

MEMBRANAS PLANAS DE POLIAMIDA 6 COM O ADITIVO CaCl_2 OBTIDAS A PARTIR DA TÉCNICA DE INVERSÃO DE FASES

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

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

Introdução

Os processos de separação por membrana (PSM) vêm se tornando tecnologias eficientes para tratamento de águas devido a microfiltração que as mesmas promovem, que filtros comuns são incapazes e/ou ineficientes (HABERT; BORGES; NOBREGA, 2006).

Uma das principais vantagens da utilização das membranas para a filtração de água, é que a mesma a produz com elevado grau de pureza (CHAKRABARTY; GHOSHAL; PURKAIT, 2008). Além de que é necessária uma quantidade mínima de produtos químicos e pouco espaço para a instalação da mesma, como também a facilidade de automação e operação do sistema (JACOB et al., 2015; MA et al., 2017).

O método mais utilizado na obtenção de membranas poliméricas é a inversão de fases, que são produzidas por precipitação de uma solução polimérica espalhada como um filme fino em uma placa de vidro ou extrusada como uma fibra oca, e posteriormente precipitada em um banho de não-solvente (BELLINCANTA et al., 2011; POLETTO et al., 2012). A membrana é formada pela instabilização da solução e precipitação do polímero. Esta técnica nos permite ampla modificação morfológica a partir de pequenas variações feitas nos parâmetros utilizados durante o processo de preparação das membranas (BRAMI et al., 2017).

Esta pesquisa visa desenvolver membranas planas por inversão de fases da poliamida6 e de seus respectivos nanocompósitos com a incorporação de um aditivo (CaCl_2).

Metodologia

Materiais

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

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 74 μm , passada em peneira ABNT n° 200.

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

O sal utilizado como aditivo foi o cloreto de cálcio (CaCl_2) P.A, fabricado pela Vetec. O CaCl_2 foi incorporado nas membranas em diferentes tempos de exposição antes da precipitação.

Métodos

Antes de iniciar a preparação das membranas, a poliamida 6, 20% de CaCl_2 e a argila (para os nanocompósitos) com 1, 3, 5% em peso, foram dissolvidas em ácido fórmico por 24 horas. As soluções preparadas foram espalhadas, com o auxílio de bastões de vidro com espaçamento de aproximadamente 0,1 mm, em placas de vidro, que foram colocadas imediatamente em um

banho de água destilada (não-solvente), na temperatura ambiente, de forma que as placas ficassem completamente submersas. A membrana permaneceu no banho até que sua precipitação fosse concluída. Logo após, a mesma foi removida das placas, lavada com água destilada.

Caracterização dos Materiais

As análises de DRX da argila e das membranas polimérica enanocompósitos 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 2θ de $1,5^\circ$ a 30° e velocidade de varredura de $2^\circ/\text{min}$, no Laboratório de Caracterização de Materiais da UAEMa/UFCG. A argila bentonítica foi caracterizada na forma de pó, enquanto que as membranas foram caracterizadas na forma de filmes finos.

A análise da argila, na forma de pó, foi realizada no Laboratório de Caracterização de Materiais da UAEMa/UFCG em um espectrômetro PERKIN-ELMER SPECTRUM 400, com varredura de 4000 a 650 cm^{-1} .

A análise química por fluorescência de raios-X da argila foi realizada no Laboratório de Caracterização de Materiais da UAEMa/UFCG, em amostras na forma de pastilhas, em um equipamento EDX 720 da Shimadzu, sob atmosfera de nitrogênio.

Resultados e discussão

O difratograma da argila apresenta picos característicos de bentonitas contendo materiais acessórios, como caulinita (C) e quartzo (Q), no intervalo de $18-27^\circ$, e também um pico em $5,93^\circ$ indicando a distância interplanar basal d_{001} de $14,95 \text{ \AA}$, que é característico da montmorilonita (M) contendo íons Na^+ na estrutura com uma pequena hidratação. Este resultado foi reportado por Souza Santos (1989).

Os difratogramas das membranas ilustram a presença de dois picos, cujos valores são de aproximadamente 20° e 24° , para a poliamida 6 pura e seus respectivos nanocompósitos. O aparecimento de ambos os picos deve-se à formação de uma fase cristalina característica das poliamidas, denominada de fase α_1 e α_2 (KOHAN, 1995).

Nas membranas de nanocompósitos com 1, 3 e 5% de argila, observa-se o aparecimento de um ombro em $3,8^\circ$, o que se deve a uma provável intercalação parcial do polímero entre as lamelas da argila. Além disso, foi constatado que a intensidade deste ombro foi proporcional ao aumento do percentual de argila adicionado na membrana de poliamida. Este efeito também pôde ser notado por Maia (2008) e Medeiros (2014).

Nos espectros de FTIR da argila bentonítica é possível observar a presença da hidroxila em 3.600 cm^{-1} , assim como, uma banda em 1.650 cm^{-1} , característica da água adsorvida; outra banda em 1000 cm^{-1} , característica de ligações de silício e em 800 cm^{-1} , referente a banda característica da camada octaédrica da argila.

Por FRX, pôde-se comprovar a presença de elementos específicos da argila esmectítica, como sílica (SiO_2) e alumina (Al_2O_3). Foi possível perceber também a presença de traços de minerais acessórios, além de elementos característicos da argila do grupo da esmectita, representados, por óxidos de ferro (Fe_2O_3), cálcio (CaO), titânio (TiO_2), potássio (K_2O). Este resultado foi reportado por Souza Santos (1989).

Conclusões

Membranas planas por precipitação da poliamida 6 e de seus respectivos nanocompósitos com a incorporação de um aditivo (CaCl_2) foram desenvolvidas. O difratograma de DRX da argila apresentou picos característicos de bentonitas, proveniente de Boa Vista – PB, contendo também em sua composição materiais acessórios. No difratograma de DRX obtido das membranas foi possível perceber picos característicos da poliamida 6. Além disso, nas

membranas de nanocompósitos, foi verificado o surgimento de um ombro que pode estar relacionado a uma provável intercalação parcial das lamelas da argila. Por FTIR, foram observadas a presença de hidroxila, água adsorvida e bandas características da argila bentonítica. Por FRX, foi comprovada a presença de elementos específicos da argila esmectítica.

Fomento

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

Referências

- BELLIACANTA, T.; POLETTO, P.; THÜRMER, M. B.; DUARTE, J.; TOSCAN, A.; ZENI, M. **Preparação e Caracterização de Membranas Poliméricas a partir da Blenda Polisulfona/Poliuretano**. *Polímeros*, v. 21, n. 3, p. 229-232, 2011.
- BRAMI, M. V.; OREN, Y.; LINDER, C.; BERNSTEIN, R. **Nanofiltration Properties of Asymmetric Membranes Prepared by Phase Inversion of Sulfonated Nitro-Polyphenylsulfone**. *Polymer*, v. 111, p. 137-147, 2017.
- CHAKRABARTY, B.; GHOSHAL, A. K.; PURKAIT, M. K. Ultrafiltration of stable oil-in-water emulsion by polysulfone membrane. **Journal of Membrane Science**, v. 325, n. 1, p. 427-437, 2008.
- HABERT, A. C.; BORGES, C. P.; NOBREGA, R. **Processo de Separação por Membranas**. E-papers serviços editoriais, Rio de Janeiro, 2006.
- JACOB, P.; PHUNGSAI, P.; FUKUSHI, K.; VISVANATHAN, C. **Direct Contact Membrane Distillation for Anaerobic Effluent Treatment**. *Journal of Membrane Science*, v. 475, p.330-339, 2015.
- MA, W.; GUO, Z.; ZHAO, J.; YU, Q.; WANG, F.; HAN, J.; PAN, H.; YAO, J.; ZHANG, Q.; SAMAL, S. K.; SMEDT, S. C.; HUANG, C. **Polyimide/Cellulose acetate core/ Shell Electrospun Fibrous Membranes for Oil-Water Separation**. *Separation and Purification Technology*, v. 177, p. 71-85, 2017.
- MAIA, L. F. **Desenvolvimento de Nanocompósitos de Nylon6 para Aplicação em Membranas para Separação Óleo/Água**. 105 f. Monografia da ANP/PRH-25 apresentada ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2008.
- MEDEIROS, K. M.; ARAÚJO, E. M.; LIRA, H. L.; FARIAS, D. Hybrid Membranes of Polyamide Applied in Treatment of Waste Water. **Materials Research**, 2017. DOI: dx.doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2016-0242.
- MEDEIROS, K. M. **Membranas Microporosas Híbridas de Poliamida Aplicadas no Tratamento de Emulsões Oleosas da Indústria Petrolífera**. 185 f. Tese de doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2014.
- POLETTO, P.; DUARTE, J.; LUNKES, M. S.; SANTOS, V.; ZENI, M. **Avaliação das Características de Transporte em Membranas de Poliamida 66 Preparadas com Diferentes Solventes**. *Polímeros*, v. 22, n. 3, p. 273-277, 2012.
- SOUZA SANTOS, P. **Ciência e Tecnologia de Argilas**. 2ª ed., São Paulo: Edgard Blücher Ltda., v. 3, 1992.
- KOHAN I. M. **Nylon Plastics Handbook**. Hanser Publishers, Munich Vienna New York, 1995.