

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

Sandriely Sonaly Lima Oliveira

**MEMBRANAS DE FIBRA OCA DE CARBETO DE SILÍCIO PARA SEPARAÇÃO
DE ÁGUA-ÓLEO**

Campina Grande – PB

2017

Sandriely Sonaly Lima Oliveira

**MEMBRANAS DE FIBRA OCA DE CARBETO DE SILÍCIO PARA SEPARAÇÃO
DE ÁGUA-ÓLEO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito parcial à obtenção do título de **Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais**.

Orientador: Prof. Dr. Hélio de Lucena Lira

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Edcleide Maria Araújo

Agência Financiadora: CAPES

Campina Grande – PB

2017

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

O48m Oliveira, Sandriely Sonaly Lima.
Membranas de fibra oca de carbetto de silício para separação de água-
óleo / Sandriely Sonaly Lima Oliveira. – Campina Grande, 2017.
89 f. : il. color.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) –
Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e
Tecnologia, 2017.

"Orientação: Prof. Dr. Hélio de Lucena Lira, Profa. Dra. Edcleide Maria
Araújo".

Referências.

1. Membranas Cerâmicas. 2. Carbetto de Silício. 3. Inversão de Fases. I.
Lira, Hélio de Lucena. II. Araújo, Edcleide Maria. III. Título.

CDU 666.3-187(043)

VITAE DO CANDIDATO

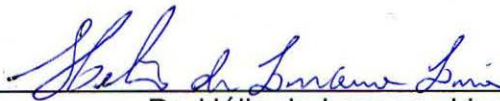
- Ênfase em tecnologia de Petróleo, Gás e Biocombustíveis pela Agência Nacional de Petróleo (2014).
- Engenheira de Materiais pela Universidade Federal de Campina Grande (2015).
- Especialização em Engenharia de Segurança do Trabalho pela Faculdades Integrada de Patos (2017).

SANDRIELY SONALY LIMA OLIVEIRA

MEMBRANAS DE FIBRA OCA DE CARBETO DE SILÍCIO PARA SEPARAÇÃO
DE ÁGUA –OLEO

Dissertação apresentada ao Programa
de Pós-Graduação em Ciência e
Engenharia de Materiais como requisito
parcial à obtenção do título de **Mestre
em Ciência e Engenharia de
Materiais.**

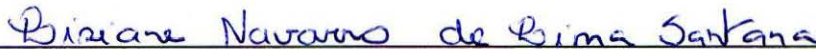
Aprovado em: 22/08/2017



Dr. Hélio de Lucena Lira
Orientador
PPG-CEMat/UAEMA/UFCG



Dr.ª Edcleide Maria Araújo
Orientadora
PPG-CEMat/UAEMA/UFCG



Dr.ª Lisiane Navarro de Lima Santana
Examinadora Interna
PPG-CEMat/UFCG



Dr.ª Keila Machado de Medeiros
Examinadora Externa
UFCG

Dedico este trabalho a meus pais, que, com muito carinho e apoio, não mediram esforços para a conclusão desta etapa da minha vida.

AGRADECIMENTOS

A Deus por me guiar, me iluminar e me conceder forças para superar as dificuldades e realizar este trabalho.

Ao meu Pai Genivaldo, que sempre esteve ao meu lado, me apoiando e ajudando em tudo que precisei. A sua presença significou segurança e certeza de que não estou sozinha nessa caminhada.

À minha mãe Sônia Maria, pelo suporte que sempre proporcionou em minha caminhada, por ser maravilhosa e guerreira. Seu cuidado e dedicação foi que deram, em alguns momentos, a esperança para seguir.

As minhas irmãs Sâmala e Suelem pela amizade, carinho, e por serem meus exemplos.

Ao meu namorado, Bruno Agra, pelo companheirismo, paciência, amor e dedicação. Obrigada por nunca ter desistido de alcançar os nossos sonhos, e por ser minha fortaleza.

Aos meus orientadores Professor Dr. Hélio de Lucena Lira e Professora Dr^a. Edcleide Maria Araújo pela orientação, paciência e apoio durante a elaboração e conclusão desse trabalho.

A todos os Professores que compõem o Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da UFCG pelas inúmeras contribuições e ensinamentos.

Aos amigos e parceiros do Laboratório de Desenvolvimento de Membranas da UFCG, pelo incentivo, aprendizado e apoio durante a pesquisa, em especial a Rodolfo, Keila, Edson, Aline e Wanessa.

Aos amigos de Engenharia de Materiais pelo companheirismo e colaboração em todos os momentos da graduação e durante o mestrado, em especial a Anna Carolina, Bruna Aline, Dayanna Kelly, Juliana Barbosa, Luanna Vilela, Ítalo Macedo e Rodrigo Azevedo.

A todos os Funcionários, do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande.

As empresas que forneceram o material necessário para a viabilização desta pesquisa.

A CAPES e ao CNPQ, órgãos de fomento que financiaram a pesquisa e concederam a bolsa de estudo.

Enfim, gostaria de expressar toda a minha gratidão e apreço a todos aqueles que, direta ou indiretamente, contribuíram para esta dissertação. A todos quero manifestar os meus sinceros agradecimentos.

RESUMO

Carbeto de silício (SiC) é um material promissor para produção de membranas devido à resistência ao choque térmico, excelente estabilidade química e mecânica. De modo que, este trabalho tem como objetivo desenvolver e caracterizar membranas de SiC, na forma de fibra oca, visando à aplicação na separação de emulsão água-óleo. Foi preparada uma dispersão, e através da técnica de extrusão com precipitação por imersão e após sinterização a 1500°C foram obtidas membranas com geometria de fibra oca. Para a caracterização do SiC foram feitas as análises de espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), difração de raios-X (DRX), distribuição granulométrica e microscopia eletrônica de varredura (MEV). E para a caracterização das membranas foram realizadas: termogravimetria (TG), FTIR, DRX, ângulo de contato, porosidade e MEV para avaliar a morfologia e a composição das membranas obtidas antes e após a sinterização. As membranas foram submetidas ao ensaio de medidas de fluxo de água e de eficiência na separação de emulsão de água-óleo. O DRX e MEV do SiC apresentaram, respectivamente, picos característicos das fases de carbeto de silício, alumina e quartzo; e placas com formatos irregulares e arestas pontiagudas. A faixa de distribuição granulométrica do SiC se estende de 0,04 μm até 5 μm , com diâmetro médio das partículas em 1,38 μm . Verificaram-se mudanças no perfil dos espectros de infravermelho da fibra após a queima devido à elevada temperatura de sinterização, que fez com que os materiais orgânicos presentes na solução fossem eliminados para a formação da estrutura da membrana. O MEV da seção transversal da membrana evidenciou que estas são porosas assimétricas com uma camada seletiva na parte interna e uma camada porosa na parte externa. A membrana com “gap” de 5 cm apresentou maior valor de permeabilidade 328 L/h.m².bar. Para a separação de água-óleo foi possível concluir que as membranas apresentaram um alto índice de rendimento, acima de 84%. Portanto, atenderam às exigências da Resolução 430 do CONAMA, comprovando seu potencial para separação de água-óleo.

Palavras-chave: Membranas cerâmicas. Carbeto de silício. Inversão de fases.

ABSTRACT

Silicon carbide (SiC) is a promising material for membrane production due to its thermal shock resistance, excellent chemical and mechanical stability. Therefore, the aim of this work is to develop and characterize SiC membranes, with greater selectivity and greater flow, in the form of hollow fiber, aiming to apply in the water-oil emulsion separation. A solution was prepared and by the extrusion technique with immersion precipitation and after sintering at 1500 °C, membranes were obtained with hollow fiber geometry. For the characterization of the SiC, spectroscopy analyzes were performed in the infrared region with Fourier transform (FTIR), X-ray diffraction (XRD), particle size distribution and scanning electron microscopy (SEM); and for the characterization of the membranes it were performed: thermogravimetry analyses (TG), FTIR, XRD, contact angle, porosity and SEM were used to evaluate the morphology and composition of membranes obtained before and after sintering. The membranes were submitted to the water flow measurements and water-oil emulsion separation efficiency. XRD and SEM analyses of SiC powder showed, respectively, characteristic peaks of the silicon carbide, alumina and quartz phases; and plates with irregular shapes and sharp edges. The SiC granulometric distribution range extends from 0.04 μm to 5 μm , with average particle diameter of 1.38 μm . There were changes in the profile of the infrared spectra of the fiber after burning due to the high sintering temperature, which caused that the organic materials present in the solution were eliminated for the formation of the membrane structure. SEM images of the membrane cross section showed that these are porous asymmetrical with a selective layer on the inside and a porous layer on the outside of the membrane. The membrane with a 5 cm "gap" had a higher permeability value of 476.33 L/h.m².bar. It is possible to conclude that the membranes presented a high separation coefficient, above 84%. Therefore, they met the requirements of Resolution 430 of CONAMA, proving the potential for water-oil separation.

Keywords: Ceramic membranes. Silicon carbide. Phase inversion.

PUBLICAÇÕES

OLIVEIRA, S. S. L.; FERREIRA, R. S. B.; ARAUJO, B. A.; OLIVEIRA, S. S. L.; ARAUJO, E. M.; LIRA, H. L.. Estudo Morfológico das Membranas de Carbetto de Silício de Fibra Oca Antes e Após Sinterização a Elevada Temperatura. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v. 11, p. 164-170, 2016.

OLIVEIRA, S. S. L.; FERREIRA, R. S. B.; ARAUJO, B. A.; MEDEIROS, K. M.; LIRA, H. L.; ARAUJO, E. M. Membranas de fibra oca de carbetto de silício: obtenção e caracterização. In: 22º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências dos Materiais (CBECiMat, 2016). Natal (RN), 2016.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Tipos de PSM mais difundidos.....	22
Figura 2 - Tipos de membranas	23
Figura 3 - Tipos de membranas sintéticas.....	24
Figura 4 - escoamento da solução polimérica e do líquido interno através dos orifícios da extrusora para produção de fibras ocas	28
Figura 5 - Tetraedo primário do carbetto de silício.	31
Figura 6 - Sistema <i>dry-wet spinning</i>	38
Figura 7 - Curva de queima para a sinterização das membranas.	39
Figura 8 - Representação esquemática do ângulo de contato.....	41
Figura 9 - Sistema de filtração para coleta do permeado.	43
Figura 10 - Módulo da membrana com a corrente de alimentação em escoamento tangencial.	44
Figura 11 - São verificadas as duas fases no funil: inferior de clorofórmio + óleo e superior com a água da amostra.....	45
Figura 12 - FTIR do pó de carbetto de silício.	48
Figura 13 - Difratoograma de raios-X do carbetto de silício.....	48
Figura 14 - Distribuição granulométrica do carbetto de silício.	49
Figura 15 - Imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura do carbetto de silício em diferentes aumentos (A = 1500x e B = 3000x).....	50
Figura 16 - Curva de termogravimetria da fibra oca de carbetto de silício antes da queima.	51
Figura 17 - FTIR das fibras oca antes da queima.....	52
Figura 18 - FTIR da membrana de SiC após queima.	52
Figura 19 - Difratoograma de raios-X da fibra oca antes da queima.....	53
Figura 20 - Difratoograma de raios-X da fibra oca após a queima.	54
Figura 21 - Variação do ângulo de contato da fibra oca antes da queima e variando com o tempo.	55
Figura 22 - Evolução do formato da gota em função do tempo para a fibra oca.	55
Figura 23 - Variação do ângulo de contato da membrana de SiC com o tempo.	56
Figura 24 - Evolução do formato da gota em função do tempo para a membrana de carbetto de silício sinterizada a 1500 °C.	56

Figura 25 - Micrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura da fibra oca com “gap” de 5 cm obtidos em diferentes aumentos para a seção transversal (A = 50x), parte interna da seção transversal (B = 300X, C = 1500x), parte externa da seção transversal (D = 300X, E = 1500X).	58
Figura 26 - Micrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura da fibra oca com “gap” de 15 cm obtidos em diferentes aumentos para a seção transversal (A = 50x), parte interna da seção transversal (B = 300X, C = 1500x), parte externa da seção transversal (D = 300X, E = 1500X).	58
Figura 27 - Micrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura da fibra oca com “gap” de 30 cm obtidos em diferentes aumentos para a seção transversal (A = 50x), parte interna da seção transversal (B = 300X, C = 1500x), parte externa da seção transversal (D = 300X, E = 1500X).	59
Figura 28 - Micrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura da membrana cerâmica com “gap” de 5 cm obtidos em diferentes aumentos para a seção transversal (A = 50x), parte interna da seção transversal (B = 300X, C = 1500x), parte externa da seção transversal (D = 300X, E = 1500X).	61
Figura 29 - Micrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura da membrana cerâmica com “gap” de 15 cm obtidos em diferentes aumentos para a seção transversal (A = 50x), parte interna da seção transversal (B = 300X, C = 1500x), parte externa da seção transversal (D = 300X, E = 1500X).	62
Figura 30 - Micrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura da membrana cerâmica com “gap” de 30 cm obtidos em diferentes aumentos para a seção transversal (A = 50x), parte interna da seção transversal (B = 300X, C = 1500x), parte externa da seção transversal (D = 300X, E = 1500X).	62
Figura 31 - Porosidade das membranas antes da queima (fibra oca) e após a queima a temperatura de 1500°C.	64
Figura 32 - Fluxo permeado com água destilada pela membrana de carbetto de silício com “gap” de 5 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.	65
Figura 33 - Fluxo permeado com água destilada pela membrana de carbetto de silício com “gap” de 15 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.	66
Figura 34 - Fluxo permeado com água destilada pela membrana de carbetto de silício com “gap” de 30 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.	66

Figura 35 - Fluxo permeado pela membrana com “gap” de 5 cm em função da pressão aplicada para cálculo da permeabilidade.....	67
Figura 36 - Fluxo permeado pela membrana com “gap” de 15 cm em função da pressão aplicada para calculo da permeabilidade.....	68
Figura 37 - Fluxo permeado pela membrana com “gap” de 30 cm em função da pressão aplicada para calculo da permeabilidade.....	68
Figura 38 - Imagens de microscopia óptica da emulsão de água/óleo usada neste estudo.....	69
Figura 39 - Fluxo permeado com emulsão de água-óleo pela membrana de carbeto de silício com “gap” de 5 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.....	71
Figura 40 - Fluxo permeado com emulsão de água-óleo pela membrana de carbeto de silício com “gap” de 15 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.....	71
Figura 41 - Fluxo permeado com emulsão de água-óleo pela membrana de carbeto de silício com “gap” de 30 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.....	72

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Configurações de módulos típicos de membranas e algumas características.....	25
Tabela 2 - Porosidades e distribuição de tamanho de poros de acordo com o método de fabricação de membranas.....	26
Tabela 3 - Características das fases cristalinas do SiC: α -SiC e β -SiC.....	32
Tabela 4 - Formulação para o preparo das soluções.....	38
Tabela 5 - Condições de processamento para a preparação das membranas.....	39
Tabela 6 - Composição química do carbetto de silício utilizado para a produção das membranas.....	47
Tabela 7 - Influência da variação da distância da saída da solução até encontrar o banho de não solvente (“gap”) nos diâmetros das fibras ocas.....	60
Tabela 8 - Influência da variação da distância da saída da solução até encontrar o banho de não solvente (“gap”) nos diâmetros das membranas.....	63
Tabela 9 - Valores de Cp e Rendimento, calculado para a membrana com “gap” de 5 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.....	73
Tabela 10 - Valores de Cp e Rendimento, calculado para a membrana com “gap” de 15 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.....	73
Tabela 11 - Valores de Cp e Rendimento, calculado para a membrana com “gap” de 30 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.....	73

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ATG - Análise termogravimétrica

DE - Diâmetro Externo

DI - Diâmetro Interno

DRX - Difração de raios-X

DSC - Calorimetria Exploratória Diferencial

FTIR - Espectroscopia na Região do Infravermelho por Transformada de Fourier

GAP - Distância entre a saída da solução extrudada até chegar no banho de não solvente

H - Hexagonal

LABDES - Laboratório de Referência em Dessalinização

LCM - Laboratório de caracterização dos materiais

MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura

MF - Microfiltração

NMP - 1-Metil-2-Pirrolidona

OI - Osmose inversa

PES - Polietersulfona

PVP - Polivinilpirrolidona

R - Romboédrica

ST – Seção transversal

STE - Seção transversal externa

STI - Seção transversal interna

UF - Ultrafiltração

UFMG - Universidade Federal de Campina Grande

UV - Espectrofotometria de UV

W_d - Massa da membrana seca

W_w - Massa da membrana molhada

LISTA DE SÍMBOLOS

ΔP - diferença de pressão

A - Área da membrana

C_0 - Coeficiente de óleo permeado

C_P - Coeficiente de óleo na alimentação

J - Fluxo

L - Espessura da membrana

M - Massa

P - Permeabilidade

R - Coeficiente de rejeição

ρ - Densidade do líquido utilizado

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	19
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	21
2.1	Processos de separação por membranas	21
2.1.1	Tipos de membranas	23
2.1.2	Geometria das membranas	24
2.1.3	Fabricação de membranas sintéticas	26
2.1.3.1	Técnica de extrusão a frio	27
2.1.4	Aplicações das membranas.....	28
2.2	Membranas cerâmicas	30
2.3	Carbeto de silício	31
2.4	Revisão Específica.....	33
3	MATERIAIS E MÉTODOS	37
3.1	Materiais	37
3.2	Metodologia	37
3.2.1	Preparação da dispersão.....	37
3.2.2	Preparação das membranas.....	38
3.2.3	Sinterização das membranas	39
3.2.4	Caracterização das amostras	40
3.2.4.1	Análise química por fluorescência de raios-X.....	40
3.2.4.2	Análise termogravimétrica.....	40
3.2.4.3	Espectroscopia do infravermelho com transformada de Fourier.....	40
3.2.4.4	Difração de raios-X	40
3.2.4.5	Distribuição granulométrica.....	41
3.2.4.6	Ângulo de contato	41
3.2.4.7	Microscopia óptica	42
3.2.4.8	Microscopia eletrônica de varredura	42

3.2.4.9	Porosidade.....	42
3.2.5	Fluxo com água destilada.....	43
3.2.6	Permeabilidade.....	44
3.2.7	Fluxo com emulsão de água-óleo.....	44
3.2.8	Rendimento das membranas na separação de emulsão de água/óleo.....	45
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	47
4.1	Caracterizações do carbetto de silício.....	47
4.1.1	Análise química por fluorescência de raios-X.....	47
4.1.2	Espectroscopia do infravermelho com transformada de Fourier.....	47
4.1.3	Difração de raios-X.....	48
4.1.4	Distribuição granulométrica.....	49
4.1.5	Microscopia eletrônica de varredura.....	49
4.2	Caracterizações das membranas.....	50
4.2.1	Termogravimetria.....	50
4.2.2	Espectroscopia do infravermelho com transformada de Fourier.....	51
4.2.3	Difração de raios-X.....	53
4.2.4	Ângulo de contato.....	54
4.2.5	Microscopia eletrônica de varredura.....	57
4.2.5.1	MEV das fibras ocas antes da sinterização.....	57
4.2.5.2	MEV das fibras ocas após a sinterização.....	60
4.2.6	Porosidade.....	63
4.3	Fluxo aquoso das membranas.....	64
4.4	Permeabilidade.....	66
4.5	Microscopia óptica.....	68
4.6	Fluxo permeado das membranas com emulsão de água-óleo.....	69
4.7	Rendimento das membranas na separação de emulsão de água/óleo.....	72
5	CONCLUSÃO.....	74

6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	75
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	76
	ANEXO	85

1 INTRODUÇÃO

A implementação de tecnologias mais limpas e pesquisas em tratamento de águas são os caminhos para minimizar os impactos causados ao meio ambiente e melhoria dos recursos hídricos e, conseqüentemente, econômico e social de uma região. Uma tendência mundial é o desenvolvimento de processos que utilizem com grande eficiência os insumos, maximizem o reciclo de água de processo, minimizando o gasto energético e a emissão de efluentes (Costa, 2011). Processos que vem recebendo crescente atenção são os que utilizam membranas como princípio ativo de seu funcionamento.

Membranas podem ser definidas como uma barreira que separa duas fases e que restringe total ou parcialmente o transporte de uma ou várias espécies químicas presentes nas fases (Habert *et al.*, 2006).

Nos últimos anos os usos de membranas têm mostrado as suas potencialidades para a racionalização dos sistemas de separação, visto que, não necessitam do uso de produtos químicos, operam à temperatura ambiente, são relativamente simples, fácil de utilizar e de limpar em alguns casos, podem ser aplicadas na separação de misturas de líquidos e gases (Zawrah *et al.*, 2014; Strathmann *et al.*, 2006).

Carbeto de silício (SiC) é um material inorgânico promissor para produção de membranas devido à sua resistência à corrosão, alta condutividade térmica, resistência ao choque térmico, excelente estabilidade química e mecânica (Deng *et al.*, 2014). Tal combinação de propriedades é determinada pela ligação química altamente covalente (até 88%) entre os átomos de silício e de carbono (Izhevskiy *et al.*, 2000).

Hofs *et al.* (2011) estudaram a resistência à incrustação de membranas de carbeto de silício no tratamento de água superficial. Diversas empresas alegaram que as pequenas incrustações afetam o comportamento e as condições de separação óleo/água.

De Wit *et al.* (2015) demonstraram o efeito do tratamento térmico sobre a estrutura e as propriedades das fibras obtidas, relatando que um tratamento com alta temperatura (acima de 1500°C) é necessário para sinterizar membranas de fibras ocas de carbeto de silício altamente permeáveis e mecanicamente robustas.

Na atual conjuntura, as membranas de carbeto de silício são limitadas a geometrias plana (Lin e Tsai, 1997), tubular (Facciotti *et al.*, 2014) e multicanal. Estas têm uma proporção relativamente baixa de superfície para volume comparado com as de fibras ocas. Uma relação elevada entre a área de permeação (área superficial da membrana) e o volume do módulo, representa uma melhor utilização do espaço e uma redução no custo do equipamento (Habert *et al.*, 2006).

Além disso, poucas membranas de SiC têm sido produzidas e estas mostraram uma estrutura com baixa estabilidade mecânica (Luiten *et al.*, 2012). Logo, é necessário estudá-las a fim de se obter resistência mecânica adequada aos processos de separação.

Diante do exposto, este trabalho objetiva desenvolver e caracterizar membranas de carbeto de silício, na forma de fibra oca por meio da técnica de extrusão com precipitação por imersão, e sinterização a 1500°C visando à separação de água-óleo.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Processos de separação por membranas

As membranas são barreiras seletivas, permeáveis ou semipermeáveis, que restringem parcial ou totalmente espécies de um determinado tamanho, possuindo propriedades físico-químicas direcionadas à retenção do componente da mistura a ser retido, como por exemplo, tamanho de poro, pressão transmembrana, velocidade de fluxo e agentes químicos associados a fenômenos físico-químicos superficiais (Trevisoli, 2010; Basile *et al.*, 2015).

Os processos de separação por membranas (PSM) podem ser considerados relativamente recentes, pois, ainda na década de 70, estes não eram considerados processos de relevância técnica. São definidos como operações que utilizam membranas no fracionamento de misturas, soluções e suspensões envolvendo espécies de tamanho e natureza química diferentes (Habert *et al.*, 2006; Baldasso, 2008).

O objetivo principal de qualquer PSM é a separação, a concentração e/ou a purificação de qualquer componente presente em solução e este pode ser alcançado devido à capacidade da membrana de transportar um determinado componente da fase de alimentação mais prontamente que qualquer outro componente presente. Isso ocorre devido às diferenças existentes entre as propriedades físicas e/ou químicas da membrana e dos componentes que permeiam (Mulder, 1996).

Segundo Lira *et al.* (2005) na separação por membranas uma mistura pode ser parcialmente fracionada por meio da retenção de componentes nas paredes da membrana, a fração que fica retida é chamada concentrado e a fração que atravessa a membrana é chamada permeado. Os componentes retidos podem ser material particulado, como bactérias, algas, vírus, moléculas orgânicas, componentes de combustíveis, solventes e íons.

As membranas naturais são conhecidas desde o século dezoito, mas o desenvolvimento e as principais aplicações de processos de separação com membranas sintéticas, em escala de laboratório, tiveram início em 1920. Foi a partir da década de 30 que alguns PSM passaram a ser conhecidos e utilizados em pequena escala. Entretanto, acabaram não sendo utilizados, na época, em uma

escala industrial devido aos baixos fluxos de permeado obtidos, resultantes da elevada espessura das membranas utilizadas. Então, no final da década de 60, os PSM, tais como microfiltração (MF), ultrafiltração (UF), e osmose inversa (OI), consolidaram-se como uma alternativa importante em nível industrial (Habert *et al.*, 2006).

Os PSM mais difundidos estão representados na Figura 1. Enquanto a MF remove partículas em suspensão e coloidais, a UF permite a remoção de partículas e moléculas maiores que 10 nm. A NF é um PSM que permite a difusão de íons monovalentes da solução e rejeita os íons divalentes e multivalentes. A OI, no entanto, rejeita todos os sais em solução aquosa, de forma que a classificação dessas membranas ocorre pela porcentagem de rejeição a determinadas espécies, sob condições específicas (Barreado-Damas *et al.*, 2010).

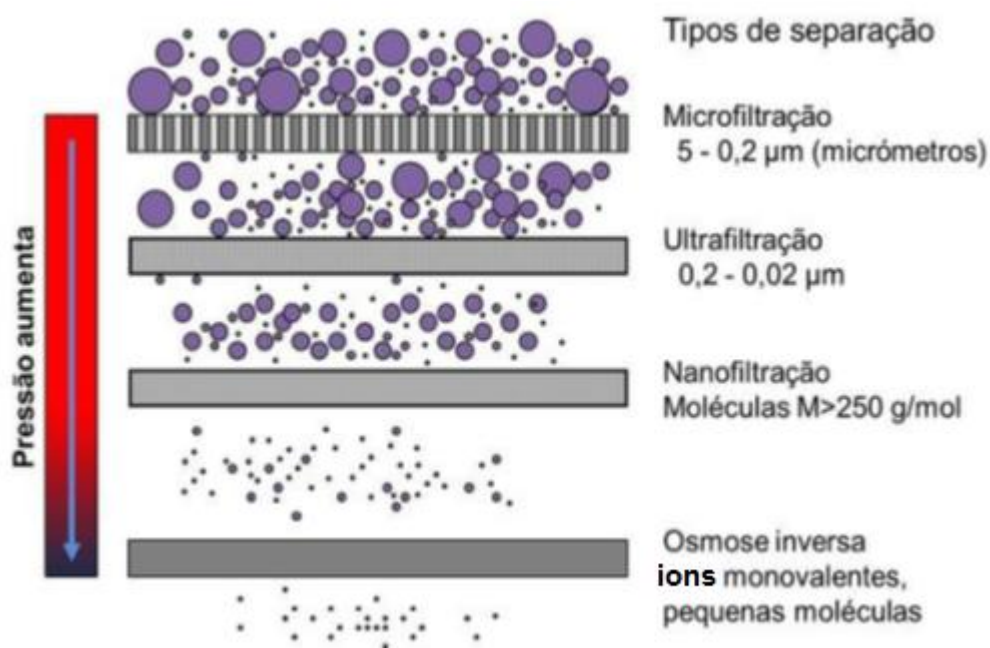


Figura 1 - Tipos de PSM mais difundidos (Ravanchi *et al.*, 2009).

Atualmente, os PSM são empregados em diversos processos industriais, e apresentam como principais vantagens o baixo consumo de energia, a redução do número de etapas do processamento, maior eficiência na separação, alta qualidade do produto final, baixo impacto ambiental e pequeno capital de investimento (Arthanareeswaran *et al.*, 2004; Baker, 2004; Mohammadi *et al.*, 2008).

2.1.1 Tipos de membranas

De maneira geral, as membranas são classificadas em: densas e porosas. As características da superfície da membrana que estão em contato com a solução a ser separada é que vão definir a utilização de uma membrana porosa ou densa. Dois tipos de parâmetros são normalmente empregados para se caracterizar membranas: parâmetros de natureza morfológica e parâmetros relativos às suas propriedades de transporte (Habert *et al.*, 2006).

Ambas as membranas, densas ou porosas, podem ou não apresentar as mesmas características morfológicas ao longo de sua espessura, ou seja, podem ser isotrópicas ou anisotrópicas (Figura 2). Membranas anisotrópicas possuem maior aplicação nas indústrias uma vez que permitem menores perdas de carga, devido à sua estrutura possuir uma camada na parte superior do suporte (Ravanchi *et al.*, 2009).

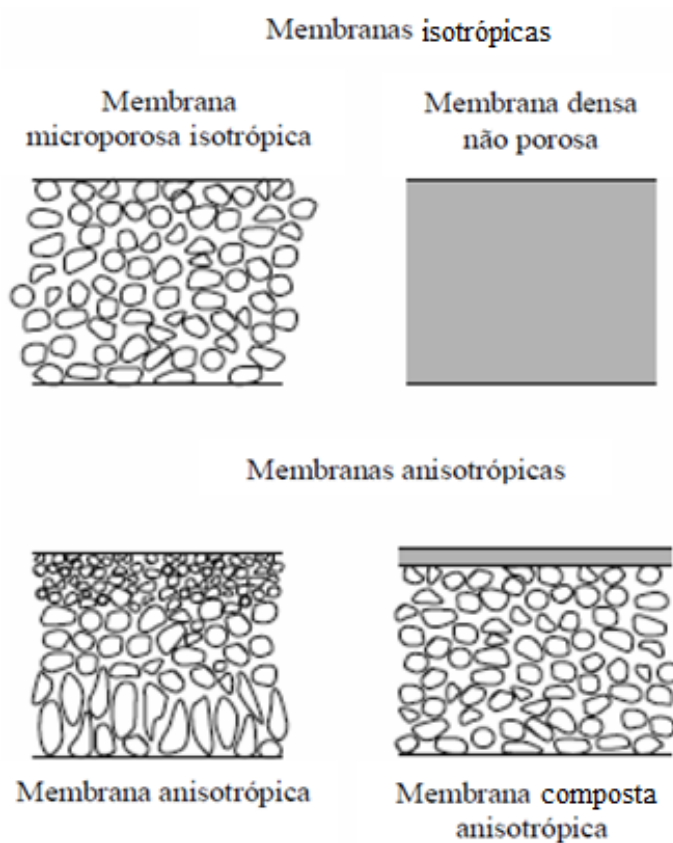


Figura 2 - Tipos de membranas (Adaptado de Ravanchi *et al.*, 2009).

Já quanto a sua natureza elas podem ser do tipo natural ou sintética. Membrana natural, ou biológica, é uma membrana que é parte do organismo vivo; e membrana sintética é aquela feita pelo homem. Estas últimas (Figura 3) ainda podem ser subdivididas em orgânicas (poliméricas) e inorgânicas (cerâmicas, vidros e metálicas) (Habert *et al.*, 2006; Strathmann *et al.*, 2006).

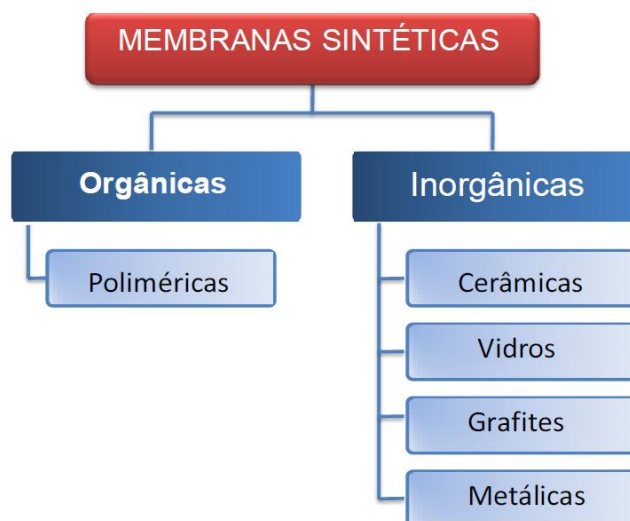


Figura 3 - Tipos de membranas sintéticas (Silva, 2015).

As membranas orgânicas são preparadas a partir de materiais poliméricos, tais como a poliamida, polietileno, polissulfona, celulose, entre outros, enquanto as membranas inorgânicas são preparadas com materiais cerâmicos, vítreos e/ou metálicos. A escolha entre uma e outra deve ser em função das características do produto a ser filtrado, como por exemplo, pH, tamanho de partículas, produto que se quer obter, durabilidade da membrana, facilidade de limpeza da membrana, entre outros (Silva *et al.*, 2015a).

2.1.2 Geometria das membranas

No que se refere à geometria das membranas, elas podem ser fabricadas em diferentes formas, as principais são:

- filtros tipo cartucho (utilizados em microfiltração);
- placas planas;

- membranas enroladas em espiral;
- filmes;
- fibra oca;
- capilar;
- tubular.

Cada uma delas apresenta vantagens e desvantagens e a sua escolha dependerá de fatores como: tipo de aplicação, espaço disponível (densidade de empacotamento, m^2/m^3), aspectos de escoamento (minimização do fenômeno de polarização de concentrações, perdas de carga admissíveis, etc.), facilidades de limpeza, entre outros. Alguns aspectos estão ilustrados na Tabela 1 (Mulder, 1996; Pucca, 2010).

Tabela 1 - Configurações de módulos típicos de membranas e algumas características.

Características	Placas Planas	Enrolada em espiral	Tubular	Fibra oca
Fator de empacotamento (m^2/m^3)	200-400	300-900	150-300	>10000
Diâmetro do canal de alimentação (mm)	5	1,3	13	0,1-1,0
Método de substituição	Placas	Elementos	Tubos	Módulo inteiro
Facilidade de limpeza	Fácil	Média	Fácil	Média

Fonte: Mierzwa (2007).

Combinando-se as diferentes técnicas pode-se produzir membranas compostas (materiais poliméricos diferentes e diferentes camadas da seção transversal da membrana), bastante utilizadas em osmose inversa e processos de separação de gases. A adoção de diferentes materiais permite otimizar as propriedades e desempenho da membrana obtida (Mulder, 1996; Pucca, 2010).

A forma do elemento de separação induz uma relação superfície/volume específica para o reator, o que muitas vezes precisa ser maximizado para aplicações industriais (Julbe *et al.*, 2001). Segundo Florido (2004), a geometria da membrana bem como a sua forma é fundamental na eficiência do processo. A configuração ótima para um elemento de membrana deve possuir características como: alta área de membrana por volume dos módulos, alto grau de turbulência para promover

transferência de massa, baixo custo por unidade de área da membrana, projeto com facilidade de limpeza e instalação em módulos.

2.1.3 Fabricação de membranas sintéticas

Existe um grande número de técnicas utilizadas na fabricação de membranas sintéticas. Entre os métodos disponíveis, os mais conhecidos para fabricação de membranas microporosas são: sinterização, estiramento (*stretching*), *track-etching* e inversão de fases. Todos os métodos citados podem ser utilizados na produção de membranas de microfiltração e apresentam diferentes resultados de morfologia (Tabela 2) (Mulder, 1996).

Tabela 2 - Porosidades e distribuição de tamanho de poros de acordo com o método de fabricação de membranas.

Processo	Porosidade	Distribuição do tamanho de poros
Sinterização	Baixa/Média (10-20%)	Estreita/larga
<i>Stretching</i>	Média/Alta (até 90%)	Estreita/larga
<i>Track-Etching</i>	Baixa (<10%)	Estreita
Inversão de fases	Alta	Estreita/larga

Fonte: Adaptado de Mulder (1996).

Na técnica de inversão de fases uma solução polimérica constituída principalmente de polímero + solvente é submetida a um processo controlado de transferência do polímero do estado líquido ao estado sólido. Dado tal conceito, o processo de inversão de fases pode ser subdividido em cinco técnicas distintas (Mulder, 1996):

- Precipitação por evaporação do solvente: o solvente da solução polimérica é evaporado em uma atmosfera inerte (isenta de água, como por exemplo, atmosfera de nitrogênio) resultando na precipitação do polímero. Obtêm-se estruturas homogêneas e densas.

- Precipitação a partir de fase vapor: a solução polimérica, em fase líquida, é submetida a uma atmosfera rica em vapor d'água (que é um não-solvente para o polímero) + solvente (o mesmo utilizado na solução polimérica). A difusão do vapor d'água dentro da solução leva o polímero à precipitação. São obtidas membranas isotrópicas porosas.

- Precipitação por evaporação controlada: o polímero é preparado em uma mistura solvente + não-solvente. Uma vez que o solvente é mais volátil do que o não solvente, ocorre evaporação do solvente e precipitação do polímero. Algumas membranas anisotrópicas com “pele” são preparadas por esse processo.

- Precipitação térmica: a solução polimérica é resfriada de maneira controlada, o que leva à precipitação do polímero. Obtêm-se, assim, membranas anisotrópicas.

- Precipitação por imersão: a solução polimérica com espessura controlada é aplicada sobre um suporte, e então levada a um banho de coagulação onde há um não-solvente. Obtêm-se membranas anisotrópicas porosas e densas.

2.1.3.1 Técnica de extrusão a frio

A técnica de extrusão a frio com precipitação por imersão, para a produção de membranas de fibra oca, é a que possibilita maior flexibilidade em termos de morfologia da membrana. Nesta técnica, uma solução de um polímero em um solvente apropriado é extrusada em direção a um banho contendo um não solvente para o polímero (geralmente água), onde ocorre a precipitação por inversão de fases (Habert *et al.*, 2006). Após a imersão, ocorre uma troca entre o solvente e o não-solvente por processos difusivos (solvente deixando a solução polimérica, difundindo no sentido do banho de coagulação, e parte da água deixando o banho de coagulação e penetrando na solução polimérica) (Mulder, 1996).

Dependendo do tipo e da proporção do solvente/não solvente essa técnica permite uma grande flexibilidade na morfologia das membranas. Por ser uma técnica relativamente simples, mais de 80% das membranas produzidas no mercado são preparadas por essa técnica.

A Figura 4 apresenta o esquema da saída de uma extrusora para a produção de membranas na forma de fibra oca. A extrusora possui dois orifícios circulares concêntricos por onde escoam a solução polimérica e um líquido que visa evitar o colapso da solução. Este último é denominado líquido interno e, em muitas situações, também atua como um banho de precipitação.

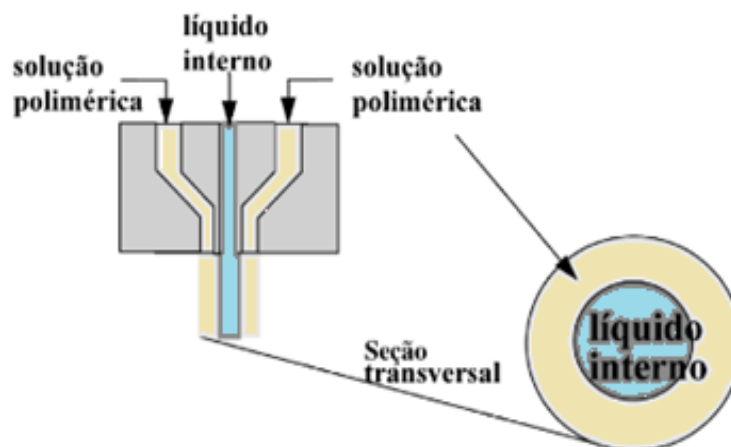


Figura 4 - Escoamento da solução polimérica e do líquido interno através dos orifícios da extrusora para produção de fibras ocas (Adaptado de Habert *et al.*, 2006).

No equipamento para a fabricação da fibra oca, a extrusora é posicionada acima do banho de precipitação, e duas bombas promovem o escoamento da solução polimérica e do líquido interno através da extrusora em direção ao banho. Durante o tempo de escoamento da solução no trajeto entre a extrusora e o banho pode ocorrer evaporação parcial do solvente, ou mesmo a absorção de vapores de não solvente, o que pode iniciar o processo de separação de fases e determinar a morfologia da membrana.

Além das variáveis termodinâmicas e cinéticas que afetam a precipitação da solução polimérica, variáveis mecânicas, tais como a tensão de cisalhamento durante a passagem da solução polimérica pelo orifício de extrusão e tensão axial de estiramento, também podem influenciar a morfologia final das membranas.

2.1.4 Aplicações das membranas

As membranas estão sendo largamente utilizadas em diferentes aplicações, principalmente, como um processo alternativo aos processos de separação

convencionais, tais como a destilação, a centrifugação e a evaporação. Esse crescimento se dá devido às vantagens apresentadas por essa técnica.

Entre os diversos setores de aplicações podemos citar as áreas de alimentos e bebidas, ambiental e farmacêutica. No que se refere a alimentos e bebidas, podem ser exemplificados: a clarificação de suco e cerveja, concentração de suco, esterilização do leite e soro de leite, separação e fracionamento de leite, desidratação de produtos e purificação de água potável. Quanto ao meio ambiente: redução de (demanda química de oxigênio) DQO e (demanda bioquímica de oxigênio) DBO, separação óleo/água, recuperação de pesticidas, retenção de microorganismos, retenção de metais pesados e substâncias radioativas e reciclagem de águas residuais e dessalinização. Na área farmacêutica, em vacinas, antibióticos e cultura de células (Silva, 2015).

Uma vez que os atuais recursos hídricos não são mais suficientes para atender às necessidades das gerações futuras, uma das soluções para minimizar este problema é a reutilização da água, o que exige a adoção de tecnologias avançadas como a tecnologia de separação com membrana. Esse mercado está testemunhando uma era de crescimento rápido devido à investigação e ao desenvolvimento contínuo na academia e da indústria privada (Fiori *et al.*, 2006).

O setor industrial além de responsável por grande desperdício de água é sujeito ativo da poluição ambiental. A visão de alguns grandes empreendedores está voltada para os lucros empresariais mesmo que para isso seus efluentes utilizados como descartes sejam lançados em corpos receptores sem tratamento prévio adequado causando sérios danos ao meio ambiente (Silva, 2015; Carvalho, 2016).

Neta *et al.* (2005) investigaram alternativas operacionais na microfiltração de cerveja maturada. Um sistema de microfiltração com escoamento tangencial foi utilizado para estudar a influência de parâmetros operacionais, utilizando módulos de fibras ocas para o processamento de cerveja maturada do tipo pilsen. As fibras apresentam características hidrofílicas e tamanho médio de poro de 0.4 μm . Excelentes resultados foram obtidos para a cerveja microfiltrada apresentando reduções de cor e turbidez em torno de 25% e 98%, respectivamente, além da mínima presença de microorganismos, adequando-se aos padrões da EBC (*European Brewery Convention*).

2.2 Membranas cerâmicas

As membranas cerâmicas comercializadas atualmente são feitas principalmente com alumina, zircônia, dióxido de titânio, mulita, sílica, e não são adequadas para aplicações em grande escala, devido às matérias-primas caras e queima em temperaturas relativamente altas (Weir *et al.*, 2001). No entanto, os materiais cerâmicos e os processos envolvidos na obtenção de membranas ainda dificultam a competitividade destes produtos, fazendo com que os pesquisadores busquem materiais alternativos, tentando melhorar as propriedades e minimizando os custos apresentados por esses materiais (Stamatialis *et al.*, 2008; Chaves *et al.*, 2013; Silva e Lira, 2006).

Zawrah *et al.*, (2014) afirmaram que as membranas cerâmicas porosas de várias composições estão sendo cada vez mais utilizadas em muitas aplicações industriais e que nos últimos anos, vem ganhando espaço na substituição das membranas convencionais poliméricas. Almandoz *et al.* (2015) relatam que o interesse em separação pela utilização de membranas inorgânicas aumentou rapidamente durante as duas últimas décadas devido à sua potencial aplicação em uma ampla gama de atividades industriais.

As membranas cerâmicas podem ser facilmente aplicadas na separação de líquido e gases a altas temperaturas, até 600°C, suportam condições mais severas de operação e resistência a maiores pressões (Salehi *et al.*, 2014). Podem ser utilizadas em ambientes com larga faixa de pH, bem como na presença solventes orgânicos. Por serem imunes ao ataque biológico, minimizam a possibilidade de que microrganismos fiquem incrustados e se multipliquem na superfície da membrana durante o processo de separação (Santos *et al.*, 1996).

Apesar da fragilidade característica dos materiais cerâmicos, se forem manuseadas corretamente, prevenindo o impacto direto sobre elas, as membranas cerâmicas apresentam maior vida útil que as membranas poliméricas (Santos *et al.*, 1995).

Membranas cerâmicas podem ser facilmente limpas por processos químicos agressivos, utilizando-se calor e vapor, o que permite a limpeza em serviço sob condições de fluxo pulsado reverso. Além disso, em diversos casos, obstruem-se mais lentamente do que as membranas poliméricas. A permeabilidade e a

seletividade de membranas cerâmicas podem ser escolhidas em uma larga faixa pelo controle do processamento cerâmico (Fortulan *et al.*, 2006).

Entretanto, as membranas cerâmicas apresentam desvantagens, como por exemplo, a diferença de expansão térmica entre a membrana cerâmica e o módulo de encapsulamento, que pode causar problemas de vedação. São muito mais caras em comparação com as membranas produzidas a partir de materiais orgânicos, e também são frágeis. Portanto, deve ser dada atenção para a escolha adequada entre a membrana cerâmica e o invólucro a ser utilizado (Mueller e Witte, 2007).

2.3 Carbeto de silício

O carbeto de silício (SiC) se destaca entre os materiais cerâmicos, ele é considerado o mais importante entre os carbetos. Este material possui um alto potencial para produção de cerâmica avançada (Hozer *et al.*, 1995).

Sua unidade estrutural (Figura 5) é um tetraedro formado por ligações covalente primária, quer SiC_4 ou CSi_4 . As quatro ligações dirigidas para os vizinhos têm um caráter quase puramente covalente (aproximadamente 88%) e 12% iônicas, sendo a distância entre os átomos de C e Si na faixa de 1,89 Å. (Izhevskiy *et al.*, 2000).

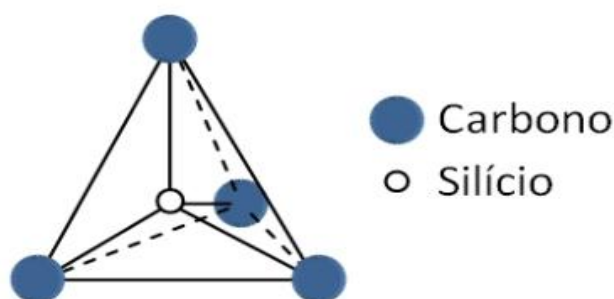


Figura 5 - Tetraedro primário do carbeto de silício (Sbq, 2016).

A estrutura tetraédrica do SiC apresenta várias formas polimórficas distintas. Há duas fases cristalinas do SiC bem definidas, o β -SiC (obtida em temperaturas na faixa de 1500 – 2000 °C) e o α -SiC (obtida em temperaturas mais altas, 2000 – 2600 °C). O polimorfo de forma cúbica (C), fase β -SiC é a forma menos estável, ela se caracteriza termicamente como metaestável. A transformação cristalográfica de β para α ocorre em temperaturas na ordem de 2000 °C, onde é formada a fase α -SiC,

que é mais estável termicamente. A fase α -SiC possui uma estrutura espacial romboédrica (R) ou hexagonal (H). (Shaffer, 1991; Izhevskiy *et al.*, 2000). A Tabela 3 apresenta algumas das características das duas fases cristalinas do SiC.

Tabela 3 - Características das fases cristalinas do SiC: α -SiC e β -SiC.

α -SiC	β -SiC
Constitui a fase mais estável	Constitui a fase menos estável
Apresenta estrutura cristalina hexagonal ou romboédrica	Apresenta estrutura cristalina cúbica
Ocorre em temperaturas superiores a 2000 °C	Ocorre em temperaturas inferiores a 2000 °C
Geralmente ocorre da redução carbotérmica da sílica	Geralmente ocorre da conversão química de polímeros

Fonte: Silva (2008).

O carbetto de silício apresenta várias propriedades importantes, dentre estas, pode-se citar (Izhevskiy *et al.*, 2000):

- Baixa densidade;
- Alta resistência mecânica, principalmente quando aplicadas a temperaturas superiores a 1100°C;
- Alta dureza (o SiC possui uma dureza inferior somente em relação ao diamante, carbetto de boro e nitreto de boro);
- Alta resistência térmica e ao choque térmico;
- Alta resistência à abrasão, oxidação e corrosão.

A excelente estabilidade mecânica e química do carbetto de silício resulta na sua utilização em materiais leves e estruturais, para aplicações em alta temperatura e também nas situações em que o material precisa resistir a condições severas, tais como: filtros de partículas (Thomé *et al.*, 2012), suportes para catalisadores (Díaz *et al.*, 2014), sensores que sejam utilizados com pHs extremos (Rosso *et al.*, 2008), meios para queimadores de gás (Bondioli *et al.*, 2008).

2.4 Revisão Específica

As potenciais aplicações de membranas cerâmicas para o tratamento de água incluem a produção de água potável e no tratamento de águas residuais municipais e industriais. A implementação bem sucedida desse tipo de membrana nesses setores foi atingida a longo prazo, mas o alto custo de capital de membranas cerâmicas continua a ser o principal impedimento para o tratamento de águas em grande escala, embora já seja possível a obtenção destas com custo mais baixo. Com isto estudos nesta área são crescentes e importantes para o desenvolvimento das membranas cerâmicas (Lee *et al.* 2015; Chaves *et al.*, 2013; Silva, 2015).

Hofs *et al.* (2011) investigaram o desempenho de quatro membranas cerâmicas (TiO_2 , ZrO_2 , Al_2O_3 e SiC) e uma membrana polimérica (polietersulfona-polivinilpirolidona (PES-PVP)). O desempenho e incrustações das membranas por água superficial são comparados sob o mesmo procedimento de fluxo e de lavagem. As membranas cerâmicas são normalmente operadas com um fluxo mais elevado do que as membranas poliméricas. A membrana de TiO_2 e especialmente a membrana de SiC mostraram um baixo aumento de TMP (*trans membrane pressure*) devido à baixa incrustação reversível e irreversível, em comparação com as membranas de Al_2O_3 , ZrO_2 e poliméricas. Parece haver uma relação entre a dimensão do poro das membranas e o aumento do TMP devido a incrustações reversíveis e irreversíveis. As membranas com maior tamanho de poro mostraram o menor aumento de TMP devido a incrustações. A membrana de SiC , que tem menor ponto isoelétrico, maior hidrofiliçidade e maior tamanho de poro, tem um aumento de TMP devido à irreversibilidade da sujidade de apenas $(2 \pm 8) \times 10^{-6} \text{ bar m}^2 \text{ L}^{-1}$. Diversas empresas alegaram que as pequenas incrustações afetam o comportamento e as condições de separação óleo/água.

Luiten *et al.* (2011) estudaram um método versátil para a preparação de fibras ocas inorgânicas com pequenas dimensões radiais ajustáveis, e diâmetro externo de até $\sim 250 \mu\text{m}$. A abordagem permitiu a fabricação de fibras ocas com vários materiais: alumina, níquel, carbetto de silício, aço inoxidável e zircônia estabilizada com ítria. O método de preparação foi baseado na fiação seco-úmido de um polímero carregado de partículas, seguido de tratamento térmico. Os pesquisadores utilizaram polietersulfona (PES, Ultrason, 6020P, BASF, Alemanha)

como polímero; N-metilpirrolidona (NMP, 99,5% em peso, Aldrich, Holanda) como solvente; água deionizada como não solvente e polivinilpirrolidona (PVP K95, Aldrich, The Holanda) como potenciador da viscosidade. Neste estudo, foi demonstrado que a técnica utilizada não é limitada para partículas de aço inoxidável, mas, permite um custo e um método de fabricação eficaz para outras fibras inorgânicas.

As membranas de carbeto de silício (SiC) têm mostrado grande potencial para aplicações em tratamento de água. De Wit *et al.* (2015) avaliaram o efeito do tratamento térmico sobre a estrutura e as propriedades das fibras de carbeto de silício. As membranas cerâmicas porosas com diâmetro externo de 1,8 mm foram preparadas com sucesso por fiação a seco-úmida, seguida de um tratamento térmico com várias temperaturas. Embora a sinterização a 1500 °C, em nitrogênio ou argônio, tenha produzido fibras estáveis, o resíduo de carbono do polímero bloqueou os poros da fibra, resultando em baixos fluxos de água. Os tratamentos térmicos resultaram em fibras relativamente fortes, porém, os pesquisadores concluem que um tratamento com alta temperatura (acima de 1500°C) é necessário para sinterizar membranas de fibras ocas de carbeto de silício altamente permeáveis e mecanicamente robustas. Com tamanhos de poro na ordem de microns, as membranas são diretamente aplicáveis em processos de microfiltração, ou podem ser usadas como um substrato para UF ou membrana para separação de gás.

Paiman *et al.* (2015) descreve a preparação de membranas de fibras ocas de zircônia estabilizada com ítria (YSZ) usando o processo de inversão de fase e de interação. O estudo forneceu informações genéricas dos efeitos da preparação sobre a morfologia e propriedades mecânicas das membranas de fibra oca. Este processo foi feito via extrusão para um banho de coagulação através de air “gap” variável (15, 20 e 30 cm), seguido do processo de sinterização a elevadas temperaturas variando desde 1250 °C até 1400 °C. Através do MEV as membranas de YSZ consistem em estruturas e regiões semelhantes a esponjas (*fingers*). A alteração da morfologia da membrana cerâmica foi devido à variação na distância do air “gap” utilizada durante o processo de fiação. O comprimento das estruturas de dedos (*fingers*) originárias da superfície interna aumentou devido a um aumento no período de contato entre o banho coagulante e a fibra tal como fiada. O aumento da temperatura de sinterização, além da redução da resistência mecânica, provocou um

aumento da porosidade aparente. A temperatura ótima do processo de sinterização foi de 1300 °C. Os resultados mostraram que a força mecânica foi reduzida significativamente a partir de 275 MPa para 190 MPa, com o aumento do air “gap” entre 15 cm e 30 cm. Os resultados preliminares mostraram que as membranas de fibras cerâmicas fabricadas têm um fluxo de água de 118,4 L/m² h.

Para Abdullah *et al.* (2016) a utilização de membranas cerâmicas na separação de líquidos continua a ser de interesse, uma vez que a sua utilização oferece uma série de vantagens em comparação com as poliméricas. Embora um material cerâmico seja de natureza frágil, ele ainda pode ser moldado em módulos de membrana usando a técnica de inversão de fase. A forma mais promissora da membrana cerâmica a ser formada usando esta técnica é a configuração da fibra oca. A membrana cerâmica de fibra oca de alumina foi caracterizada em termos de sua viscosidade, morfologia estrutural e resistência mecânica usando um microscópio eletrônico de varredura (MEV). Os resultados mostraram que as estruturas em forma de dedos (*fingers*) em membranas de fibras ocas de alumina foram formadas. Todas as amostras tinham uma estrutura semelhante a um sanduíche, com estruturas de dedos originando a partir da superfície interior e exterior da membrana. Variações na sua morfologia resultaram em efeitos significativos nas propriedades mecânicas e na permeabilidade das membranas cerâmicas de fibras ocas. A variação do air “gap” também deu efeitos significativos na morfologia da membrana. O aumento do air “gap” reduz a intrusão do coagulante a partir da superfície exterior devido a um aumento da viscosidade local nos filmes de suspensão, o que leva a uma região semelhante a uma esponja mais escura.

A resistência mecânica de fibras ocas inorgânicas porosas é um fator crítico que limita sua grande escala de aplicação. O conhecimento detalhado dessa propriedade é necessário para uma comparação aceitável entre diferentes fibras, e de suma importância para a quantificação do comportamento da falha das fibras. De Wit *et al.* (2017) estudaram vários métodos, incluindo flexão de 3 pontos, flexão de 4 pontos e compressão diametral para a quantificação da resistência mecânica das fibras ocas de alumina. Os números de resistência obtidos por compressão diametral são inferiores em comparação com os números de teste de flexão. No entanto, para permitir uma comparação direta é altamente recomendável manter os tamanhos de span e as geometrias mencionadas dentro dos padrões, como a norma

ASTM: C1684-08 aborda. O método de medição utilizado, o tamanho do span e o tamanho do conjunto de relatado, combinado com a força média e o desvio padrão, somente quando esses valores forem relatados, uma comparação entre os tipos de fibras podem ser feitas.

Por meio da revisão bibliográfica pode-se verificar a utilização de diferentes materiais cerâmicos para preparação das membranas de fibra oca, diferentes solventes e diversos parâmetros na metodologia da obtenção destas membranas. No entanto, um estudo morfológico e criterioso para a obtenção das membranas com carbeto de silício tem sido pouco explorado. Tal conhecimento é bastante importante para compreender as propriedades das membranas de fibra oca, com intuito de melhorar a resistência e controle do tamanho de poros obtidos para avaliar a eficiência destas fibras em escala de bancada.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

As matérias-primas utilizadas no desenvolvimento deste trabalho foram:

- Carbetto de silício (SiC), com tamanho médio de partícula 0,4-0,6 μm e 96,0 % pureza, adquirido pela Treibacher Schleifmittel Brasil;
- Alumina calcinada (Al_2O_3), com tamanho médio de partículas de 5 μm , fornecida pela Treibacher Schleifmittel Brasil;
- Polietersulfona (PES) com nome comercial Veradel® 3000P, adquirida pela Solvay; na forma de pó de coloração branca. A ficha técnica segue no anexo A.
- 1-Metil-2-Pirrolidona (NMP), solvente com 99,92% de pureza da Sigma Aldrich, fornecido pela Neon Comercial; com boletim técnico no anexo B.
- Polivinilpirrolidona (PVP), $(\text{C}_6\text{H}_9\text{NO})_n$, produzido pela Labsynth Produtos para Laboratório Ltda. Sua ficha técnica segue no anexo C.

3.2 Metodologia

3.2.1 Preparação da dispersão

A polietersulfona foi seca em estufa a 80 °C por 24 horas para eliminação de água adsorvida. Para o preparo da solução a polietersulfona e o solvente 1-metil-2-pirrolidona foram agitados em agitador mecânico por 1 hora com velocidade de 1000 rpm, em seguida foram adicionados o carbetto de silício, a alumina e o polivinilpirrolidona. A dispersão permaneceu por mais 30 minutos com a mesma velocidade. Foram testadas diversas formulações com base em trabalhos encontrados na literatura, a formulação final escolhida está descrita na Tabela 4.

Depois do preparo da dispersão, a mesma ficou em repouso por um período de 24 horas, para que eliminar as bolhas.

Tabela 4 - Formulação para o preparo das soluções.

Composição da Dispersão	Massa (g)
SiC	239,85
PES	53,3
NMP	200
Al ₂ O ₃	26,65
PVP	13,3

3.2.2 Preparação das membranas

A Figura 6 ilustra a representação esquemática do sistema (*dry-wet spinning*) que foi utilizado para a produção das membranas cerâmicas do tipo fibra oca.

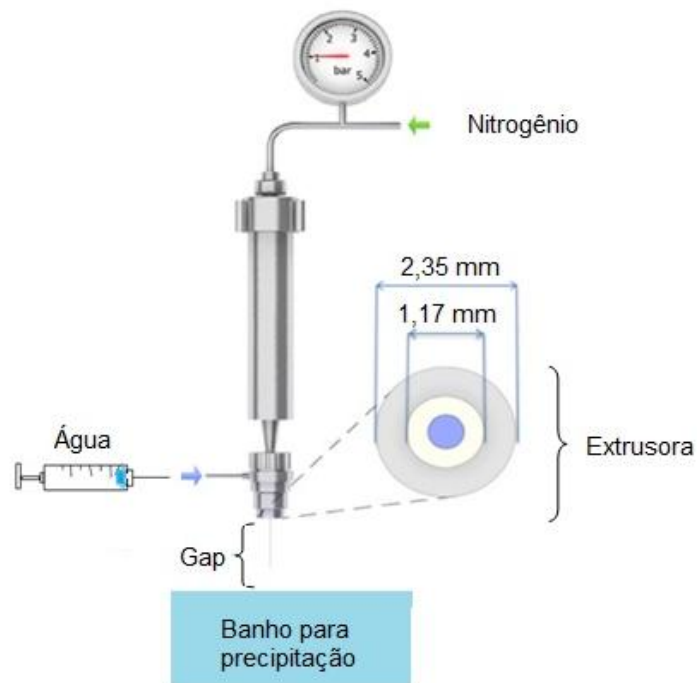


Figura 6 - Sistema *dry-wet spinning* (Adaptado de Luiten *et al.*, 2011).

Após 24 horas a dispersão foi colocada na extrusora e por meio da técnica de precipitação por imersão em água foram formadas as membranas, com as seguintes condições de processamento (Tabela 5).

Tabela 5 - Condições de processamento para a preparação das membranas.

Condição	Valor
Líquido interno	H ₂ O
Banho para precipitação	H ₂ O
Pressão	5 bar
“Gap”	5, 15 e 30 cm
Temperatura da solução	25,5 °C
Vazão do líquido interno	150 mL/h
Vazão da solução	150 mL/h
Viscosidade da solução	53.861 mPa.s
Diâmetros da extrusora	DE=2,35mm; DI= 1,17mm

DE: Diâmetro externo

DI: Diâmetro interno

3.2.3 Sinterização das membranas

As membranas foram sinterizadas em forno elétrico convencional com temperatura máxima de queima de 1500 °C. A Figura 7 ilustra a curva de queima que foi utilizada. Após o tratamento térmico, as fibras foram cortadas no comprimento desejado para a montagem dos módulos.

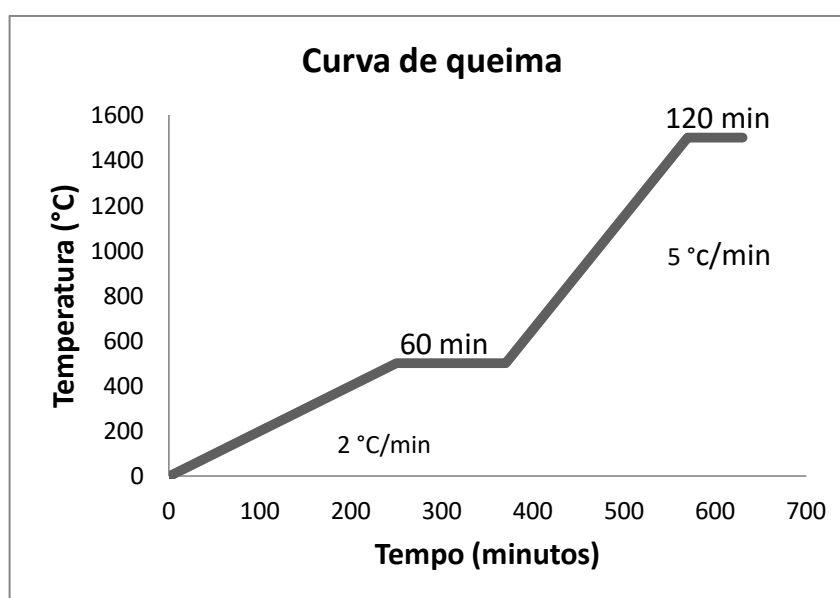


Figura 7 - Curva de queima para a sinterização das membranas.

3.2.4 Caracterização das amostras

3.2.4.1 Análise química por fluorescência de raios-X

A análise química foi realizada, nas matérias primas cerâmica utilizadas na formulação para a preparação das membranas, através da espectroscopia de energia dispersiva de raios X, no equipamento EDX 700 da marca Shimadzu localizado no Laboratório de Caracterização de Materiais da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (LCM/UAEMa/UFCG).

3.2.4.2 Análise termogravimétrica

As análises termogravimétricas foram realizadas em um analisador térmico, modelo RB – 3000 – 20, com taxa de aquecimento de 10 °C/min, em atmosfera de nitrogênio, usando um cadinho de alumina e faixa de temperatura da ambiente (25 °C) até a temperatura máxima de 1000 °C, e 5 mg de cada amostra. O ensaio foi realizado, nas matérias primas cerâmica e nas membranas antes de serem sinterizadas, no Laboratório de Caracterização de Materiais da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (LCM/UAEMa/UFCG).

3.2.4.3 Espectroscopia do infravermelho com transformada de Fourier

Os espectros de FTIR foram realizados para as membranas usando o Espectrômetro de Reflexão Atenuada Total (ATR-FTIR) Spectrum 400 da Perkin Elmer FTIR/FT-NIR Spectrometer, com varredura de 4000 a 650 cm⁻¹, pertencente ao Laboratório de Avaliação e Desenvolvimento de Biomateriais – da Universidade Federal de Campina Grande (CERTBIO/UAEMa/UFCG).

3.2.4.4 Difração de raios X

A análise foi feita no carbetto de silício e nas membranas obtidas. O equipamento utilizado foi um difratômetro de raios-X modelo XRD-6000 da Shimadzu com radiação $k\alpha$ do cobre e varredura de 5 a 80°, localizado no Laboratório de Caracterização de Materiais da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (LCM/UAEMa/UFCG).

3.2.4.5 Distribuição granulométrica

Para realização dessa análise foi utilizado um analisador de tamanho de partículas por difração a laser (granulômetro) da Mastersizer marca Malvern instrumentns, modelo 2000. Neste método é combinada a relação proporcional entre a difração do laser e a concentração e tamanho de partículas. Esse ensaio foi feito no carbetto de silício e realizado no Laboratório de Caracterização de Materiais da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (LCM/UAEMa/UFCG).

3.2.4.6 Ângulo de contato

A análise do ângulo de contato das membranas foi realizada pelo método da gota séssil, através de um ângulo de contato portátil, modelo Phoenix-i da Surface Elettro Optics – SEO. A gota (Figura 8) foi formada manualmente por meio de um dosador micrométrico, a imagem da gota é captada pela câmera embutida no equipamento, onde posteriormente foi analisada no software. Esta análise foi feita a partir da membrana plana, antes da sinterização e de uma pastilha da fibra oca depois de sinterizada, tendo em vista que não é possível a realização deste ensaio com a membrana de fibra oca.

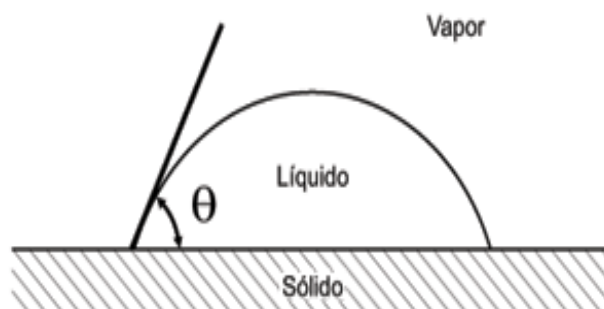


Figura 8 - Representação esquemática do ângulo de contato (Wolf *et al.*, 2006).

O ângulo de contato é definido como o ângulo formado entre a interface sólido/ líquido. Valores baixos de θ indicam que o líquido espalha, ou molha, e os altos valores indicam pouca molhabilidade.

3.2.4.7 Microscopia óptica

A análise de microscopia óptica foi realizada no equipamento LEICA M750 com câmara CCD e lentes da LEICA embutidos, disponível no Laboratório de Caracterização de Materiais da LCM/UAEMA/UFCG. O MO foi utilizado para obter imagens reais com luz polarizada das emulsões oleosas preparadas inicialmente com 200 ppm.

3.2.4.8 Microscopia eletrônica de varredura

Para essa análise foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura da Tescan, modelo VEGA3 instalado no laboratório da Unidade Acadêmica de Engenharia de Mecânica da Universidade Federal de Campina Grande (UEM/UFCG). Para as membranas do tipo fibra oca antes e após sinterização, foram realizadas fotomicrografias da seção transversal (ST), do detalhe da seção transversal próximo à superfície externa (STE) e interna (STI).

3.2.4.9 Porosidade

A porosidade das membranas de fibra ocas, antes e após sinterização, foram obtidas pela Equação 1 (Yuxin *et al.*, 2011):

$$P(\%) = \frac{W_w - W_d}{\rho \times A \times L} \times 100 \quad (1)$$

Onde:

W_w - massa da membrana molhada;

W_d - massa da membrana seca, em grama;

ρ - densidade do líquido utilizado;

A - área;

L - espessura da amostra.

3.2.5 Fluxo com água destilada

O ensaio de fluxo aquoso foi realizado para as membranas de fibra oca. A análise de fluxo permeado foi realizada com água destilada a 25 °C, em um sistema de laboratório de fluxo com escoamento tangencial, utilizando pressões de 0,5, 1,0 e 1,5 bar com intervalo de coleta do fluxo de 3 minutos. O ensaio foi realizado na mesma membrana, após a estabilização da primeira pressão.

No sistema para coletar o fluxo permeado (Figura 9) foi utilizado um reservatório para a água, uma bomba centrífuga e um manômetro, para medir a pressão do fluxo de água no sistema.

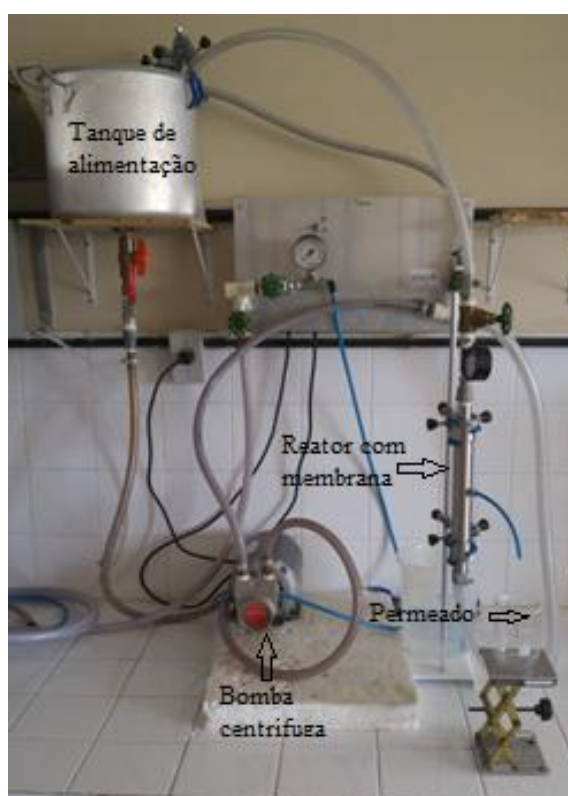


Figura 9 - Sistema de filtração para coleta do permeado.

A Figura 10 ilustra a foto do módulo com duas membranas em seu interior, onde a corrente de alimentação com concentração do soluto C_F é alimentada em escoamento tangencial ao longo da membrana e divide-se em duas correntes, o concentrado ou retido C_R e o permeado C_P .

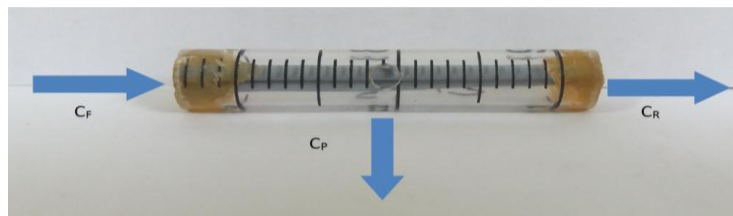


Figura 10 - Módulo da membrana com a corrente de alimentação em escoamento tangencial.

O cálculo do fluxo volumétrico (J) coletado para todas as membranas foi determinado por meio da Equação 2:

$$J = \frac{\text{Volumedo permeado}(L)}{\text{Áreada membrana}(m^2) \times \text{Tempo}(h)} \quad (2)$$

3.2.6 Permeabilidade

A permeabilidade é um parâmetro tipicamente utilizado para indicar a capacidade da membrana para processos de permeação. A permeabilidade é calculada a partir da linearidade de um gráfico plotado dado pelo fluxo permeado pela membrana em função da pressão. A Equação 3 apresenta como pode ser encontrada a constante de permeabilidade da membrana.

$$J = P \times \Delta P \quad (3)$$

Onde:

J – fluxo;

P – coeficiente de permeabilidade;

ΔP – diferença de pressão.

3.2.7 Fluxo com emulsão de água-óleo

A metodologia utilizada para coleta do permeado da emulsão com água-óleo foi a mesma utilizada para o permeado da água destilada pela membrana. Os testes de separação foram realizados usando um óleo bruto, da região de Mossoró. Foram preparadas emulsões de óleo em água, com concentração de 200 ppm, em um

agitador Modelo ULTRA TURRAX T18 basic da IKA Works INC., com um velocidade de agitação constante de 15.000 rpm, durante um período de 30 minutos.

3.2.8 Rendimento das membranas na separação de emulsão de água/óleo

Uma vez concluída a etapa de coleta, as concentrações de óleo presente nas amostras dos permeados foram medidas, utilizando equipamento espectrofotômetro (UV-Vis), da marca Biochrom Libra S50.

Para medida da concentração de óleo no permeado coletado foi utilizado à metodologia desenvolvida pelo CENPES-Petrobras (MANUAL PETROBRAS, 2000). Para isso o volume coletado foi transferido para um funil de 250 mL, e aos poucos, foram adicionados 10 mL de clorofórmio no funil. Esse procedimento foi repetido até que todo o óleo fosse removido da água. No funil (Figura 11) são verificadas duas fases: inferior de clorofórmio + óleo e superior com a água da amostra coletada. A fase inferior será transferida para o balão de 50 mL, passando por funil com papel de filtro contendo em torno de 1 grama de sulfato de sódio (para evitar a passagem de água da interface).



Figura 11 - São verificadas as duas fases no funil: inferior de clorofórmio + óleo e superior com a água da amostra.

Uma vez concluída a etapa de extração, uma amostra do balão foi transferida para célula do espectrofotômetro para leitura em 400 nm e a concentração de óleo presente na amostra foi calculada, tomando-se por base, o valor da absorbância medida no equipamento.

A seletividade foi estimada pelo coeficiente de rejeição (R%) ou rendimento, calculado com base no quociente das concentrações de óleo no permeado (C_P) e na alimentação (C_0), expresso através da Equação 4:

$$R(\%) = \left[\frac{C_0 - C_P}{C_0} \right] \times 100 \quad (4)$$

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Caracterizações do carbetto de silício

4.1.1 Análise química por fluorescência de raios-X

A Tabela 6 apresenta a composição química do carbetto de silício. Verifica-se que o silício está presente em altos teores (>68%), o que pode conferir um teor elevado de SiC, se considerarmos que o silício está combinado com o carbono (pelos resultados de DRX, Figura 13, verifica-se a presença de alguns picos relativos ao SiO₂). Estes valores estão de acordo com a ficha técnica do SiC, presente no anexo D. Os teores de Al, Ca, Fe e Mn abaixo de 1% resultam de contaminação durante processo de obtenção SiC pelo método de Acheson e a moagem. A composição não apresenta carbono devido à impossibilidade de varredura do equipamento.

Tabela 6 - Composição química do carbetto de silício utilizado para a produção das membranas.

Elementos	% em peso
Silício (Si)	68,57
Alumínio (Al)	0,86
Ferro (Fe)	0,40
Cálcio (Ca)	0,63
Manganês (Mn)	0,21

4.1.2 Espectroscopia do infravermelho com transformada de Fourier

O resultado da análise de espectroscopia na região do infravermelho do carbetto de silício (Figura 12) indica um pico de absorção presente entre 749 e 800 cm⁻¹, e que foi atribuído às vibrações de estiramento das ligações Si-C (Niu *et al.*, 2014; Díaz *et al.*, 2014).

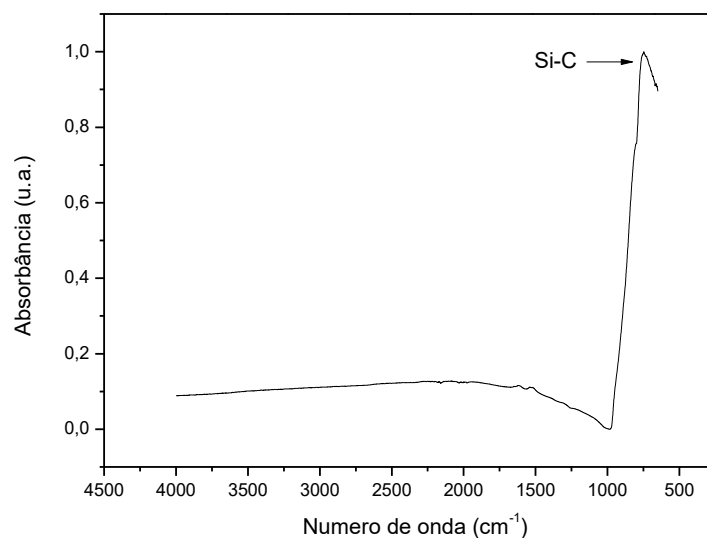


Figura 12 - FTIR do pó de carbeto de silício.

4.1.3 Difração de raios-X

A Figura 13 ilustra o resultado da difração de raios-X do SiC. O padrão de DRX apresenta picos característicos das fases carbeto de silício, alumina e quartzo identificados através da distância interplanar basal e com os seguintes ângulos de difração para o SiC: 33°, 35° e 60° (Freitas *et al.*, 2009). Este resultado está de acordo com a composição da análise química indicada pelo fornecedor do SiC. Além disso, o carbeto de silício pode ser classificado como α -SiC.

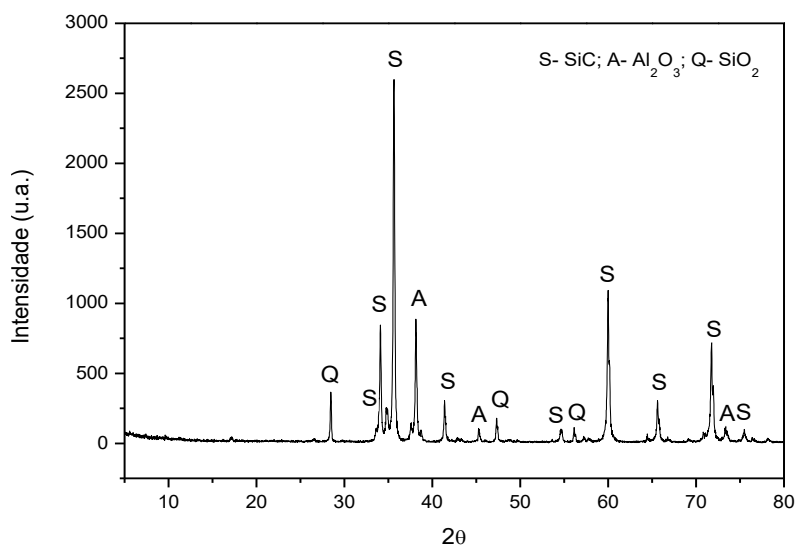


Figura 13 - Difratoograma de raios-X do carbeto de silício.

4.1.4 Distribuição granulométrica

A Figura 14 apresenta a distribuição granulométrica das partículas do pó de carbetto de silício passado na peneira de malha 200. A distribuição do tamanho de partículas é do tipo bimodal com larga faixa de distribuição e apresenta diâmetro médio das partículas em $\sim 1,38 \mu\text{m}$. A faixa de distribuição se estende de $0,04 \mu\text{m}$ até aproximadamente $5 \mu\text{m}$. E cerca de 60,63% em massa das partículas acumulada apresentam tamanhos menores que $2 \mu\text{m}$. Quanto mais estreita a distribuição apresentada pela curva para diâmetro de partículas maior homogeneidade no que se refere à distribuição, tamanho e geometria dos poros da membrana (Silva *et al.*, 2014). Além disso, 10 % das partículas com diâmetros menores do que $0,09 \mu\text{m}$, 50 % das partículas com diâmetros menores do que $0,38 \mu\text{m}$ e 90 % das partículas com diâmetros menores do que $3,18 \mu\text{m}$.

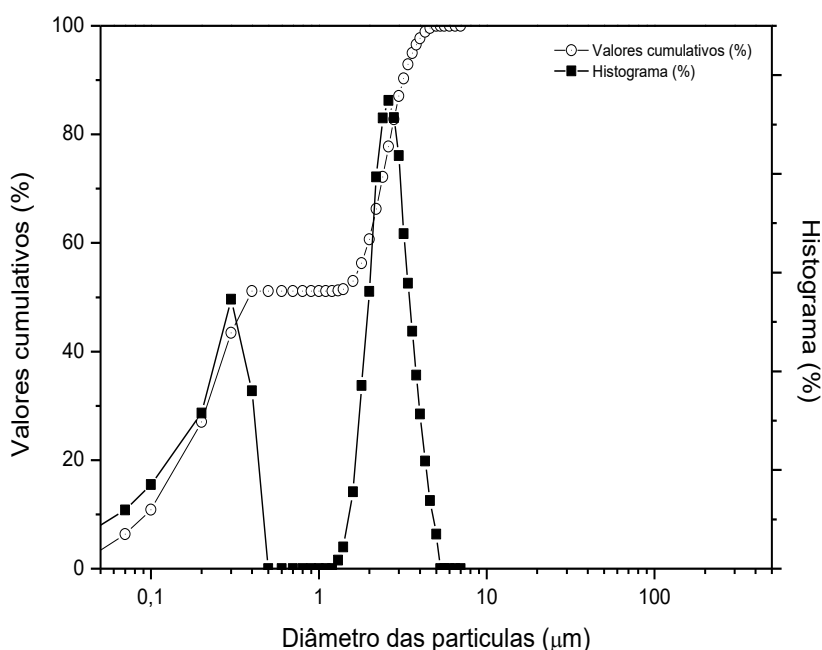


Figura 14 - Distribuição granulométrica do carbetto de silício.

4.1.5 Microscopia eletrônica de varredura

A Figura 15 mostra as imagens de MEV do carbetto de silício. É possível verificar que a amostra de SiC exibiu um formato de placas irregulares, com arestas pontiagudas e tamanho micrométrico variável. De acordo com a distribuição

granulométrica as partículas apresentaram diâmetro médio de 1,38 μm , aproximadamente.

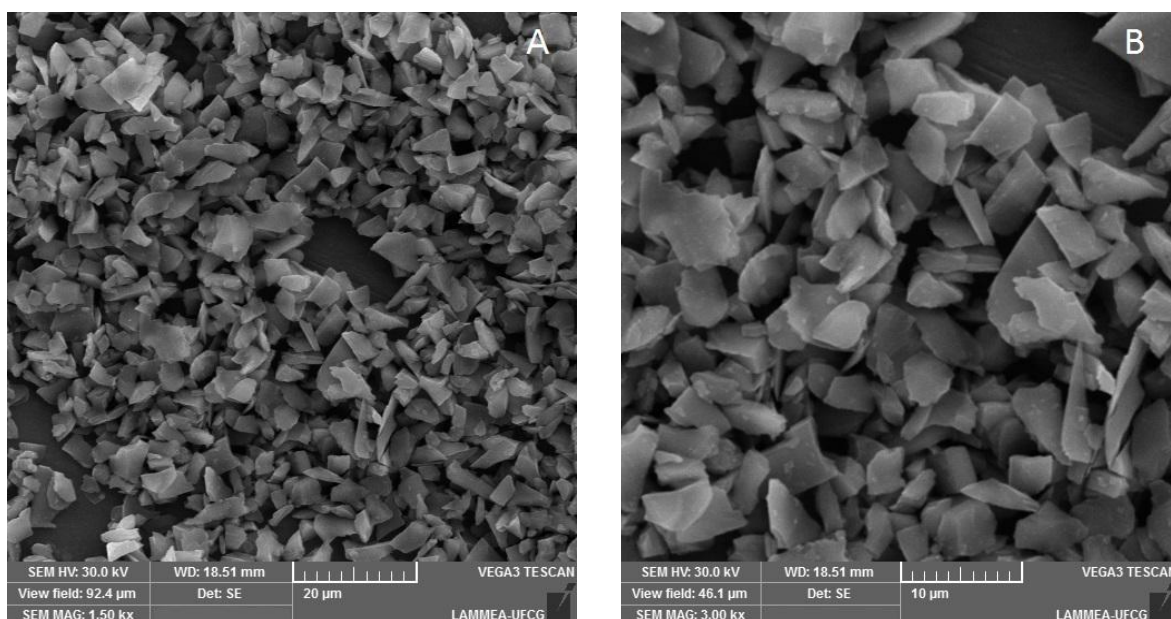


Figura 15 - Imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura do carбето de silício em diferentes aumentos (A = 1500x e B = 3000x).

4.2 Caracterizações das membranas

4.2.1 Termogravimetria

A curva de análise termogravimétrica (Figura 16) para a membrana antes da queima (fibra oca) apresenta a ocorrência de cinco etapas de decomposição: uma referente à perda de água livre entre 31 °C e 100 °C e outra entre 178 °C a 250 °C, correspondente à perda da água adsorvida, pois a PES é um material hidrofílico. A terceira etapa de perda ocorre entre 334 e 427 °C, podendo ser atribuída à decomposição de compostos orgânicos presentes na solução.

Segundo estudo realizado por Lecouvet (2013), o PES puro decompõe-se, principalmente, através de uma reação de um passo que conduz à formação de um resíduo altamente estável. Um ombro relativamente pequeno observado no intervalo de temperatura de 400-500°C e antes da fase principal de decomposição pode ser atribuído à desidroxilação da extremidade da cadeia. Sua degradação térmica está bem reportada e esta etapa de decomposição, a partir de 500°C, pode ser atribuída a várias reações de degradação envolvendo a exclusão do dióxido de enxofre, a

abstração de hidrogênio, a desidratação e as reações de reticulação entre carbonos aromáticos residuais.

Na quarta etapa entre 442 °C a 660 °C observa-se a maior perda de massa, cerca de 18%, que está relacionada a decomposição da polietersulfona. Com base nos resultados obtidos é possível confirmar a saída do polímero para a formação da membrana cerâmica porosa, contribuindo para o aumento da porosidade desta.

A última etapa é registrada na faixa de temperaturas entre 663 °C e 772 °C, onde SO₂, CO e CO₂ são os principais gases emitidos, seguido por uma menor perda de massa com liberação de metano, CO e CO₂ a 740 °C.

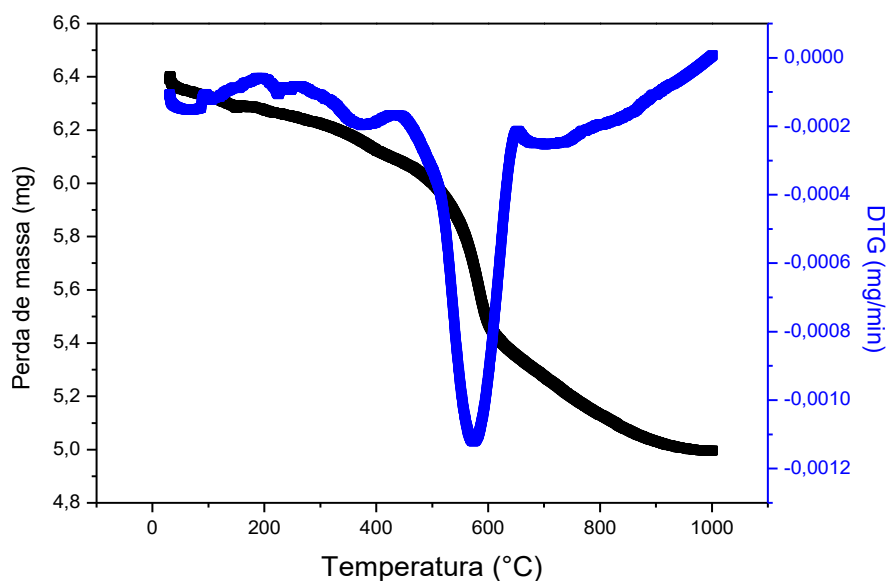


Figura 16 - Curva de termogravimetria da fibra oca de carbetto de silício antes da queima.

4.2.2 Espectroscopia do infravermelho com transformada de Fourier

Os resultados da análise de espectroscopia na região do infravermelho das fibras obtidas antes e após queima podem ser vistos nas Figuras 17 e 18.

A Figura 17 apresenta os espectros das fibras antes da queima. A absorção das bandas correspondentes à estrutura do PES são observadas em 1580 cm⁻¹ (alongamento do anel de benzeno), 1488 cm⁻¹ (alongamento da ligação C-C), 1244 cm⁻¹ (alongamento do éter aromático) e 1106 cm⁻¹ (alongamento da ligação C-O), respectivamente. Pode ser visto a banda de absorção referente ao material cerâmico em 751 cm⁻¹ (ligação Si-C) e em 1633 cm⁻¹ pertencente ao alongamento e flexão do

grupo hidroxila (OH) (Zhang *et al.*, 2013; Nóbrega *et al.*, 2016; Yu *et al.*, 2013; Niu *et al.*, 2013).

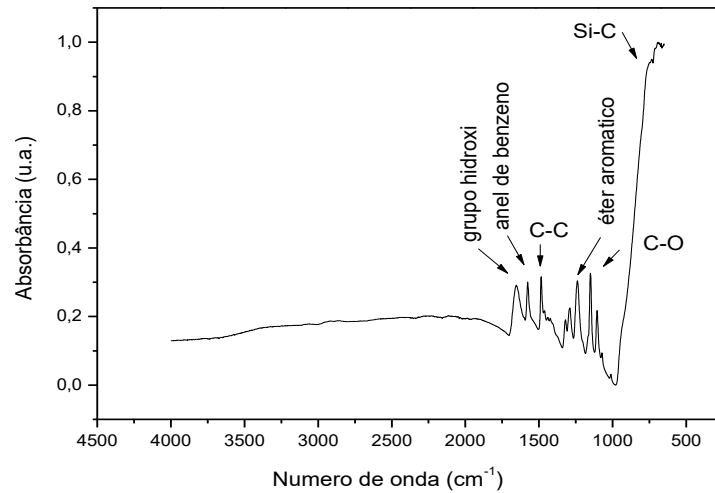


Figura 17 - FTIR das fibras oca antes da queima.

O resultado da análise de FTIR da membrana após a queima (Figura 18) indicam as bandas típicas características do carvão de silício, observadas no infravermelho que são as seguintes: cerca de 792 cm^{-1} e 826 cm^{-1} referente à ligação de Si-C, e por volta de 1091 cm^{-1} referente a ligação C-C (Díaz *et al.*, 2014).

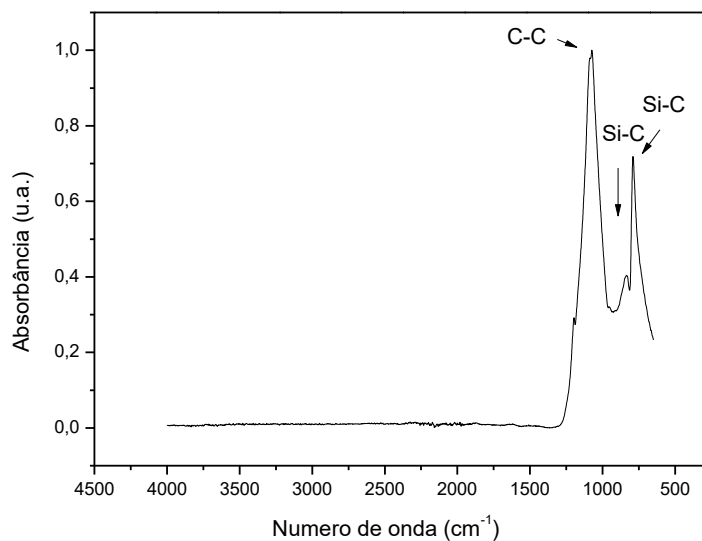


Figura 18 - FTIR da membrana de SiC após queima.

Comparando as Figuras 17 e 18, nota-se que o perfil dos espectros de infravermelho da membrana após a queima sofreu grandes alterações devido à

elevada temperatura de sinterização, que fez com que os materiais orgânicos presentes ainda nas fibras antes da queima, fossem eliminados para a formação da estrutura da membrana cerâmica (Díaz *et al.*, 2014).

4.2.3 Difração de raios-X

As Figuras 19 e 20 ilustram os resultados de difração de raios-X das membranas antes e após a sinterização.

De acordo com a curva de DRX ilustrado na Figura 19, verifica-se a presença de uma banda entre os ângulos 15° e 20° que é característico da pequena porção de fase cristalizável da matriz polimérica (PES), e que a presença do solvente não afetou a estrutura do polímero. Além disso, verifica-se a presença de picos referentes às fases de carbeto de silício, alumina e quartzo proveniente das matérias-primas cerâmicas usadas (Nóbrega *et al.*, 2016; Liang *et al.*, 2012; Rambo, 1997).

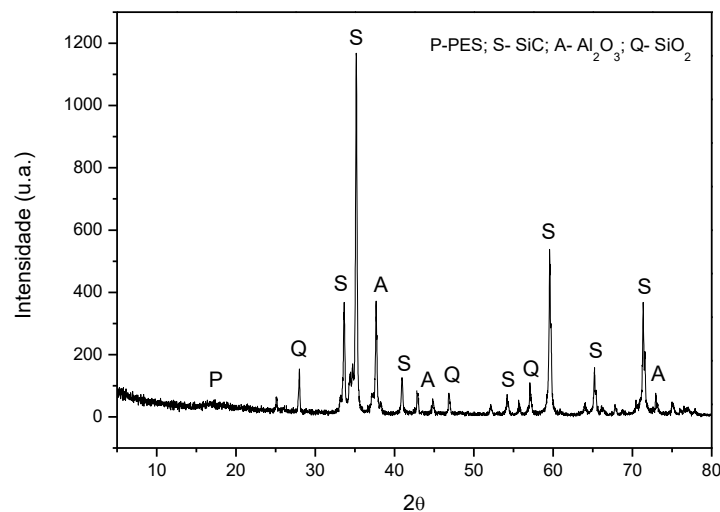


Figura 19 - Difratograma de raios-X da fibra oca antes da queima.

Na Figura 20, verifica-se a presença da fase majoritária do SiC, além das fases cristalinas da alumina e quartzo. Este resultado está em conformidade com o FTIR, onde o PES foi eliminado devido à alta temperatura de sinterização, restando uma estrutura cristalina formada basicamente pelo carbeto de silício, e com os seguintes ângulos de difração: 22° , 31° e 60° (Liang *et al.*, 2012).

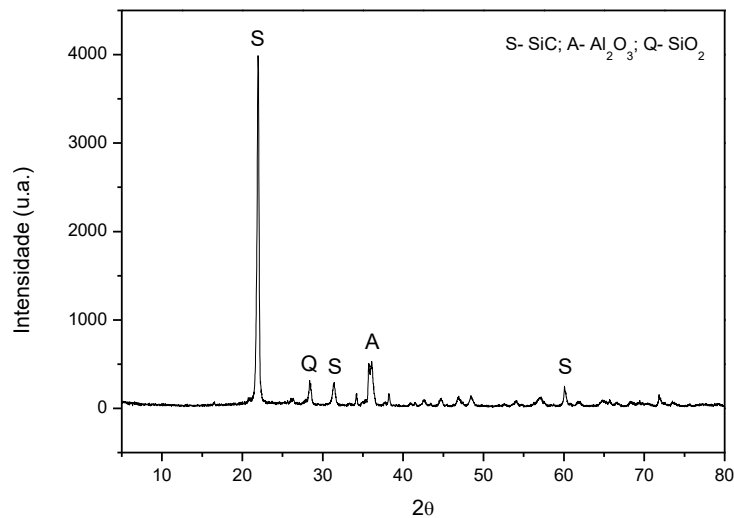


Figura 20 - Difratoograma de raios-X da fibra oca após a queima.

4.2.4 Ângulo de contato

O ângulo de contato é definido como o ângulo formado entre a interface sólido/líquido. Valores baixos de θ indicam que o líquido espalha, ou molha, e os altos valores indicam pouca molhabilidade. A Figura 21 ilustra a variação do ângulo de contato da membrana com o tempo.

O comportamento de formação do líquido e do espalhamento do mesmo sobre a superfície do sólido sofre mudanças drásticas com a variação do tempo e da temperatura. Em tempos prolongados pode-se observar a variação do formato da gota líquida principalmente devido a infiltração do líquido nos poros do substrato e/ou também pela evaporação do material, que resulta na obtenção de valores de θ distintos de uma situação em equilíbrio (Luz *et al.*, 2008). Verificou-se que após 40 segundos o ângulo formado reduziu 6° devido à absorção da membrana. Neste caso predomina na membrana, antes da sinterização, a fase contínua do PES, onde a presença de ligações éter hidrofílicos nas cadeias de PES resulta numa ligeira característica hidrofílica (Medeiros, 2016). E ainda tem a influência da presença do SiC e em menor escala de Al_2O_3 .

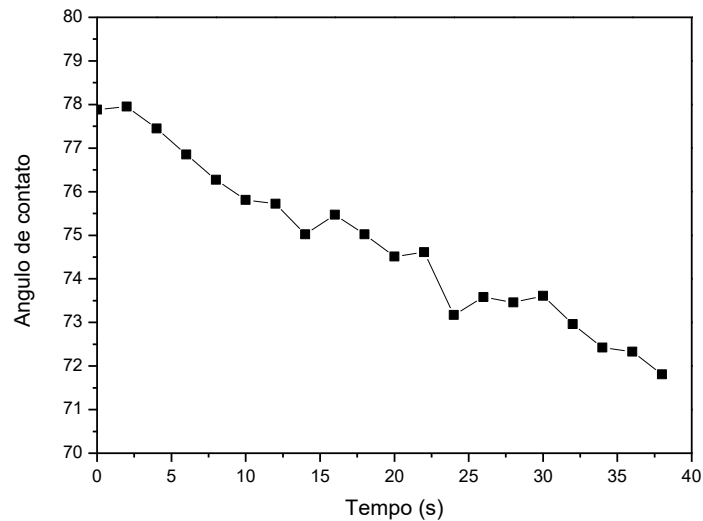


Figura 21 - Variação do ângulo de contato da fibra oca antes da queima e variando com o tempo.

Para uma melhor avaliação do comportamento da molhabilidade é necessário o uso de equipamentos que possibilitem o acompanhamento de todo o processo que se inicia com a formação do líquido, com posterior deformação da gota até a etapa em que pode ocorrer a evaporação do líquido com o passar do tempo (Luz *et al.*, 2008). Com a Figura 22 foi possível verificar que o diâmetro da gota permanece constante, mas há uma variação pequena de sua altura e do ângulo formado (θ).

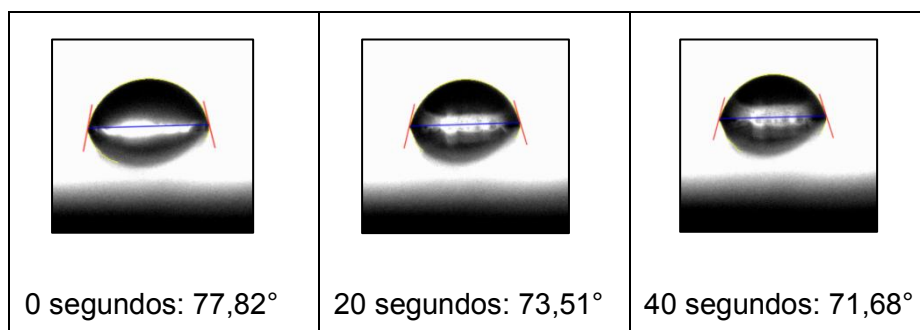


Figura 22 – Evolução do formato da gota em função do tempo a fibra antes da sinterização

A presença de poros na superfície das amostras também é um fator agravante que contribui para a variação do ângulo de contato. Após a queima, os poros superficiais contribuem para alterar o comportamento de espalhamento do líquido, aumentando assim o seu caráter hidrófilo, que poderá contribuir para uma

melhoria da permeação da água através da membrana. A diminuição do ângulo demonstra a facilidade que uma superfície tem de realizar ligações de hidrogênio. Através da Figura 23 é possível observar que o ensaio durou 26 segundos, após este tempo o equipamento não conseguiu fazer mais a leitura do ângulo da gota, que foi absorvida pela estrutura da membrana. As membranas que tem SiC e Al_2O_3 , em grande parte ou em toda a sua estrutura, apresentam um comportamento mais hidrofílico do que hidrofóbico (Delcolle, 2010).

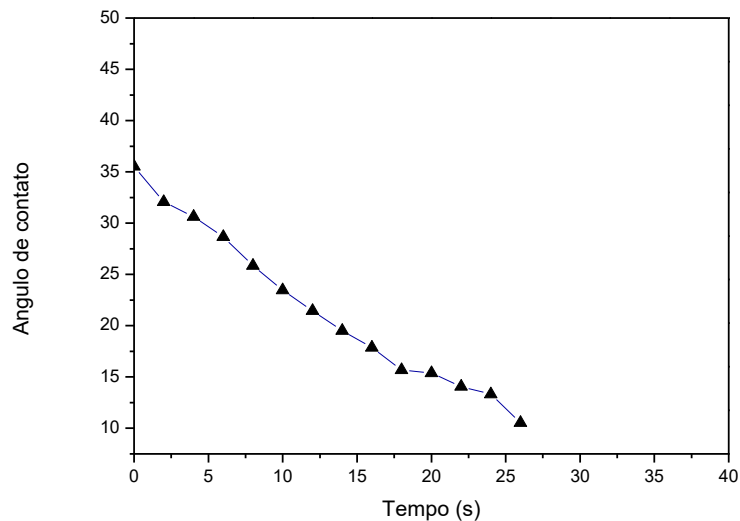


Figura 23 - Variação do ângulo de contato da fibra de SiC com o tempo.

Em relação à fibra oca (Figura 22) foi possível verificar grande evolução no formato da gota nas membranas (Figura 24) verificaram-se alterações no diâmetro da gota, na sua altura e do ângulo formado (θ). Enquanto o ensaio da fibra durou 40 segundos e não houve alteração no diâmetro da gota formada, após 26 segundos o equipamento não conseguiu fazer mais a leitura da gota formada nas membranas.

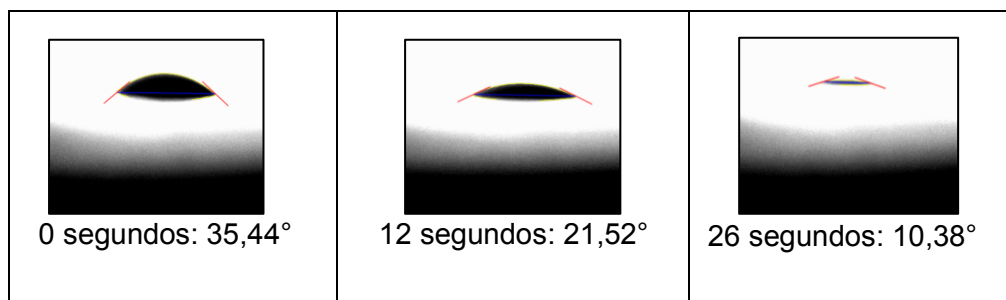


Figura 24 - Evolução do formato da gota em função do tempo a fibra após sinterização.

4.2.5 Microscopia eletrônica de varredura

As imagens obtidas por MEV foram realizadas na seção transversal das membranas antes e após sinterização, com o intuito de verificar a influência do “gap” utilizado na morfologia destas.

4.2.5.1 MEV das fibras ocas antes da sinterização

As Figuras 25, 26 e 27 apresentam as imagens da seção transversal da fibra oca, para os “gap” de 5, 15 e 30 cm. É possível observar a presença de macroporos e também a presença de “*fingers*” em todo o corpo poroso da membrana. A membrana exibe a camada externa e interna com estruturas assimétricas e uma camada densa entre a parte superior e o centro. Todas as amostras apresentaram estruturas semelhantes, na forma de dedos originados a partir da superfície interior da membrana.

Para a camada externa, onde se tem uma camada densa com uma estrutura porosa, pode-se observar uma modificação nessa estrutura com o aumento do “gap”. Resultados semelhantes também foram verificados por Abdullah *et al.* (2016), estes explicaram que a primeira alteração é a formação de uma estrutura fina, semelhante a uma esponja na superfície da membrana. Estas estruturas semelhantes a esponjas apresentam maior densidade que as do tipo “*fingers*” e pode adicionar resistência à permeabilidade à água e agir como um filtro.

Com o aumento da distância da saída da solução de fiação da extrusora até o banho de precipitação (“gap”) é possível observar uma pequena redução dos *fingers* na parte externa das membranas, já que a solução de fiação ficou exposta ao ambiente antes de imergir no banho, ocasionando um retardo na frente de precipitação a partir desta superfície externa da fibra.

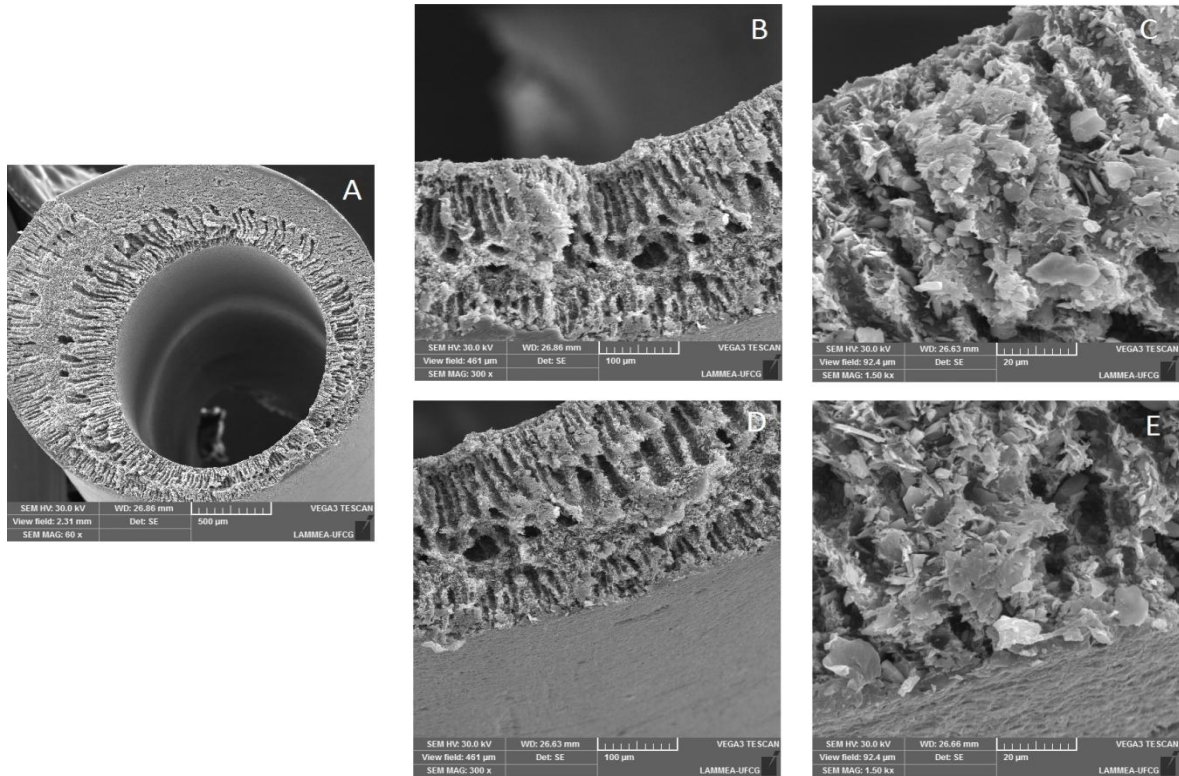


Figura 25 - Micrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura da fibra oca com “gap” de 5 cm obtidos em diferentes aumentos para a seção transversal (A = 50x), parte interna da seção transversal (B = 300X, C = 1500x), parte externa da seção transversal (D = 300X, E = 1500X).

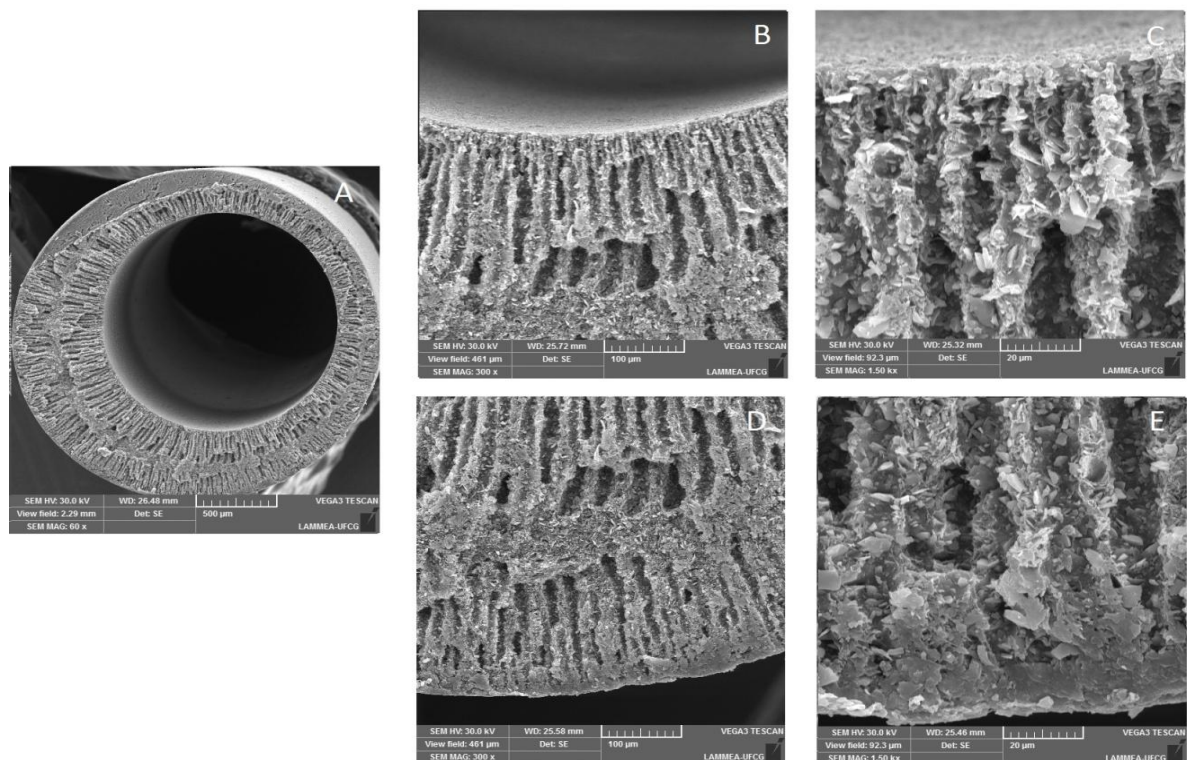


Figura 26 - Micrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura da fibra oca com “gap” de 15 cm obtidos em diferentes aumentos para a seção transversal (A = 50x), parte

interna da seção transversal (B = 300X, C = 1500x), parte externa da seção transversal (D = 300X, E = 1500X).

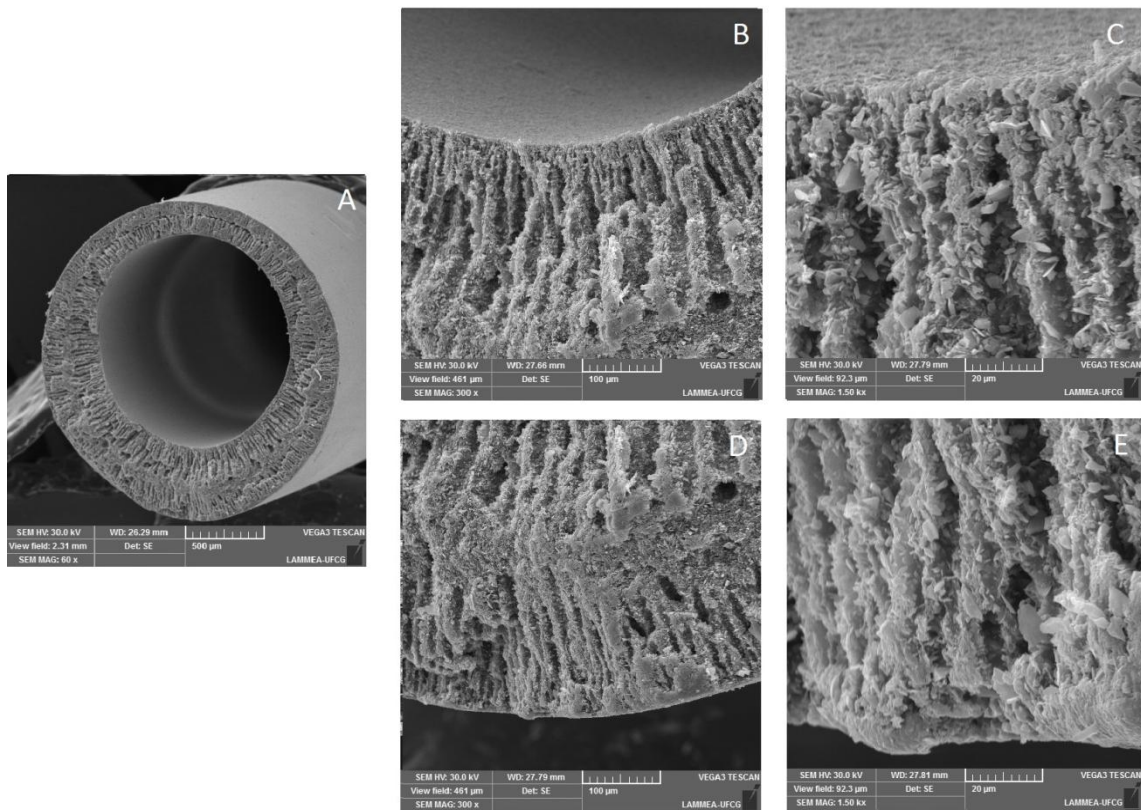


Figura 27 - Micrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura da fibra oca com “gap” de 30 cm obtidos em diferentes aumentos para a seção transversal (A = 50x), parte interna da seção transversal (B = 300X, C = 1500x), parte externa da seção transversal (D = 300X, E = 1500X).

A Tabela 7 apresenta a influência da variação do “gap” nos diâmetros interno e externo das fibras ocas. É possível observar que com o aumento da distância (“gap”) os diâmetros da membrana diminuem. Claramente, esta redução nas dimensões dos diâmetros interno e externo se deve ao fato que ocorre durante o intervalo em que a fibra fica exposta ao ar, uma tensão de alongamento é exercida sobre as fibras, devido ao seu próprio peso antes de sua completa precipitação por imersão no banho. Esta tensão pode ter efeitos positivos ou negativos na formação da membrana e no seu desempenho, necessitando assim uma avaliação melhor com uma análise de permeabilidade.

Segundo Chung *et al.* (1997), uma alta tensão de alongamento pode puxar cadeias moleculares ou domínios de fases separadas para além da fase inicial de separação e criar porosidades, enquanto que uma tensão mediana pode induzir a orientação molecular e reduzir a porosidade da membrana ou o volume livre.

Entretanto, a causa mais provável é que as fibras de PES fiado a partir de um grande “gap” podem ter uma maior orientação e maior empacotamento molecular.

Tabela 7 - Influência da variação da distância da saída da solução até encontrar o banho de não solvente (“gap”) nos diâmetros das fibras ocas.

GAP	Diâmetro interno (μm)	Diâmetro externo (μm)
5 cm	1471,77	2468,30
15 cm	1460,98	2342,17
30 cm	1348,54	1987,54

4.2.5.2 MEV das fibras ocas após a sinterização

As Figuras 28, 29 e 30 ilustram as imagens das membranas sinterizadas a 1500 °C e “gap” de 5, 15 e 30 cm, respectivamente. Estas imagens foram obtidas para avaliar a microestrutura das membranas cerâmicas, bem como a distribuição e o tamanho médio de poros. A seção transversal da membrana indica que estas são porosas assimétricas com uma camada seletiva na parte interna e uma camada porosa na parte externa. Na seção transversal, ainda é visto uma variação no tamanho dos poros, com formatos esféricos distribuídos de maneira não uniforme; dessa diferença de morfologia na seção transversal é que surge a seletividade da membrana (Nikkola *et al.*, 2014). Para todas as regiões da seção transversal os poros permaneceram internamente interconectados, podendo ser atribuídos à presença de um maior volume de gases aprisionados na solução, e a saída do polímero após a queima (Leite *et al.*, 2009).

Pela seção transversal das membranas não foi possível estimar com precisão o tamanho dos poros, sendo todos estão provavelmente abaixo de 20 μm , o que indica que estas membranas podem ser aplicadas em processos de microfiltração (Silva *et al.*, 2014). No entanto, verifica-se uma diferença no aspecto transversal externo e interno das membranas sinterizadas a 1500 °C.

A parte externa da seção transversal da membrana apresenta partículas e poros com tamanhos maiores, isto indica que os grãos estão presumivelmente agregados e interconectados, já a parte interna mostra a presença de pequenas partículas dispersas nos agregados. A aparência das estruturas de fibras pode ser

atribuída à rápida precipitação que ocorreu nas paredes interiores de fibra, o que resulta em pequenos canais e precipitação lenta nas paredes exteriores formando a estrutura esponjosa. Tal morfologia é típica para fibras inorgânicas (Tan *et al.*, 2008; Kingsbury e Benjamin, 2009).

A alteração da morfologia da membrana cerâmica se deve à variação na distância do air “gap” utilizada durante o processo de fiação. A alta temperatura de sinterização, além da alteração no formato das partículas, provocou um aumento da porosidade aparente.

Outro fenômeno observado foi que as membranas fiadas com “gap” de 30 cm apresentaram menos espaços vazios e poros do tipo “fingers”, após a camada seletiva até a superfície interior da membrana, enquanto que as fibras fiadas com “gap” de 5 cm, este efeito é consideravelmente ampliado. Chung *et al.* (1997) explicaram que estes vazios e poros tipo “fingers” são, provavelmente, formados pela decomposição espinodal com o auxílio de tensões localizadas desequilibradas da tensão superficial.

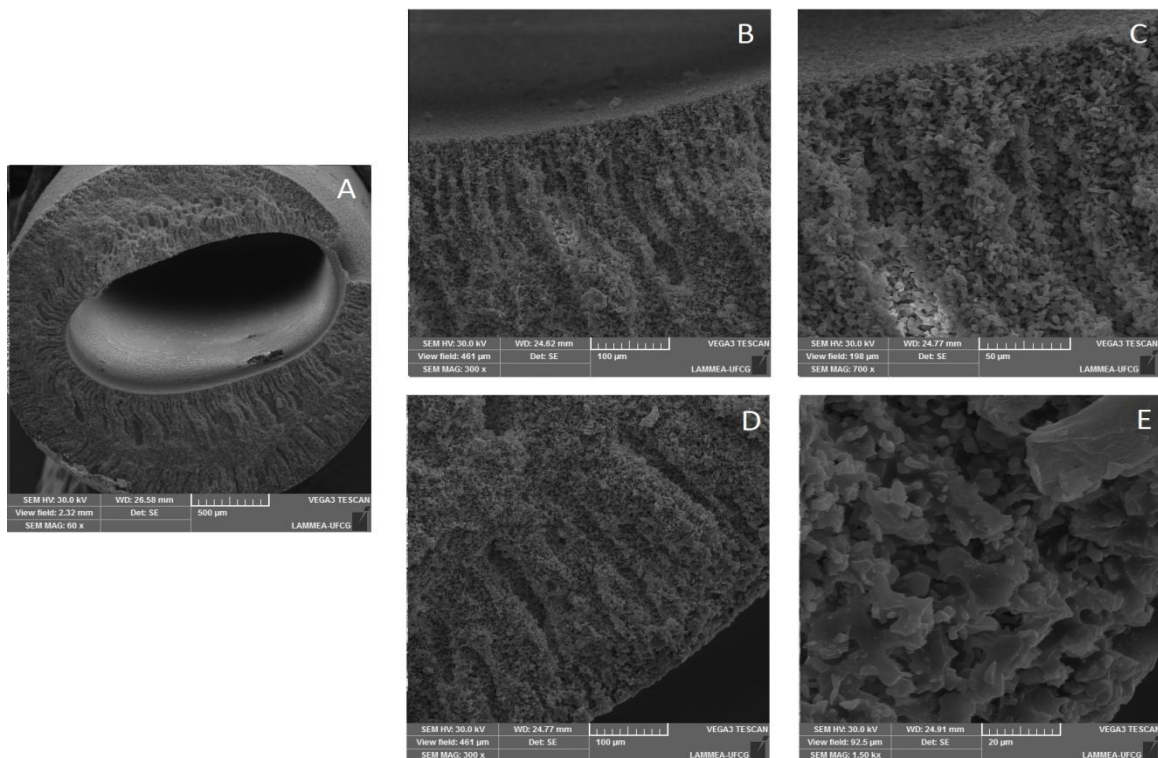


Figura 28 - Micrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura da membrana cerâmica com “gap” de 5 cm obtidos em diferentes aumentos para a seção transversal (A = 50x), parte interna da seção transversal (B = 300X, C = 1500x), parte externa da seção transversal (D = 300X, E = 1500X).

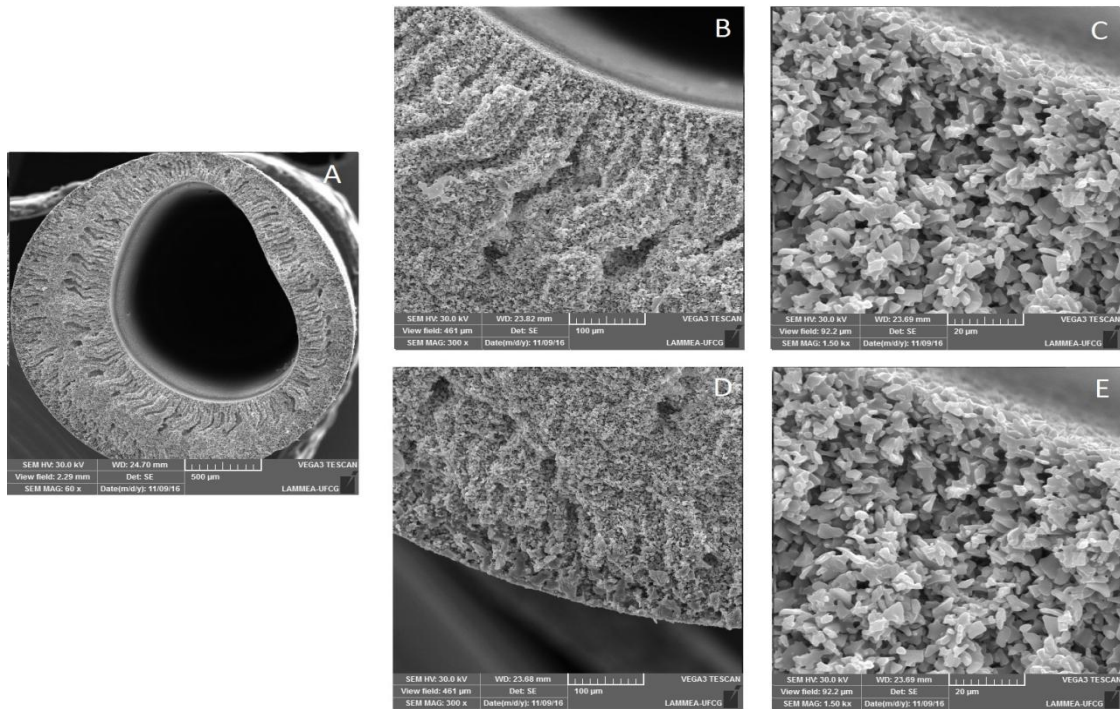


Figura 29 - Micrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura da membrana cerâmica com “gap” de 15 cm obtidos em diferentes aumentos para a seção transversal (A = 50x), parte interna da seção transversal (B = 300X, C = 1500x), parte externa da seção transversal (D = 300X, E = 1500X).

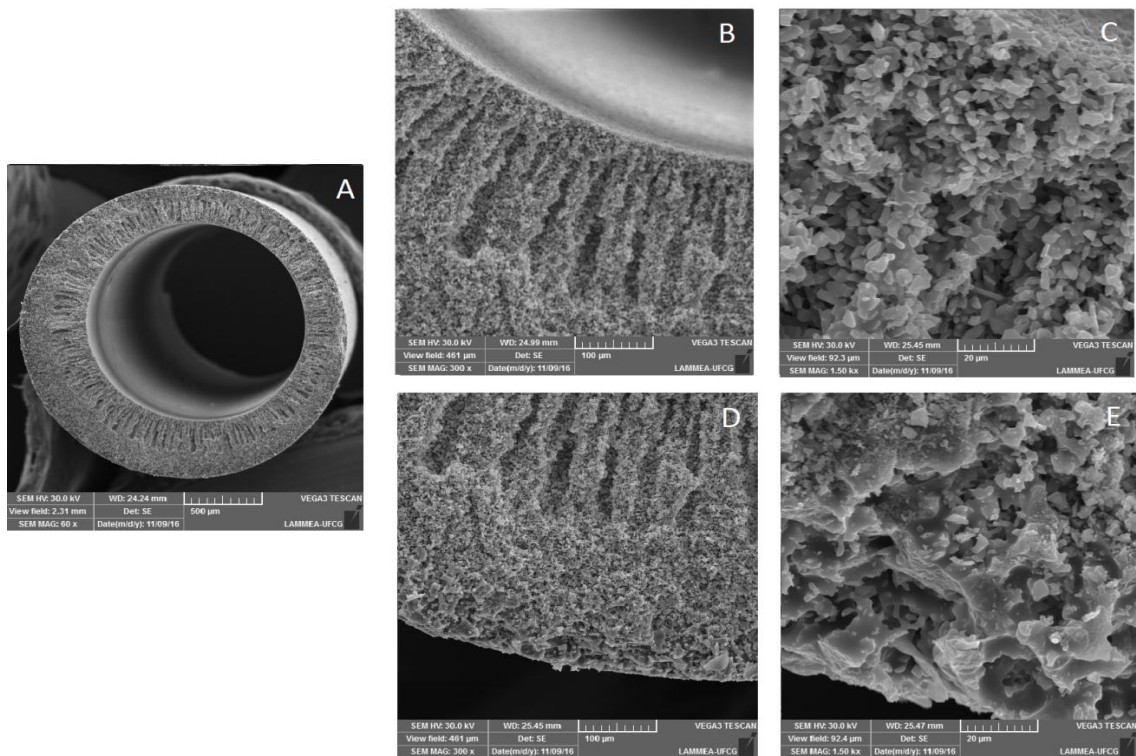


Figura 30 - Micrografias obtidas em microscópio eletrônico de varredura da membrana cerâmica com “gap” de 30 cm obtidos em diferentes aumentos para a seção transversal (A = 50x), parte interna da seção transversal (B = 300X, C = 1500x), parte externa da seção transversal (D = 300X, E = 1500X).

A Tabela 8 apresenta a influência da variação do “gap” nos diâmetros interno e externo das membranas. Esses valores são importantes para calcular a espessura, a área da membrana e o fluxo do permeado. É possível observar que com o aumento da distância (“gap”) os diâmetros da membrana diminuem, devido à tensão de alongamento que é exercida sobre as fibras. Além disso, a retração após a sinterização também influenciou para a redução dos diâmetros das membranas. Comportamento semelhante foi observado por De Wit (2015) e seus colaboradores para membranas de SiC.

Tabela 8 - Influência da variação da distância da saída da solução até encontrar o banho de não solvente (“gap”) nos diâmetros das membranas.

GAP	Diâmetro interno (μm)	Diâmetro externo (μm)
5 cm	1495,34	2465,82
15 cm	1433,98	2301,39
30 cm	1373,05	2102,86

4.2.6 Porosidade

Uma maior porosidade superficial pode estar relacionada com um maior número de poros ou com um aumento em seus diâmetros médios. Dentre algumas avaliações no que diz respeito a poro e porosidade de membranas, Nandi *et al.* (2008), pesquisaram o uso de compósitos cerâmicos para aplicações de membranas para microfiltração, observaram que o tamanho médio dos poros da membrana aumentou quando a temperatura de sinterização foi elevada de 850 para 1500°C.

A porosidade das membranas de carbeto de silício (Figura 31) aumentou de 17,12% para 38,51% após a sinterização para o “gap” de 5 cm, evidenciando a saída da matéria orgânica para a formação de novos poros. Já para o “gap” de 15 cm a porosidade saiu de 15,23% para 35,6%, um aumento também foi registrado para o “gap” de 30 cm 15,04% para 31,4%.

Durante o processo de queima das amostras o uso da temperatura elevada favoreceu a aglomeração dos grãos e redução da porosidade. Aliado a este fato um grande “gap” pode ter favorecido para uma maior orientação e maior

empacotamento molecular, explicando, assim, a redução da porosidade com o aumento do “gap”.

Quanto menor a distância da extrusora ao banho de precipitação maior foi a porosidade obtida. Portanto, tratando da porosidade, quanto mais porosa a membrana, menor será a resistência ao fluxo que passa através da membrana.

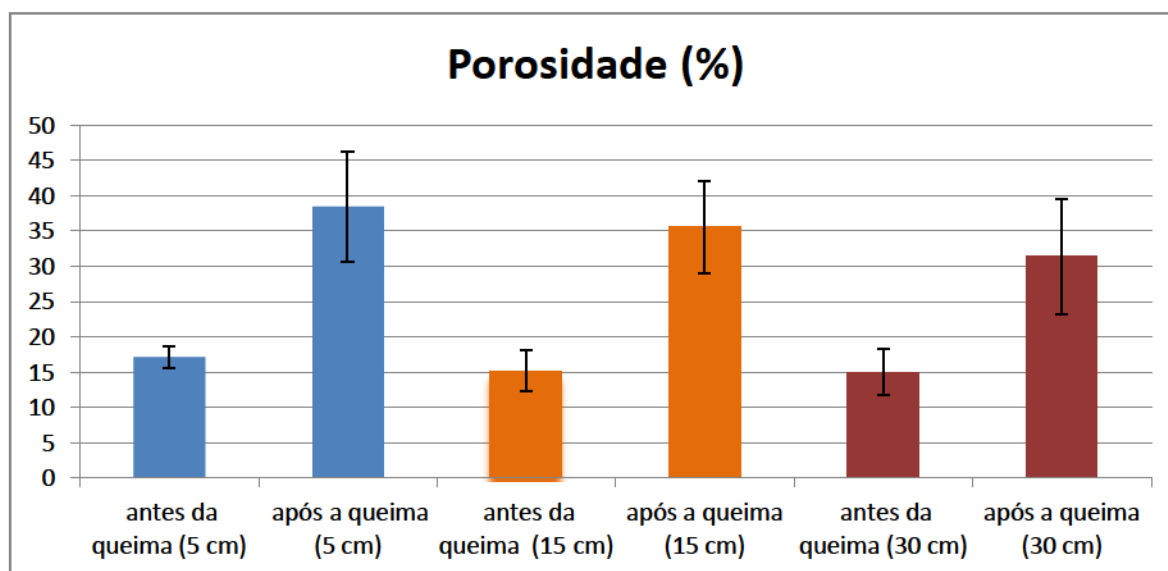


Figura 31 - Porosidade das fibras ocas antes da queima e após a queima a temperatura de 1500°C.

4.3 Fluxo aquoso das membranas

Os testes de medida de fluxo mássico com água destilada foram realizados seguindo uma ordem crescente de pressão, onde a mesma membrana foi testada com a pressão de 0,5 bar, em seguida de 1,0 bar e por fim 1,5 bar. As Figuras 32, 33 e 34 ilustram o fluxo permeado com água destilada pela membrana de carbeto de silício com “gap” de 5, 15 e 30 cm, respectivamente.

Para as membranas em estudo o fluxo de permeado com água destilada tornou-se constante a partir dos 50 minutos. O comportamento do fluxo de permeado no início do ensaio apresentou-se elevado, decrescendo ao longo do tempo de ensaio. Esta diminuição pode ser atribuída, segundo Silva (2015), à hidratação das membranas com a água utilizada no ensaio.

De maneira geral, a permeabilidade hidráulica está associada à característica intrínseca das membranas (Mulder, 1996), decorrente da técnica

utilizada na preparação das mesmas (inversão de fases) e da sua composição. Após a estabilização do fluxo, neste ponto diz-se que o sistema atingiu o "estado estável", onde o fluxo de água destilada é tomado como referência para membrana.

Comparando as curvas percebe-se que o maior valor de fluxo estabilizado foi alcançado quando a membrana com 5 cm de "gap" foi submetida à pressão de 1,5 bar com o valor de 958 L/h.m².

Todas as pressões exibiram uma queda para o valor do fluxo permeado ao longo do ensaio. Este comportamento se deve a interação das moléculas de água com a membrana. Este alto valor inicial de fluxo e sua queda acentuada, principalmente para a pressão de 0,5 bar se deve ao fato dos ensaios terem início nesta pressão com a membrana ainda seca. Verifica-se, no entanto que ao final de cada ensaio o valor estabilizado nesta baixa pressão sempre foi menor do que para as pressões mais elevadas (1,0 e 1,5 bar).

Esses valores dos fluxos estabilizados quando comparados com os valores encontrado na literatura (Silva, 2015) para membranas cerâmicas de alumina evidenciam ser superiores devido à característica de estrutura anisotrópica da membrana produzida nesta pesquisa.

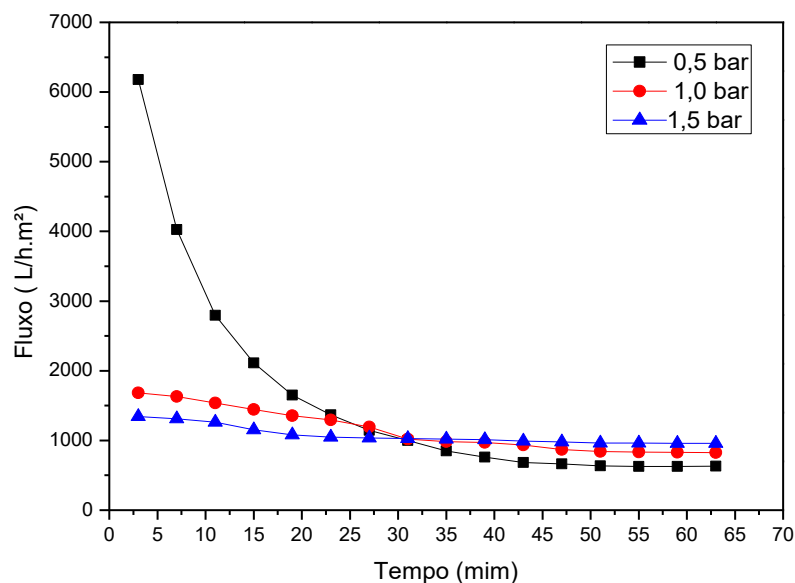


Figura 32 - Fluxo permeado com água destilada pela membrana de carbeto de silício com "gap" de 5 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.

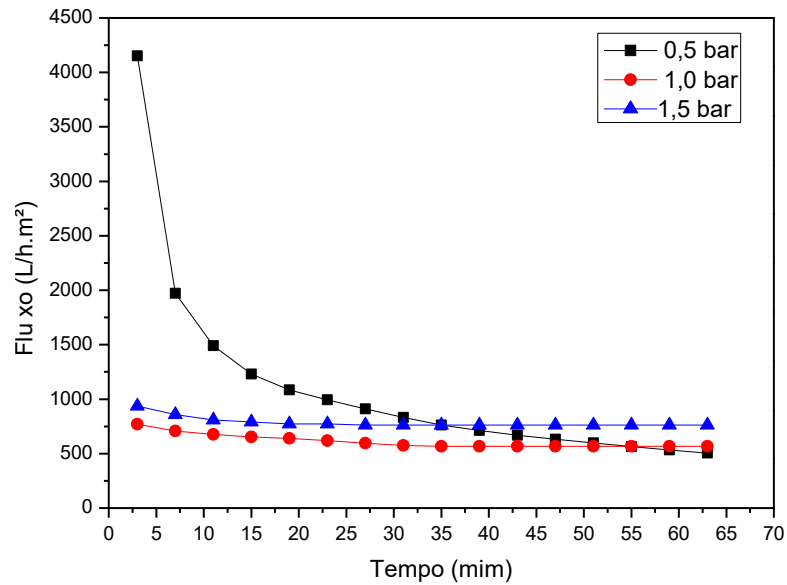


Figura 33 - Fluxo permeado com água destilada pela membrana de carbeto de silício com “gap” de 15 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.

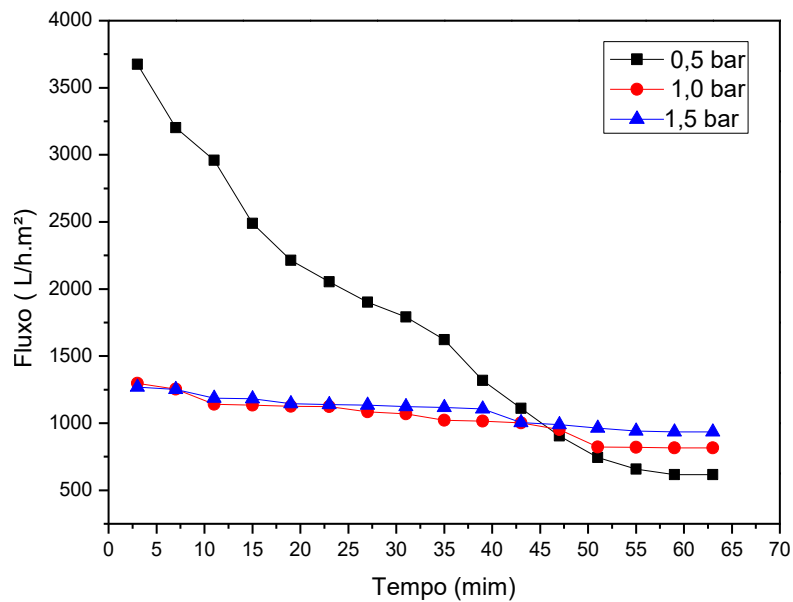


Figura 34 - Fluxo permeado com água destilada pela membrana de carbeto de silício com “gap” de 30 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.

4.4 Permeabilidade

Para avaliação da permeabilidade, a água é uma substância muito importante para a realização desse estudo, pois é considerado um solvente universal e usado na grande maioria dos processos industriais (Habert *et al.*, 2006). Uma das principais características das membranas, sempre fornecidas pelos fabricantes, para qualquer processo de separação por membranas, é a hidrofiliicidade. As membranas hidrofílicas apresentam fluxos permeados maiores do que as membranas hidrofóbicas para soluções aquosas (Viero, 2006).

Segundo reportado na literatura por Vasconcelos (1997) a permeabilidade para materiais porosos é dado pela função da fração volumétrica dos poros presentes e do diâmetro médio atingido pelos poros.

Dependendo da relação que existe entre diâmetro de poros de cada camada que compõe a membrana e da espessura que cada uma apresenta, a permeabilidade da membrana pode ser dada em função apenas da camada filtrante, considerando que as demais camadas pouco influenciam no fluxo permeado. Outros autores, Leenaars e Burggraaf (1985) consideram que permeabilidade da membrana é encontrada subtraindo a resistência hidráulica do suporte de membrana.

A permeabilidade calculada para as membranas (Figuras 35, 36 e 37) foi de 328; 258 e 319 L/h.m².bar, portanto, a membrana com “gap” de 5 cm apresentou maior valor de permeabilidade, ou seja, melhores propriedades relacionadas ao processo de separação.

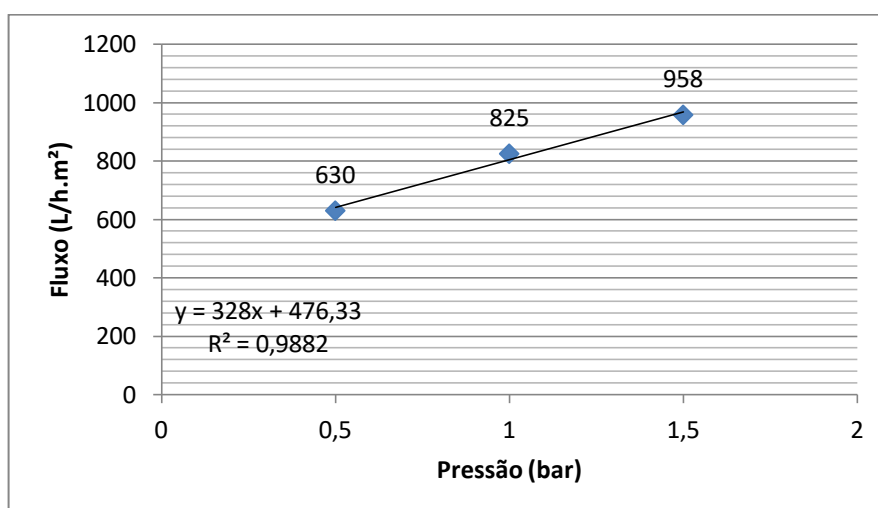


Figura 35 - Fluxo permeado pela membrana com “gap” de 5 cm em função da pressão aplicada para cálculo da permeabilidade.

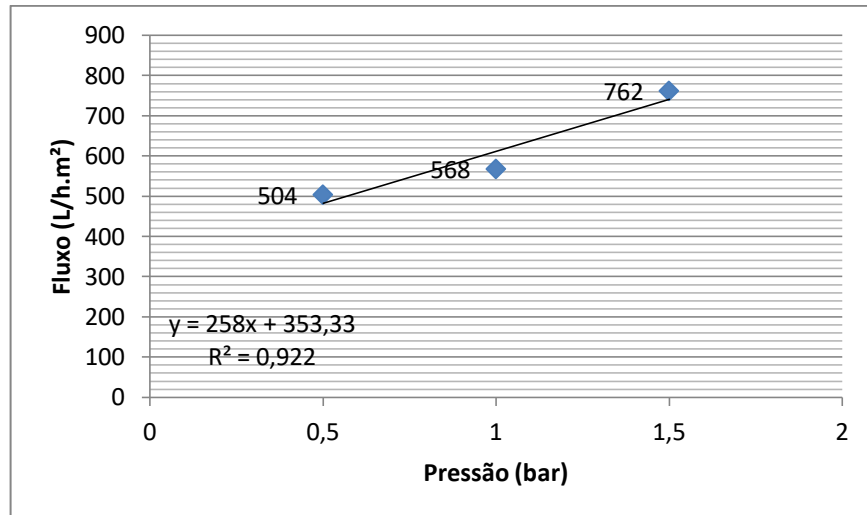


Figura 36 - Fluxo permeado pela membrana com “gap” de 15 cm em função da pressão aplicada para cálculo da permeabilidade.

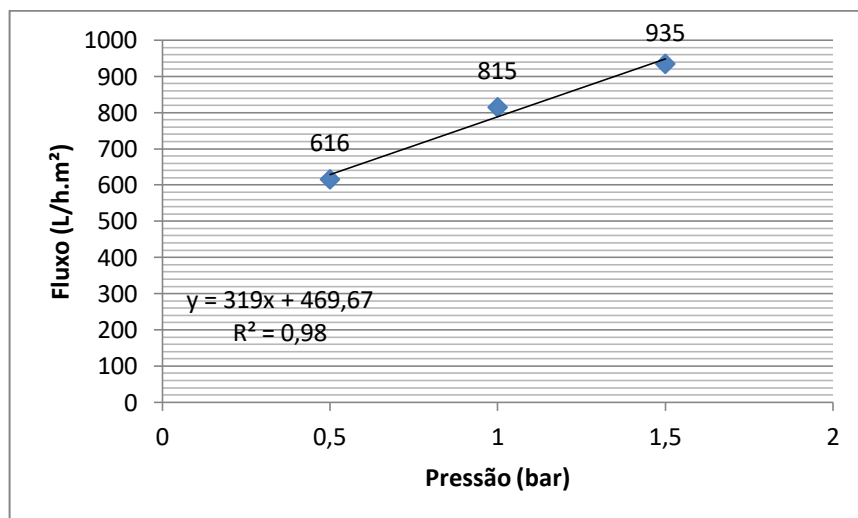


Figura 37 - Fluxo permeado pela membrana com “gap” de 30 cm em função da pressão aplicada para cálculo da permeabilidade.

4.5 Microscopia óptica

A imagem obtida por MO da emulsão de óleo/água com uma escala fixa de 200 μm , com velocidade de agitação de 15.000 rpm e tempo de agitação de 30 minutos, está ilustrada na Figura 38. Emulsões são dispersões coloidais formadas por uma fase dividida designada de interna, dispersa ou descontínua, e por uma fase que rodeia as gotículas, designada externa, dispersante ou contínua. O óleo contido nas emulsões de óleo em água tem a tendência de assumir a forma que

produza menor área superficial exposta, sendo esta a forma de uma esfera. Quando óleo está em contato com a água, no qual é insolúvel e imiscível, a força que faz com que cada um deles resista à fragmentação em partículas menores é chamada de tensão superficial (Khan *et al.*, 2006). Através das imagens por MO foi possível verificar que o tamanho médio das gotículas foram menores do que 10 μm . Comportamento semelhante foi observado por Medeiros (2014), que obteve um diâmetro médio das gotículas de óleo de 6,87 μm para uma emulsão contendo 200 ppm.

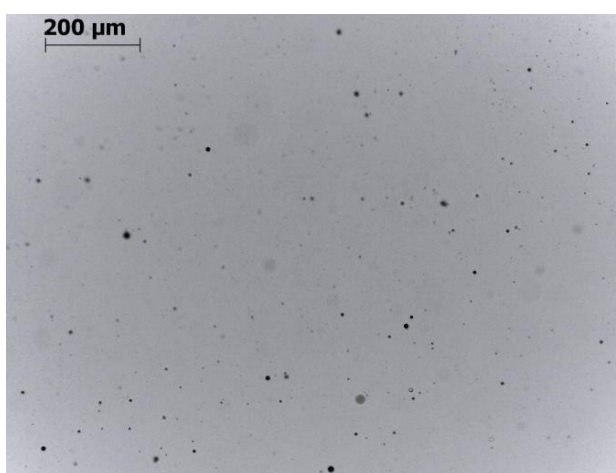


Figura 38 - Imagens de microscopia óptica da emulsão de água/óleo usada neste estudo.

4.6 Fluxo permeado das membranas com emulsão de água-óleo

O fluxo de permeado permite quantificar o material que atravessa a membrana e é normalmente expresso em L/h.m^2 ou kg/h.m^2 , permitindo comparar a permeabilidade de membranas com áreas distintas. A permeabilidade da membrana, como foi visto, depende das condições de operação e das características da solução a ser filtrada (Habert *et al.*, 2006). As Figuras 39, 40 e 41 ilustram o fluxo permeado com emulsão de água-óleo pelas membranas de carbeto de silício nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar para os diferentes “gap” em estudo.

O fluxo de permeado água-óleo de todas as membranas cerâmicas em estudo decresce ao longo do tempo de operação, o que provoca a diminuição da eficiência do processo de permeação. Já o aumento da pressão favoreceu a maiores valores de fluxo estabilizado após 32 minutos de ensaio, mesmo comportamento foi observado para o ensaio de fluxo com água.

O aumento do “gap” favoreceu a uma redução nos valores de fluxo estabilizado, o que pode ser explicado pela menor porosidade, e também pela formação de incrustações, conduzindo a uma colmatação (fouling). A membrana com “gap” de 5 cm submetida a pressão de 1,5 bar apresentou o maior fluxo estabilizado, em torno de 465 L/ h.m².

Como a redução do fluxo permeado por deposição de matéria orgânica é um dos efeitos mais nocivos para o desempenho dos sistemas, o desenvolvimento de novas membranas, apresentando propriedades superficiais que as tornem capazes de reduzir a evolução da camada de deposição é de grande relevância para a tecnologia dos processos com membranas e, conseqüentemente, para o reuso de água (Costa, 2011).

Sabe-se que o aumento da pressão, até certo valor, aumenta o fluxo permeado. Porém, esse limite de pressão é específico para cada processo e, acima desta pressão, o fluxo pode ser reduzido com conseqüências adversas sobre a integridade física da membrana, para as membranas cerâmicas a pressão limite é maior do que para as poliméricas.

A formação de incrustações aumenta os custos operacionais, pois gera uma maior demanda de energia (pelo aumento da pressão de operação), diminui os intervalos entre as limpezas químicas e reduz significativamente o tempo de vida útil das membranas. A ocorrência de incrustações é, praticamente, inevitável, mas pode ser minimizado pela escolha dos pré-tratamentos adequados, pelo correto dimensionamento da planta e pela melhor seleção das condições de operação do sistema (Seidel e Elimelech, 2002).

Por isso, visando à recuperação do fluxo inicial, diversos métodos de regeneração físicos ou químicos estão disponíveis, sendo estes escolhidos de acordo com as propriedades das membranas, assim como a reversibilidade das incrustações e as características do material depositado (Lee et al., 2015).

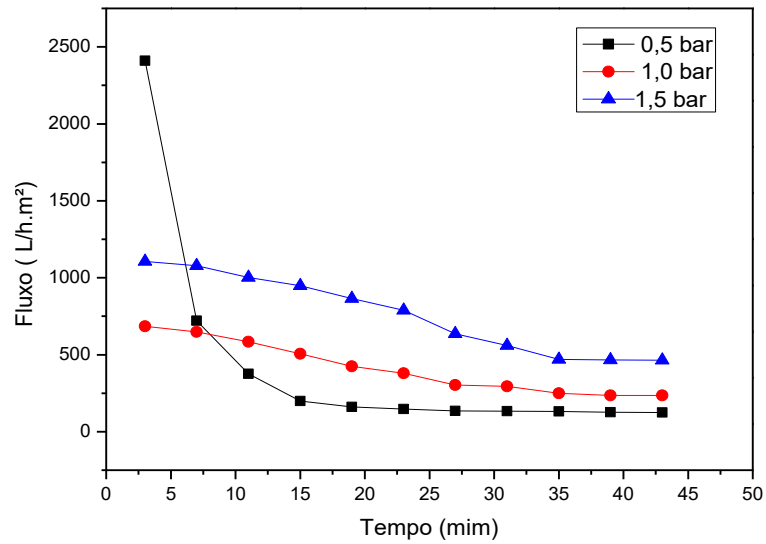


Figura 39 - Fluxo permeado com emulsão de água-óleo pela membrana de carbeto de silício com “gap” de 5 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.

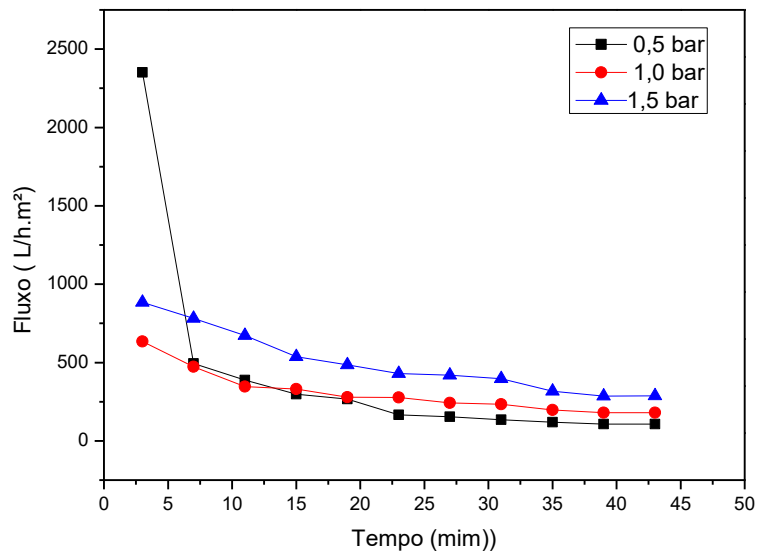


Figura 40 - Fluxo permeado com emulsão de água-óleo pela membrana de carbeto de silício com “gap” de 15 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.

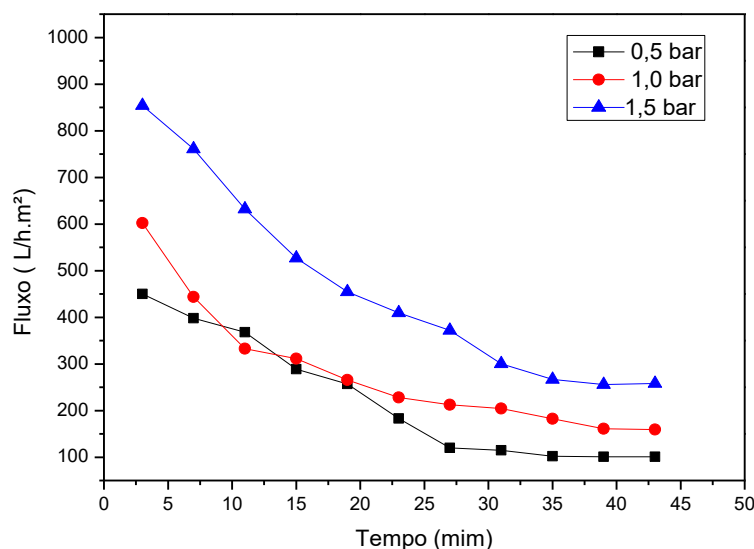


Figura 41 - Fluxo permeado com emulsão de água-óleo pela membrana de carbeto de silício com “gap” de 30 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.

4.7 Rendimento das membranas na separação de emulsão de água/óleo

Através das Tabelas 9, 10 e 11 é possível verificar um alto índice de rendimento para todas as membranas, acima de 84%, ou seja, todas as membranas testadas no processo de separação das emulsões de óleo em água, com concentração de 100 ppm, obtiveram uma redução significativa de óleo no permeado. Isso é bastante favorável, visto que todas as membranas atenderam aos padrões e às exigências definidos pela Resolução 430 do Conselho Nacional do Meio Ambiente, que determina que óleos e graxas de origem mineral só poderão ser descartados no meio ambiente quando apresentarem uma concentração máxima de até 20 ppm (CONAMA, 2011).

Nota-se também, que no geral, as pressões mais baixas (0,5 bar) apresentaram resultados mais satisfatórios, independente do “gap” utilizado, pois a concentração de óleo no permeado foi menor que com pressões de 1,0 e 1,5 bar. Já o aumento do “gap” levou a rendimentos menores que 88%, no geral, o que pode ser justificado pela menor porosidade apresentada para o “gap” de 30 cm.

De acordo com a Tabela 10, pôde-se verificar que o aumento da pressão de 0,5 para 1,0 bar provocou uma redução no rendimento das membranas. Entretanto, quando se ultrapassou esta pressão para 1,5 bar ocorreu um aumento no

rendimento, provavelmente devido à formação de uma camada de óleo que impregna na superfície das membranas. O rendimento apresentado nessa pressão foi de 92,14%, o melhor para todas as variáveis em estudo.

Tabela 9 - Valores de Cp e Rendimento, calculado para a membrana com “gap” de 5 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.

Membranas: 5 cm	Co (ppm)	Cp (ppm)	Rendimento
0,5 bar	100	8,8	91,18
1,0 bar	100	10,5	89,45
1,5 bar	100	9,45	90,56

Tabela 10 - Valores de Cp e Rendimento, calculado para a membrana com “gap” de 15 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.

Membranas: 15 cm	Co (ppm)	Cp (ppm)	Rendimento
0,5 bar	100	12,5	87,91
1,0 bar	100	14,9	85,14
1,5 bar	100	7,2	92,14

Tabela 11 - Valores de Cp e Rendimento, calculado para a membrana com “gap” de 30 cm nas pressões de 0,5; 1,0 e 1,5 bar.

Membranas: 30cm	Co (ppm)	Cp (ppm)	Rendimento
0,5 bar	100	13,9	86,13
1,0 bar	100	15,3	84,70
1,5 bar	100	15,6	84,36

5 CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos e na discussão, têm-se as seguintes conclusões:

- Através da análise morfológica das membranas observou-se que estas apresentam estruturas porosas, com grandes poros na forma de *fingers* e pequenos poros internos, com estruturas semelhantes à esponja. Embora, ainda não se tenha uma precisão quanto aos tamanhos de poros, esta membrana apresenta potencial para ser utilizada em processos de microfiltração.

- Por meio da TG da fibra oca foi verificado que na faixa de temperaturas de 442 °C a 660 °C observa-se a maior perda de massa, que está relacionada à decomposição da polietersulfona. Com base nos resultados obtidos é possível confirmar a saída do polímero para a formação da membrana cerâmica porosa.

- A morfologia da membrana foi afetada com a variação do “gap”, onde foi possível observar que esta mudança influencia tanto na espessura, quanto na forma e na porosidade da membrana. Nota-se que com o aumento do “gap”, há também a redução na espessura da camada externa e na porosidade, devido à frente de precipitação.

- A membrana com “gap” de 5 cm apresentou maior valor de permeabilidade 328 L/h.m².bar, ou seja, possui melhores propriedades relacionadas ao processo de separação.

- Foi possível verificar um alto índice de rendimento para todas as membranas, acima de 84%, nas condições estudadas nesta pesquisa. Portanto, atenderam aos padrões e às exigências definidos pela Resolução 430 do Conselho Nacional do Meio Ambiente, evidenciando assim, que estas membranas apresentam potencial para separação de água-óleo.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudar diferentes percentuais de polímero e solvente para a preparação da solução das membranas, para dessa forma, aumentar o tamanho dos poros.
- Fazer um planejamento experimental para adequar e aperfeiçoar todos os parâmetros necessários para o desenvolvimento das membranas.
- Realizar um tratamento estatístico com o intuito de facilitar a interpretação e remover os resultados incoerentes obtidos pelas membranas.
- Analisar as membranas de fibra oca obtidas no tratamento de água com outros efluentes, tais como: lubrificantes, soro de albumina, índigo blue, entre outros.
- Realizar modificações na quantidade de alumina para obter membranas mais resistentes.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABDULLAH, N.; RAHMAN, M. A.; M. H. D. OTHMAN, ISMAIL, A. F.; JAAFAR, J.; AZIZ, A. A. Preparation and characterization of self-cleaning alumina hollow fiber membrane using the phase inversion and sintering technique. **Ceramics International**, v.42, p. 12312–12322, 2016.

ALMANDOZ, M. C.; PAGLIERO, C. L.; OCHOA, N. A.; MARCHESE, J. N. Composite ceramic membranes from natural aluminosilicates for microfiltration applications. **Ceramics International**, v. 41, p. 5621-5633, 2015.

ARTANHANAREESWA, G.; THANIKAVELAN, P.; MOHAN, D.; RAJENDRAN, M. Synthesis, characterization and thermal studies on cellulose acetate membranes with additives. **European Polymer Journal**, v. 40, p. 2153-2159, 2004.

BAKER, R. W. **Membrane technology and application**. Chichester: John Wiley & Sons Ltd, 2004. ISBN 0-470-85445-6.

BALDASSO, C. **Concentração, purificação e fracionamento das proteínas de soro lácteo através da tecnologia de separação por membranas**. 2008. 163f. Dissertação (Mestrado em Engenharia). Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, Porto Alegre-Rio Grande do Sul.

BASILE, B.; CASSANO, A.; RASTOGI, N.K. **Advances in membrane technologies for water treatment: Materials, Process and Applications**. Elsevier Science Publishers, 2015. ISBN 978-1-78242-121-4.

BARREDO-DAMAS, S.; ALCAINA-MIRANDA, M.I.; BES-PIÁ, A.; IBORRA-CLAR, M.I.; IBORRA-CLAR, A.; MENDOZA-ROCA, J.A. Ceramic membrane behavior in textile wastewater ultrafiltration. **Desalination**, v. 250, p. 623-628, 2010.

BONDIOLI, M. J.; SANTOS, C.; STRECKER, K. Estudo da oxidação de cerâmicas à base de carbetto de silício sinterizado via fase líquida utilizando nitreto de alumínio e óxido de ítrio como aditivos. **Cerâmica**, v. 54, p. 198-202, 2008.

CARVALHO, P. C. P. **Tratamento combinado da água produzida de petróleo: filtração, adsorção e foto - fenton**. 2016. 195f. Tese (Doutorado em Engenharia Química). Universidade Federal do Rio Grande do Norte-UFRN, Natal-Rio Grande do Norte.

CHAVES, A. C.; LIRA, H. L.; NEVES, G. A.; SILVA, F. A.; LIMA, R. C. O.; FRANÇA, K. B. Obtenção e caracterização de membranas cerâmicas tubulares a partir de massas incorporadas com argila, caulim e quartzo. **Cerâmica**, v. 59, p.192-197, 2013.

CHUNG, T.S.; TEOH, S.K.; HU, X.; Formation of ultrathin high-performance polyethersulfone hollow-fiber membranes; **Journal of Membrane Science**, v.133 p.161-175, 1997.

CONAMA, **Resolução nº 430, de 13 de maio de 2011 que dispõe sobre as condições e padrões de lançamento de efluentes de óleos e graxas de origem mineral, proveniente do petróleo**. Publicada no DOU nº 92, em 16/05/2011, p. 89, 2011.

COSTA, C. M. G. **Remoção de metais pesados de efluentes sintéticos aquosos por nanofiltração**. 2011. 89f. Dissertação (Mestrado em Química). Programa de Química, Universidade do Estado do Rio de Janeiro- UERJ, Rio de Janeiro- Rio de Janeiro.

DELCOLLE, R. **Projeto e manufatura de membranas cerâmicas via prensagem isostática para separação de emulsões óleo vegetal/água por microfiltração tangencial**. 2010. 149f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica). Universidade de São Paulo-USP, São Paulo-São Paulo.

DE WIT, P.; KAPPERT, E. J.; LOHAUS, T.; WESSLING, M.; NIJMEIJER, A.; BENES, N. E. Highly permeable and mechanically robust silicon carbide hollow fiber membranes. **Journal of Membrane Science**, v. 475, p. 480-487, 2015.

DE WIT, P.; DAALLEN, F. S. V.; BENES, N. E. The mechanical strength of a ceramic porous hollow fiber. **Journal of Membrane Science**, v. 524, p. 721–728, 2017.

DENG, W.; YU, X.; SAHIMI, M.; TSOTSIS, T. T. Highly permeable porous silicon carbide support tubes for the preparation of nanoporous inorganic membranes. **Journal of Membrane Science**, v. 451, p. 192-204, 2014.

DÍAZ, J. A.; SERRANO, M. C.; OSA, A. R.; GARCÍA, A. M. M.; ROMERO, A.; FENDLER, A. G. V., J. L. β -silicon carbide as a catalyst supporting the Fischer-Tropsch synthesis: Influence of the modification of the support by a pore agent and acidic treatment. **Applied Catalysis A: General**, v. 475, p. 82-89, 2014.

FACCIOTTI, M.; BOFFA, V.; MAGNACCA, G.; JORGENSEN, L. B.; KRISTENSEN, P. K.; FARSI, A.; KÖNIG, K.; CHRISTENSEN, M. L.; YUE, Y. Deposition of thin ultra filtration membranes on commercial SiC microfiltration tubes. **Ceramics International**, v. 40, p. 3277-3285, 2014.

FIORI, S.; FERNANDES, V. M. C.; PIZZO, H. Avaliação qualitativa e quantitativa do reúso de águas cinzas em edificações. **Ambiente Construído**, v. 6, p. 19-30, 2006.

FLORIDO, P.; SABÓIA, E.; SUHETT, R.; TORRES, A. P.; MACHADO, M.; HUDSON, F. C. Avaliação de tecnologias visando ao reuso de efluentes. **Efluentes Hídricos: Resultados em P&D**, v. 2, p. 1-2, 2004.

FORTULAN, C. A.; IKEGAMI, R. A.; PURQUERIO, B. M.; HANEDA, R. N.; FONTES, S. R. Manufatura de membranas cerâmicas tubulares. **Minerva**, v. 3, p. 123-130, 2006.

FREITAS, M.; PIANARO, S. A.; NADAL, F. N.; TEBCHERANI, S. M.; BERG, E. A. T. Preparação e caracterização de materiais compósitos SiC/caulim/Al via “squeeze-casting”. **Cerâmica**, v. 55, p. 271-280, 2009.

HABERT, A. C.; BORGES, C. P.; NOBREGA, R. **Processos de separação com membranas**. E-papers, 2006. ISBN 85-7650-085-x.

HOFES, B.; OGIER, J.; VRIES, D.; BEERENDONK, E. F.; CORNELISSEN, E. R. Comparison of ceramic and polymeric membrane permeability and fouling using surface water. **Separation and Purification Technology**, v. 79, p. 365-374, 2011.

HOZER, L.; LEE, J. R.; CHIANG, Y. M. Reaction-infiltrated net shape SiC composites. **Materials Science Engineering**, v. 195, p. 131-143, 1995.

IZHEVSKYI, A.; GENOVA, L. A.; BRESSIANI, J. C.; BRESSIANI, A. H. A. Silicon Carbide: Structure, Properties and Processing. **Cerâmica**, v. 46, p.4-13, 2000.

JULBE, A.; FARRUSSENG, D.; GUIZARD, C. Porous ceramic membranes for catalytic reactors - overview and new ideas. **Journal of Membrane Science**, v. 181, p. 3-20, 2001.

KHAN, A. Y.; TALEGAONKAR S.; IQBAL Z.; AHMED, F. J.; KHAR, R. K. Multiple emulsions: an overview. **Journal of Current Drug Delivery**, v. 3, p. 429-443, 2006.

KINGSBURY, B.; BENJAMIN, K. A morphological study of ceramic hollow fibre membranes. **Journal of Membrane Science**, v. 328, p. 134-140, 2009.

LECOUVET, B.; HORION, J.; D'HAESE, C.; BAILLY, C.; NYSTEN, B. Elastic modulus of halloysite nanotubes. **Nanotechnology**, v. 24, p.1-8, 2013.

LEE, M.; WU, Z.; LI, K. Advances in ceramic membranes for water treatment. **Advances in Membrane Technologies for Water Treatment**, v. 1, p. 43-82, 2015.

LEENAARS, A. F. M.; BURGGRAAF, A. J. The preparation and characterization of alumina membranes with ultrafine pores. **Journal of colloid and interface science**, v. 105, p. 27-40,1985.

LEITE, A. M. D.; MAIA, L. F.; PAZ, R. A.; ARAÚJO, E. M.; LIRA, H. L. Thermal properties from membrane of polyamide 6/montmorillonite clay nanocomposites obtained by immersion precipitation method. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 97, p. 577-580, 2009.

LIANG, C. Y.; UCHYTIL, P.; PETRYCHKOVYCH, R.; LAI, Y. C.; FRIESS, K.; SIPEK, M.; REDDY, M. M.; SUEN, S. Y. A comparison on gas separation between PES (polyethersulfone)/MMT (Na-montmorillonite) and PES/TiO₂ mixed matrix membranes. **Separation and Purification Technology**, v. 92, p.57-63, 2012.

LIN, P.; TSAI, D. Preparation and analysis of a silicon carbide composite membrane. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 72, p. 365-372, 1997.

LIRA, H. L.; FREITAS, N. L.; COSTA, A. C. F. M.; GAMA, L. F.; KIMINAMI, R. H. G. A.; N., F. E. Combustion synthesis of alfa-Al₂O₃ powders. In: Fifth International Latin-American conference on powder technology (2005). Costa do Sauípe (BA), 2005.

LUITEN, M. W. J.; RAAIJMAKERS, M. J. T.; WINNUBST, L.; BOR, T. C.; WESSLING, M.; NIJMEIJER, A.; BENES, N. E. Towards a generic method for inorganic porous hollow fibers preparation with shrinkage-controlled small radial dimensions, applied to Al₂O₃, Ni, SiC, stainless steel, and YSZ. **Journal of Membrane Science**, v. 407-408, p. 155-163, 2012.

LUITEN, M. W. J.; RAAIJMAKERS, M. J. T.; WINNUBST, L.; BOR, T. C.; WESSLING, M.; NIJMEIJER, A.; BENES, N. E. Porous stainless steel hollow fiber membranes via dry-wet spinning. **Journal of Membrane Science**, v. 370, p. 124-130, 2011.

LUZ, A. P.; RIBEIRO, S.; PANDOLFELLI, V. C. Artigo revisão: Uso da molhabilidade na investigação do comportamento de corrosão de materiais refratários. **Cerâmica**, v. 54, p. 174-183, 2008.

MANUAL PETROBRAS. Manual do sistema de gestão da qualidade e SMS do GLAF. Determinação do teor de óleo e graxa por espectrofotometria de absorção molecular, 2000.

MEDEIROS, K. M. **Membranas microporosas híbridas de poliamida aplicadas no tratamento de emulsões oleosas da indústria petrolífera**. 2014. 185f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande-UFCG, Campina Grande-Paraíba

MEDEIROS, V. N. **Desenvolvimento de membranas de poliétersulfona por inversão de fases**. 2016. 109f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande-UFCG, Campina Grande-Paraíba

MIERZWA, J. C. **O uso racional e o reúso como ferramentas para o gerenciamento de águas e efluentes na indústria estudo de caso da kodak brasileira**. 2007. 144p. Tese (Doutorado em Engenharia). Universidade de São Paulo-USP, São Paulo-São Paulo.

MOHAMMADI, T.; KIKHAVANDI, T.; MOGHBELI, M. R. Synthesis and characterization of poly(ether-block-amide) membranes for pervaporation of organic/aqueous mixtures. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 107, p.1917-1923, 2008.

MUELLER, U.; WITTE, M. Ceramic membranes – Case related protocol for optimal operational conditions to treat filter backwash water. **Techneau**, v. 1, p. 1-2, 2007.

MULDER, M. **Basic Principles of membrane technology**. Springer, 1996. ISBN 978-94-009-1766-8.

NANDI, B. K.; UPPALURI, R.; PURKAIT, M. K. Preparation and characterization of low cost ceramic membranes for microfiltration applications. **Applied Clay Science**, 42, 102-110, 2008.

NETA, L. S. de F.; HABERT, A. C.; BORGES, C. P. Cerveja Microfiltrada: processo e qualidade, **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 1, p. 130-137, 2005.

NIKKOLA, J.; SIEVÄNEN, J.; RAULIO, M.; WEI, J.; VUORINEN, J.; TANG, C. Y. Surface modification of thin film composite polyamide membrane using atomic layer deposition method. **Journal of Membrane Science**, v. 450, p. 174-180, 2014.

NIU, Y.; ZHANG, X.; ZHAO, J.; TIAN, Y.; LI, Y.; YANA, X.; Preparation, characterization and properties of amine-functionalized silicon carbide/polyimide composite films. **Royal Society of Chemistry**, v. 4, p. 28456–28462, 2014.

NÓBREGA, V. M.; CARVALHO, T. C.; LEITE, A. M. D.; ARAÚJO E. M.; PAZ R. A.; LIRA H. L. Influence of Content and Treatment of Clay in the Morphology of PES Membranes. **Materials Science Forum**, v. 869, p. 824-829, 2016.

PAIMAN, S. H.; RAHMAN, M. A.; OTHMAN, M. H. D.; ISMAIL, A.F.; JAAFAR, J.; AZIZ, A. A. Morphological study of yttria-stabilized zirconia hollow fibre membrane prepared using phase inversion/sintering technique. **Ceramics International**, v. 41, p.12543–12553, 2015.

PUCCA, P. T. P. Produção e caracterização de membranas de microfiltração e ultrafiltração pelo método de inversão de fases, utilizando polisulfona como matéria-prima. 2010. 138f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Hidráulica), Universidade de São Paulo-USP, São Paulo-São Paulo.

RAMBO, C. R. Obtenção de sílica e carbeto de silício a partir da exposição da palha de arroz a microondas e a campos eletromagnéticos na faixa de R.F. 1997. 89f. Dissertação (Mestrado em Ciências na Área de Reatores Nucleares de Potência e Tecnologia do Combustível Nuclear). Universidade de São Paulo-USP, São Paulo-São Paulo.

RAVANCHI, M.T.; KAGHAZCHI, T.; KARGARI, A. Application of membrane separation processes in petrochemical industry: a review. **Desalination**, v. 235, p. 199-244, 2009.

ROSSO, M.; ARAFAT, A.; SCHROËN, K.; GIESBERS, M.; ROPER, C. S.; MABOUDIAN, R.; ZUILHOF, H. Covalent attachment organic monolayer to silicon carbide surfaces. **Langmuir**, v. 24, p. 4007-4012, 2008.

SALEHI, E.; MADAENI, S. S.; SHAMSABADI, A. A.; LAKI, S. Applicability of ceramic membrane filters in pretreatment of coke-contaminated petrochemical wastewater: Economic feasibility study. **Ceramics International**, v. 40, p. 4805-4810, 2014.

SANTOS, E. P.; SANTOS, L. R. B.; SANTILLI, C. V.; PULCINELLI, S. H. Análise da Cinética de Formação de Membranas suportadas de SnO₂. In: 12º Congresso Brasileiro de Ciência e Engenharia de Materiais (CBECIMAT 1996). Águas de Lindóia (SP), 1996.

SANTOS, L. R. B.; SANTILLI, C. V.; PULCINELLI, S. H. Efeito da concentração da suspensão coloidal na formação de membranas suportadas de SnO₂. In: Anais do 39º Congresso Brasileiro de Cerâmica (CBC 1995). Águas de Lindóia (SP), 1995.

SHAFFER, P. T. B. Engineering properties of carbides. **Engineered Materials Handbook, Ceramic and Glasses**, v. 4, p. 804 - 811, 1991.

SBQ. Sociedade Brasileira de Química. 2016. Disponível em: < <http://www.s bq.org.br> >.

SEIDEL, A., ELIMELECH, M. Coupling Between Chemical and Physical Interactions in Natural Organic Matter (NOM) Fouling of Nanofiltration Membranes: Implications for Fouling Control. **Journal of Membrane Science**, v. 203, p. 245-255, 2002.

SILVA, C. E. R. **Processamento de carbetto de silício ligado por reação**. 2008. 170f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) Universidade Federal do Rio de Janeiro-COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro- Rio de Janeiro.

SILVA, F. A.; LIRA H. L. Síntese e caracterização de nanopartículas de TiO₂. **Cerâmica**, v. 52, p. 255-259, 2006.

SILVA, M. C. **Membranas anisotrópicas de alumina sintetizada pelo método pechini para aplicações em processos de separação**. 2015. 215f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais). Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Campina Grande-UFCG, Campina Grande-Paraíba.

SILVA, M. C.; FREITAS, N. L.; LIRA, H. L. Confecção de membranas cerâmicas assimétricas em diferentes geometrias: avaliação da morfologia. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**, v.10, p.95-101. 2015(a).

SILVA, M. C.; LIRA, H. L.; FREITAS, N. L. Membrana cerâmica assimétrica à base de argila para aplicação em processos de microfiltração: influência do tempo de deposição. **Cerâmica**, v. 60, p. 436-442, 2014.

STAMATIALIS, D. F.; PAPPENBURG, B. J.; GIRONÉS, M.; SAIFUL, S.; BETTAHALLI, S. N. M.; SCHMITMEIER, S.; WESSLING, M. Medical applications of membranes: Drug delivery, artificial organs and tissue engineering. **Journal of Membrane Science**, v. 308, p. 1-34, 2008.

STRATHMANN, H.; GIORNO, L.; DRIOLI, E. **An Introduction to membrane science and technology**. Italy: Rende, 2006.

TAN, X.; LIU, S.; LI, K. Preparation and characterization of inorganic hollow fiber membranes. **Journal of Membrane Science**, v. 188, p. 87-95, 2008.

THOMÉ, T.; CAPELLE, M.; THOMÉ, L.; PRENANT, T.; NÉRET, M. Thermal oxidation of sintered silicon carbide used for diesel particulate filter walls. **Journal of Ceramic Science and Technology**, v. 3, p. 89-94, 2012.

TREVISOLI, A.M.S. **Estudo experimental da microfiltração tangencial com membrana cerâmica aplicada na clarificação da vinhaça**. 2010. 155f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Universidade de São Paulo-USP, São Carlos-São Paulo.

VASCONCELOS, W. L. Descrição da permeabilidade em cerâmicas porosas. **Cerâmica**, v. 43, p. 119-122, 1997.

VIERO, A. F. **Avaliação do desempenho de um biorreator com membranas submersas para tratamento de efluente**. 2006. 174f. Tese (Doutorado em Engenharia Química). Universidade Federal do Rio de Janeiro-COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro-Rio de Janeiro.

WEIR, M. R.; RUTINDUKA, E.; DETELLIER, C.; FENG, C. Y.; WANG, Q.; MATSUURA, L. V.; MAO, T. R. Fabrication, characterization and preliminary testing of all-inorganic ultrafiltration membranes composed entirely of a naturally occurring sepiolite clay mineral. **Journal of Membrane Science**, v.182, p.41-50, 2001.

WOLF, F. G.; SANTOS, L. O. E. D.; PHILIPPI, P. C. Formação e dinâmica da interface líquido-vapor simulada pelo método Lattice-Boltzmann. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 28, p. 167-175, 2006 .

YU, J. A.; BAI, H. B; WANG, J.; ZHANGSHUANG, A. C.; JIAO, C.; LIU, B. Q.; ZHANGA, A. M.; LIUC, L. Synthesis of alumina nanosheets via supercritical fluid technology with high uranyl adsorptive capacity. **New Journal of Chemistry**, v. 37, p. 366-372, 2013.

YUXIN, M.; FENGMEI, S.; JUN, M.; MIAONAN, W.; JUN, Z.; CONGJIE, G. Effect of PEG additive on the morphology and performance of polysulfone ultrafiltration membranes. **Desalination**, v. 272, p. 51-58, 2011.

ZAWRAH, M. F.; KHATTAB, R. M.; GIRGIS, L. G.; SHEREEFY, E. E. E.; SAWAN, S. E. Effect of CTAB as a foaming agent on the properties of alumina ceramic membranes. **Ceramics International**, v. 40, p. 5299-5305, 2014.

ZHANG, G.; LU, S.; ZHANG, L.; MENG, Q.; SHEN, C.; ZHANG, J. Novel polysulfone hybrid ultrafiltration membrane prepared with TiO₂-g-HEMA and its antifouling characteristics. **Journal of Membrane Science**, v. 436, p.163-173, 2013.

ANEXO

Anexo A - Ficha técnica da polietersulfona (Veradel® 3000P).

Technical Data

SOLVAY SPECIALTY POLYMERS
More Products with More Performance™

Veradel® 3000P

polyethersulfone

Veradel 3000P, 3100P, 3200P, 3400P and 3600P are polyethersulfone (PESU) powders for dissolving or dispersing into solutions. They can also be ground to smaller particle size or blended with other solid particles. The grades differ by their molecular weights, with 3000P the highest and 3600P the lowest. There is a direct correlation between molecular weight and solution viscosity.

PESU offers excellent toughness and outstanding hydrolytic resistance. It resists attack from steam, boiling water, and

mineral acids. Cast films or coatings of PESU are transparent and have additional desirable properties including long term thermal stability, excellent metal adhesion and formability and inherent flame resistance.

Typical applications include high-temperature coating formulations, membranes, advanced high-temperature composites, and specialty adhesives.

This grade was formerly marketed as Gafone™ PESU

General

Material Status	• Commercial: Active		
Availability	• Africa & Middle East • Asia Pacific	• Europe • North America	• South America
Features	• Acid Resistant • Flame Retardant • Food Contact Acceptable • Good Adhesion • Good Chemical Resistance	• Good Creep Resistance • Good Dimensional Stability • Good Thermal Stability • Good Toughness • High Heat Resistance	• High Molecular Weight • High Tensile Strength • Hydrolysis Resistant • Low Flow • Medium Rigidity
Uses	• Membranes		
Agency Ratings	• NSF 61 ¹		
RoHS Compliance	• Contact Manufacturer		
Appearance	• Transparent - Slight Yellow		
Forms	• Granules	• Powder	
Processing Method	• Cast Film • Coating	• Solution Processing • Spraying	

Physical	Typical Value	Unit	Test Method
Specific Gravity	1.37	g/cm ³	ASTM D792
Water Absorption (24 hr)	0.60	%	ASTM D570
Solution Viscosity ²	1450	mPa·s	Internal Method
Residual Solvent	0.50	%	Internal Method
Thermal	Typical Value	Unit	Test Method
Glass Transition Temperature	220	°C	ASTM E1356
CLTE - Flow	0.000049	cm/cm/°C	ASTM D696

Notes

Typical properties: these are not to be construed as specifications.

¹ Tested at 82 °C (180 °F) (Commercial Hot). Only products bearing the NSF Mark are Certified.

² 25% in dimethylacetamide at 40°C

www.SolvaySpecialtyPolymers.com

Contact Solvay Specialty Polymers

Europe, Middle East and Africa SpecialtyPolymers.EMEA@solvay.com
Americas SpecialtyPolymers.Americas@solvay.com
Asia and Australia SpecialtyPolymers.Asia@solvay.com

For assistance with an emergency involving this product, such as spill, leak, fire or explosion, call day or night:

Emergency Health Information

USA +1.800.621.4590

International +1.770.772.8577

Emergency Spill Information

USA +1.800.424.9300

+1.703.527.3887 (CHEMTREC)

Europe +44.208.762.8322 (CARECHEM)

China +86.10.5100.3039

All other Asian countries +65.633.44.177

For additional product information, technical assistance and Material Safety Data Sheets (MSDS), call:

USA + 1.800.621.4557 / +1.770.772.8760

Europe +39.02.3835.1

Japan +81.3.5425.4300

China & Southeast Asia +86.21.5080.5080

Material Safety Data Sheets (MSDS) for products of Solvay Specialty Polymers are available upon request from your sales representative or by emailing us at specialtypolymers@solvay.com. Always consult the appropriate MSDS before using any of our products.

Solvay Specialty Polymers is comprised of the activities of the Solvay Advanced Polymers, Solvay Solexis and Solvay Performance companies along with the Ion® and Dofan® PVDC products lines. To our actual knowledge, the information contained herein is accurate as of the date of this document. However the companies that comprise Solvay Specialty Polymers and none of their affiliates make any warranty, express or implied, or accepts any liability in connection with this information or its use. Only products designated as part of the Solvay® family of biomaterials may be considered as candidates for implantable medical devices; Solvay Specialty Polymers does not allow or support the use of any other products in any implant applications. This information is for use by technically skilled persons at their own discretion and risk and does not relate to the use of this product in combination with any other substance or any other process. This is not a license under any patent or other proprietary right. The user alone must finally determine suitability of any information or material for any contemplated use in compliance with applicable law, the manner of use and whether any patents are infringed. This information gives typical properties only and is not to be used for specification purposes. All companies comprising Solvay Specialty Polymers reserve the right to make additions, deletions or modifications to the information at any time without prior notification.

All trademarks and registered trademarks are property of the companies that comprise Solvay Specialty Polymers or their respective owners. © 2012 Solvay Specialty Polymers. All rights reserved.



a Passion for Progress®

Anexo B - Boletim técnico do solvente NMP.

SIGMA-ALDRICH

sigma-aldrich.com

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA

Website: www.sigmaaldrich.comEmail USA: techserv@sial.comOutside USA: eurtechserv@sial.com**Product Specification**

Product Name:

2-Pyrrolidinone 99%

Product Number:

P74370

CAS Number:

616-45-5

MDL:

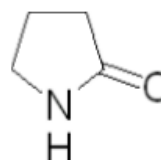
MFCD00005270

Formula:

C₄H₇NO

Formula Weight:

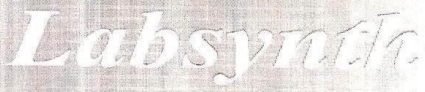
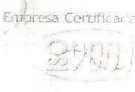

85.1 g/mol



TEST	Specification
Appearance (Color) Colorless to Pale Yellow or White	Conforms to Requirements
Appearance (Form) Liquid or Solid	Conforms to Requirements
Infrared spectrum	Conforms to Structure
Purity (GC)	≥98.5 %

Sigma-Aldrich warrants, that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at Sigma-Aldrich.com. For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

Anexo C - Boletim técnico do PVP.

  		FAB. : 04/10/2012
		VAL. : 04/10/2016
DEPARTAMENTO DE CONTROLE DE QUALIDADE		Origem : -----
BOLETIM TÉCNICO		Lote Fabricante : -----
PRODUTO		
POLIVINILPIRROLIDONA / PVP K-30		
LOTE	FÓRMULA	P.M.
159675	(C ₆ H ₉ N O) n	-----
		CHAVE AUTENTICIDADE
		UNMMT-HESZI-FVVRZ-DLEFQ

TESTES	LIMITES	RESULTADOS
01 CARACTERÍSTICAS	Pó fino, branco amarelado, leve odor próprio	de acordo
02 pH SOL. 5% p/v	3,0 - 7,0	3,70
03 ÁGUA (K.F.)	máx. 5,0%	4,59%
04 CINZAS SULFATADAS	máx. 0,1%	0,1%
05 VINILPIRROLIDONA	máx. 0,1%	< 0,1%
06 VALOR DE K	27,0 - 34,0	30,13
07 TEOR	min. 95,0% b.a.	95,41%

DATA EMISSÃO	ANALISTA	RESPONSÁVEL	RESULTADO
10/10/2012	TATIANE	IZILDA MORELLI	APROVADO

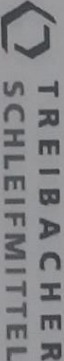
CERTIFICADO EMITIDO VIA SISTEMA INTEGRADO COM APROVAÇÃO ELETRÔNICA

Página 01 de 01

Labsynth Produtos para Laboratórios Ltda.

Av. Dr. Sílvio Guimarães, 3857 - Vila Mary - Diadema - SP - CEP 09500-006 - Tel: (11) 4672-6110 - Fax: (11) 4270-9177 - C. B. R. J. 01.462.421/0001-52 - I.E. 060.066.388/111
 W: www.labsynth.com.br E-mail: synth@synth.com.br

Anexo D – Análise química do SiC.

<p>TREIBACHER SCHLEIFMITTEL BRASIL Ltda Rua Marechal Rondon, 107 - Bairro da Estação, Saito - SP Validade: Indeterminado Validity date: not determined</p>										<p>Certificado de Análise Certificate of Analysis</p>			
<p>Cliente / Customer HELIO DE LUCENA LIRA</p>										<p>Pedido / Confirmation N° 40954</p>		<p>Nota Fiscal / Delivery Note N° 29206</p>	
<p>ANÁLISE QUÍMICA / CHEMICAL ANALYSIS %</p>										<p>Data de Emissão / Date of Shipmen 4/12/2013</p>			
Tipo Type	Grão Grit	Lote/Batch da/from	a/ko	KG	SiC	Fe	Si+SiO2	Al	C.L.	Fe2O3	Al2O3	Observação Remarks	
BSICSK	1200	46340		3	96,06	0,50	2,49	0,39	0,00	0,71	0,74		
<p>Observação / Remarks</p>													
<p>Controle de Qualidade/Quality Control Amélia Mendes Quality Control Supt. Amélia.Mendes@treibacher.com.br</p>													