTM D 792. O solvente utilizado 1-Metil 2-Pirrolidona (NMP) com 99,5% de pureza, comprado da empresa Synth, foi utilizado como solvente para dissolver a polisulfona e seus híbridos para obtenção das membranas. A Glicerina P.A(Glicerol C₃H₅(OH)₃) com grau de pureza de 99,5%, massa molar 92,09 g/mol, adquirido pela Vetec Química Fina Ltda.

Métodos

Preparação das membranas

Antes de iniciar a preparação, o polímero foi colocado para secar em uma estufa a 80°C por um período de 24 horas para eliminação de água adsorvida. Depois de retirado da estufa, foi colocado em uma estufa a vácuo na temperatura ambiente para evitar absorção de umidade. O

dióxido de titânio já estava preparado para utilização, foram preparados quatro tipos de membranas sendo elas: a polisulfona pura, polisulfona com 1%, 3% e 5% de TiO_2 .

Para a composição do polímero puro, o solvente foi misturado com o polímero, sob agitação por 24 horas. O mesmo ocorreu para as demais composições: o solvente foi misturado com o polímero e com o TiO_2 , com o mesmo período de agitação no mesmo equipamento.

As membranas foram obtidas pelo método de inversão de fases, onde a solução é colocada em uma placa de vidro, e espalhada com um bastão de vidro sob a placa. Em seguida, a placa é imersa em um banho contendo não-solvente imediatamente, no caso água destilada. As membranas permaneceram no banho até que sua precipitação seja concluída. Logo após, as mesmas foram removidas das placas, lavadas com água destilada e posteriormente, foram mergulhadas em uma mistura de 20% de glicerina e 80% de água destilada.

Caracterização dos Materiais

Difração de Raios-X (DRX)

As análises de DRX do dióxido de titânio e das membranas polimérica e híbridas foram conduzidas à temperatura ambiente em um equipamento Shimadzu XDR-6000, utilizando radiação $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$), tensão de 40 kV, corrente de 30 mA, varredura entre 2θ de $1,5^\circ$ a 30° e velocidade de varredura de $2^\circ/\text{min}$.

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

O FTIR do dióxido de titânio na forma de pó foi obtido pelo espectrômetro modelo 400 FTIR/FT-NIR da marca Perkin Elmer, entre 4000 e 400 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} e 20 varreduras, do Laboratório de Síntese de Materiais Cerâmicos (LabsMac/UAEMA/UFCG). As membranas na forma de filmes finos foram obtidas e analisadas por FTIR, em um espectrômetro PERKIN-ELMER SPECTRUM 400, com varredura de 4000 a 650 cm^{-1} , pertencente ao Laboratório de Avaliação e Desenvolvimento de Biomateriais – CERTIBIO.

Resultados e discussão

Por meio da difração de raios-X, foi possível, identificar as fases e planos cristalinos presentes na amostra, pode-se perceber que as fases cristalinas características do dióxido de titânio (TiO_2) foram anatase e rutilo. A amostra prevaleceu predominantemente na fase anatase, confirmando que o material empregado como fonte de TiO_2 foi o P25 Degussa, que consiste em 70% de anatase e 30% de rutilo (MORO, 2012). A fase anatase prevaleceu como a fase cristalina majoritária (SALEIRO, 2012).

O DRX da polisulfona pura apresentou um pico característico entre 15° e 20° referente à sua estrutura, conforme foi observado também por Anadão et al. (2010). De maneira geral, as membranas híbridas apresentaram basicamente o mesmo comportamento com um pico característico da estrutura da polisulfona e a ausência das bandas características do dióxido de titânio. Além disso, foi constatado um pico em aproximadamente 25° no híbrido com 1% de TiO_2 , referente aos planos cristalinos (101) da fase anatase.

Foi observada pelo espectro de FTIR uma banda larga, centrada e intensa entre $500-700 \text{ cm}^{-1}$ que é provavelmente devido à vibração das ligações Ti-O e Ti-O-Ti dos octaedros do TiO_2 da fase anatase que compartilham faces da rede estrutural do TiO_2 . Já as bandas que aparecem entre $3100-3600 \text{ cm}^{-1}$ de baixa intensidade e uma mais discreta entre $1600-1700 \text{ cm}^{-1}$, segundo Fleaca et al (2014) estão relacionadas ao estiramento das ligações O-H das vibrações do grupo hidroxila, atribuídas à água de superfície adsorvida pela amostra de TiO_2 .

As bandas características do polímero são: em 1153 cm^{-1} , referente ao estiramento simétrico da sulfona; em 1338 cm^{-1} , do éter aromático; em 1324 cm^{-1} , do estiramento assimétrico da sulfona; em 2970 cm^{-1} , do estiramento aromático do CH_3 ; em 2876 cm^{-1} , referente ao

estiramento alifático do CH_3 , em 1483 e 1588 cm^{-1} , referentes ao estiramento C-C dos aromáticos; em 1016 cm^{-1} , referente ao estiramento C-O assimétrico e em 692 cm^{-1} e, em 838 cm^{-1} , referente à vibração molecular tipo *rocking* da ligação C-H (MUSHTAQ, 2014).

Conclusões

As membranas de polisulfona/dióxido de titânio foram obtidas com sucesso. Por meio dos difratogramas, pôde-se perceber que as fases cristalinas características do TiO_2 foram anatase e rutilo, prevalecendo a anatase como a fase cristalina majoritária. Os difratogramas de DRX das membranas de PSU pura e de seus híbridos evidenciaram um pico característico entre 15° e 20° referente à estrutura da PSU. Por meio do espectro na região do infravermelho do TiO_2 foi verificado uma banda intensa em $500\text{-}700\text{ cm}^{-1}$ devido à vibração das ligações Ti-O e Ti-O-Ti da fase anatase. Os espectros de FTIR das membranas híbridas apresentaram as mesmas bandas referentes à polisulfona, onde estas não estão relacionadas apenas à PSU, mas também com as bandas características típicas do TiO_2 .

Fomento

Os autores agradecem à Bentonit União Nordeste (BUN) pelo fornecimento da argila, à CAPES/PNPD, ao MCTI/CNPq, à PETROBRAS, ao PRH-25/ANP e ao CNPq pelo auxílio financeiro.

Referências

- ANADÃO, P. **Ciência e Tecnologia de Membranas**. Artliber Editora Ltda. São Paulo, 2010.
- COSTA, C. M. G. **Remoção de Metais Pesados de Efluentes Sintéticos Aquosos por Nanofiltração**. Dissertação de Mestrado em Química, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2011.
- FLEACA, C.T.; SCARISOREANU, M.; MORJAN, I.; LUCULESCU, C.; NICULESCU, A.-M.; BADOI, A.; VASILE, E.; KOVACS, G. Laser oxidative pyrolysis synthesis and annealing of TiO_2 nanoparticles embedded in carbon-silica shells/matrix. **ELSEVIER, Applied Surface Science**. 2015. p. 1-8.
- HABERT, A. C.; BORGES, C. P.; NÓBREGA, R. **Processo de Separação com Membranas**. 1a ed. Rio de Janeiro. E-papers Serviços Editoriais Ltda. 2006.
- SANTOS, T. **Preparação e caracterização de membranas compósitas polisulfona/material celulósico como barreira seletiva**. 2012. 112f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) Programa de Mestrado da Universidade de Caxias do Sul. Caxias do Sul – RS.
- MORO C. C.; LANSARIN, M. A.; BAGNARA, M. Nanotubos de TiO_2 dopados com nitrogênio: comparação das atividades fotocatalíticas de materiais obtidos através de diferentes técnicas, **Química Nova**, Vol. 35, No. 8, p.1560-1565, 2012.
- MUSHTAQ, A.; MUKHTAR, H. B.; SHARIFF, A. M. FTIR Study of Enhanced Polymeric Blend Membrane with Amines. **Research Journal of Applied Sciences, Engineering and Technology** 7(9): 1811-1820, 2014.
- SALEIRO, G. T.; CARDOSO, S. L.; TOLEDO, R.; HOLANDA, J. N. F. Avaliação das fases cristalinas de dióxido de titânio suportado em cerâmica vermelha, **Cerâmica**, v.56, p.162-167, 2010.