

Universidade Federal de Campina Grande
Centro de Ciências e Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

**DESENVOLVIMENTO DE MEMBRANAS ASSIMÉTRICAS
DE ALUMINA PARA PRÉ-TRATAMENTO DE ÁGUA**

Rafael Vilar França

Campina Grande – PB

Outubro – 2006

Universidade Federal de Campina Grande
Centro de Ciências e Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

DESENVOLVIMENTO DE MEMBRANAS ASSIMÉTRICAS DE
ALUMINA PARA PRÉ-TRATAMENTO DE ÁGUA

Rafael Vilar França

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais do Centro de Ciências e Tecnologia da Universidade Federal de Campina Grande, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciências e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Helio de Lucena Lira

Agência Financiadora: CAPES

CAMPINA GRANDE – PB

Outubro – 2006

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCG

F814d França, Rafael Vilar
2006 Desenvolvimento de membranas assimétricas de alumina para pré-tratamento de água /Rafael Vilar França. – Campina Grande: 2006.
116fs. : il.

Referências.

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

Orientador: Hélio de Lucena Lira.

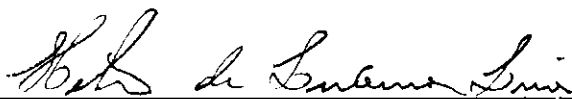
1— Membranas Cerâmicas Assimétricas 2— Alumina 3— Pré-Tratamento de Água I— Título

CDU 544.725.2


DESENVOLVIMENTO DE MEMBRANAS ASSIMÉTRICAS DE ALUMINA PARA PRÉ- TRATAMENTO DE ÁGUA

Rafael Vilar França

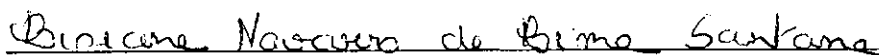
Dissertação aprovada em 27/10/2006, pela banca examinadora
constituída dos seguintes professores.



Prof. Dr. Hélio de Lucena Lira
Orientador
UAEMa – UFCG



Prof.ª Dr.ª Normanda Lino de Freitas
Examinador Externo
Pesquisadora DCR da UAEMa – UFCG



Prof.ª Dr.ª Lisiane Navarro de Lima Santana
Examinador Interno
UAEMa – UFCG

Campina Grande – PB
Outubro de 2006

VITAE DO CANDIDATO

Engenheiro de Materiais pela UFCG (2004)

AGRADECIMENTOS

Primeiramente aos meus pais, Kepler Borges França e Rosângela Maria Vilar, pelo incentivo, apoio, amor e confiança sempre destinados a minha pessoa. Obrigado por todo esforço que fizeram para disponibilizar aos seus filhos a melhor educação possível.

A minha avó, Maria de Lourdes Coura Vilar (In Memoriam), a minha irmã, Milena Vilar França e meus tios João Adolfo Mayer e Luciana Marta Vilar Mayer que sempre estiveram ao meu lado em todos os momentos.

A todos os professores da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da UFCG, em especial para Hélio Lucena Lira, sendo ele não só um grande orientador e incentivador, mas também um grande amigo. Obrigado pela ajuda no meu crescimento profissional.

Não posso esquecer de Márcia Isabel Cirne e Marcos José Costa Espínola, que como companheiros dos meus pais também estiveram presentes na minha formação acadêmica, sempre me ajudando quando preciso.

A minha equipe de basquetebol e aos meus amigos que sempre me alegraram e me divertiram em especial aos colegas Leonardo, Fabio, Elizabete, Marcus, Fabinho (In Memoriam), Hevelter, Dudu, Arthur, Neto, Cacau, Ciro, André e Nino. Obrigado a todos por serem ótimos companheiros.

Aos técnicos e funcionários dos laboratórios de engenharia de materiais e do LABDES pelo apoio recebido.

Aos amigos e colegas de curso e laboratório, Sidnei, André, Fernando, Diva, Tânia e Alice pela colaboração no desenvolvimento deste trabalho.

Aos amigos Heber Junior e Ingrid, pelo apoio técnico durante a realização dos ensaios e desenvolvimento deste trabalho; obrigado pela amizade e companheirismo.

Ao CNPq/CAPES/UFCG, pelo apoio financeiro.

RESUMO

Desenvolvimento de membranas assimétricas de alumina para pré-tratamento de água

Rafael Vilar França

A crescente preocupação mundial com a preservação ambiental vem impondo mudanças no gerenciamento de resíduos industriais, o que vem contribuindo na busca por novas tecnologias de tratamento desses resíduos. Processos que vêm recebendo crescente atenção devido a sua eficiência energética e facilidade de operação são os que utilizam membranas como princípio ativo de seu funcionamento. As membranas cerâmicas destacam-se pela sua superioridade comparadas às membranas poliméricas em relação à estabilidade térmica, química e mecânica e resistência à degradação. Sendo assim, este trabalho tem como objetivo desenvolver membranas cerâmicas tubulares assimétricas de alumina, com o intuito de verificar sua aplicabilidade no pré-tratamento de água. Para tanto foram preparadas membranas cerâmicas tubulares assimétricas utilizando aluminas nacionais, de características diferentes, e um efluente sintético para avaliar o desempenho das membranas no pré-tratamento de água. A caracterização das membranas foi realizada por meio das técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV), porosimetria de mercúrio, análise termogravimétrica e difração de raios-X, e a sua viabilidade por medidas de fluxo e rejeição, em laboratório, para o pré-tratamento de água. Os resultados obtidos mostram que: a) a alumina nacional apresenta características adequadas para a produção de membranas cerâmicas assimétricas; b) todas as membranas se mostraram eficientes no tratamento do efluente sintético, reduzindo os valores de turbidez para valores próximos de zero e c) a membrana C, com menor espessura da camada ativa e maior uniformidade, apresentou desempenho superior as demais membranas estudadas, combinando alta eficiência e permeabilidade.

Palavras-chave: Membranas cerâmicas assimétricas; alumina; pré-tratamento de água.

ABSTRACT

Development of asymmetrical alumina membranes for water pretreatment

Rafael Vilar França

The growing worldwide concern with environmental preservation has forced changes in industrial waste management, promoting the search for new technologies of waste treatment. Increasingly in evidence due to their energetic efficiency and ease of use are the processes that have membranes in the active functional role. Ceramic membranes are deemed superior relative to polymeric ones in the areas of thermal, chemical and mechanical stability as well as resistance to tear and wear. In this context, the present study aims the development of asymmetrical tubular alumina ceramic membranes for evaluation of their applicability in water pretreatment. To this end, asymmetrical tubular ceramic membranes were produced using Brazilian aluminas, with distinct characteristics, and one synthetic effluent to evaluate their performance. The characterization of the membranes was made using electronical microscopic scanning, mercury porosimetry, thermogravimetric analysis and X-ray diffraction techniques, and their viability tested using laboratorial flow and rejection measurements for water pretreatment. The results showed that: a) Brazilian alumina evinced adequate characteristics for production of asymmetrical ceramic membranes; b) all membranes were efficient in the treatment of the synthetic effluent, reducing turbidity values to near zero; and c) the "C" membrane, with lesser width of the active layer and greater uniformity, evinced the best performance of all membranes in the study, combining high efficiency and permeability.

Keywords: Asymmetrical ceramic membranes; alumina; water pretreatment.

PUBLICAÇÕES

FRANÇA, R.V.; LIRA, H.L.; Desenvolvimento e caracterização de membranas cerâmicas de microfiltração à base de alumina. In: XVI Congresso Brasileiro de ENGENHARIA QUÍMICA. Anais.....Santos - SP. Setembro, 2006

FRANÇA, R.V.; LIRA, H.L.; Desenvolvimento de membranas assimétricas de alumina para pré-tratamento de água. In: 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica. Anais.....Blumenau-SC. Maio, 2006

Sumário

1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	4
2.1 Objetivo Geral	4
2.2 Objetivos Específicos	4
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	6
3.1 Histórico das pesquisas em membranas inorgânicas	6
3.2 Estrutura das membranas inorgânicas e suas vantagens	8
3.3 Membranas cerâmicas	15
3.3.1 Métodos de conformação das membranas cerâmicas assimétricas	16
3.3.2 Métodos de conformação dos suportes	18
3.3.3 Processos de recobrimento de membranas	22
3.3.4 Caracterização das membranas	25
3.3.4.1 Absorção de água e porosidade aparente	27
3.3.4.2 Microscopia eletrônica	28
3.3.4.3 Porosimetria pelo método de intrusão de mercúrio	28
3.3.5 Propriedades das membranas cerâmicas	29
3.3.6 Tipos de membranas	30
3.3.7 Aplicação das membranas cerâmicas	32
3.3.8 Tratamento de água contaminada por resíduos sólidos utilizando a tecnologia de membranas	34
3.4 Alumina	36
3.4.1 Obtenção pelo processo Bayer	36
3.4.2 Membranas de alumina e suas aplicações	38
4. MATERIAIS E MÉTODOS	40
4.1 Primeira etapa: Confeção de suportes tubulares	40
4.1.1 Materiais.....	40
4.1.2 Metodologia	41
4.1.2.1 Confeção dos suportes tubulares	41

4.1.2.2 Caracterização dos suportes tubulares cerâmicos	44
4.1.2.3 Avaliação dos suportes no pré-tratamento de água	47
4.2 Segunda etapa: Confeção das membranas cerâmicas assimétricas	49
4.2.1 Materiais	49
4.2.2 Metodologia	49
4.2.2.1 Confeção e caracterização das membranas assimétricas .	49
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO	54
5.1 Primeira etapa: Suportes tubulares cerâmicos	54
5.1.1 Caracterização morfológica dos suportes tubulares cerâmicos	54
5.1.2 Avaliação dos suportes no pré-tratamento de água	62
5.2 Segunda etapa: Membranas cerâmicas assimétricas	71
5.2.1 Membranas cerâmicas assimétricas	71
5.2.2 Avaliação das membranas no pré-tratamento de água	82
6. CONCLUSÕES	94
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	96
BIBLIOGRAFIA	98
ANEXOS	104

Simbologia e Abreviaturas

Simbologia

A – Área útil da membrana

J – Fluxo de permeado

J_0 – Fluxo de água permeada pelos suportes

J_R – Fluxo relativo

P – Pressão

R – Rendimento da membrana

S1 – Suporte tubular cerâmico tipo 1

S2 – Suporte tubular cerâmico tipo 2

t – Tempo

T – Turbidez da água permeada pelo suporte

T_0 – Turbidez do efluente sintético

V – Volume de água permeada

Abreviaturas

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

CCT – Centro de Ciências e Tecnologia

CONAMA – Conselho Nacional do Meio Ambiente

CTGÁS – Centro de Tecnologias do Gás

CVD – Deposição química de vapor

DRX – Difração de raios-X

EPUSP – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo

F – Filtração

LABDES – Laboratório de Referência em Dessalinização

MET – Microscopia eletrônica de transmissão

MEV – Microscopia eletrônica de varredura

MF – Microfiltração

NF – Nanofiltração

NTU – Unidade nefelométrica de turbidez

OI – Osmose inversa

PM – Peso molecular médio

TG – Análise termogravimétrica

UAEMa – Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais

UAEQ – Unidade Acadêmica de Engenharia Química

UF – Ultrafiltração

UFCG – Universidade Federal de Campina Grande

UFPB – Universidade Federal da Paraíba

Lista de Tabelas

Tabela 1	Processos de separação por membranas comerciais (Adaptado de: Habert et al., 1997)	34
Tabela 2	Composição dos suportes tubulares cerâmicos	41
Tabela 3	Patamares de aquecimento para sinterização suportes tubulares	42
Tabela 4	Valores do diâmetro médio dos poros e da porosidade dos suportes	58
Tabela 5	Valores dos ensaios de turbidez do efluente sintético para os suportes	69
Tabela 6	Valores médios dos fluxos permeados com água destilada no estado estacionário das membranas	79
Tabela 7	Valores médios dos fluxos permeados com o efluente sintético no estado estacionário das membranas	84
Tabela 8	Valores dos ensaios de turbidez do efluente sintético	90
Tabela 9	Fluxos de água destilada permeados pelo suporte S1	105
Tabela 10	Fluxos de água destilada permeados pelo suporte S1	106
Tabela 11	Fluxos e turbidez do efluente sintético permeados pelo suporte S1	107
Tabela 12	Fluxos e turbidez do efluente sintético permeados pelo suporte S2	108
Tabela 13	Fluxos de água destilada permeados pela membrana A	109
Tabela 14	Fluxos de água destilada permeados pela membrana B	110
Tabela 15	Fluxos de água destilada permeados pela membrana C	111
Tabela 16	Fluxos de água destilada permeados pela membrana D	112
Tabela 17	Fluxos e turbidez do efluente sintético permeado pela membrana A	113
Tabela 18	Fluxos e turbidez do efluente sintético permeado pela membrana B	114

Tabela 19	Fluxos e turbidez do efluente sintético permeado pela membrana C	115
Tabela 20	Fluxos e turbidez do efluente sintético permeado pela membrana D	116

Lista de Figuras

Figura 1	Quadro comparativo entre os processos clássicos e os processos com membranas (Fonte: Habert et al., 1997)	9
Figura 2	Representação esquemática do processo sol-gel	17
Figura 3	Esquema de extrusora com parafuso simples (Fonte: França, 2004)	21
Figura 4	Representação esquemática da técnica de “dip coating” (Fonte: Nassar et al., 2003)	23
Figura 5	Método “spin coating”. Etapas 1, 2, 3 e 4 (Fonte: Bornside et al., 1987)	25
Figura 6	Ilustração de uma membrana depositada sobre um substrato poroso (Fonte: França, 2004)	26
Figura 7	Filtração convencional (“dead end”) x filtração tangencial ou em fluxo cruzado (“cross-flow”) (Fonte: HABERT et al., 1997)	31
Figura 8	Sistema básico de membrana “cross-flow”	32
Figura 9	Fluxograma do processo Bayer (CONSTANTINO et al., 2005)	37
Figura 10	Fluxograma do processo de obtenção dos suportes tubulares cerâmicos	43
Figura 11	Esquematização do sistema de fluxo tangencial (Fonte: Silva, 2006)	45
Figura 12	Fluxograma da preparação da solução à base de alumina	51
Figura 13	Micrografias dos suportes cerâmicos S1 e S2	55
Figura 14	Gráfico do diâmetro médio de poros em função do volume de intrusão de mercúrio acumulado no suporte S1	56
Figura 15	Gráfico do diâmetro médio de poros em função do volume de intrusão de mercúrio acumulado no suporte S2	56
Figura 16	Gráfico da distribuição de tamanho médio de poros em	

	função da variação do volume de intrusão de mercúrio no suporte S1	57
Figura 17	Gráfico da distribuição de tamanho médio de poros em função da variação do volume de intrusão de mercúrio no suporte S2	57
Figura 18	Análise termogravimétrica do suporte cerâmico	59
Figura 19	Difração de raios-X da massa e do suporte cerâmico S2 ..	60
Figura 20	Gráfico do fluxo de água destilada permeada através do suporte S1.....	61
Figura 21	Gráfico do fluxo de água destilada permeada através do suporte S2	61
Figura 22	Gráfico comparativo dos fluxos de água destilada permeada pelos suportes cerâmicos	62
Figura 23	Distribuição granulométrica das partículas em suspensão no efluente sintético	63
Figura 24	Distribuição granulométrica das partículas em suspensão no efluente sintético permeado pelo suporte S2	64
Figura 25	Gráfico do fluxo do efluente sintético permeado pelo suporte S1	65
Figura 26	Gráfico do fluxo do efluente sintético permeado pelo suporte S2	65
Figura 27	Gráfico comparativo dos fluxos do efluente sintético permeado pelos suportes cerâmicos	66
Figura 28	Gráfico do fluxo relativo permeado pelo suporte S1	67
Figura 29	Gráfico do fluxo relativo permeado pelo suporte S2	67
Figura 30	Gráfico comparativo dos fluxos relativos dos suportes cerâmicos	68
Figura 31	Gráfico do rendimento do suporte S1	69
Figura 32	Gráfico do rendimento do suporte S2	70
Figura 33	Distribuição granulométrica das partículas da alumina APC	71

Figura 34	Distribuição granulométrica das partículas da alumina APC 2011 SG	72
Figura 35	Distribuição granulométrica das partículas da alumina APC 2011 SG moída durante 10, 20, 30 e 60 min	73
Figura 36	Distribuição granulométrica das partículas da alumina APC 2011 SG moída em água por 24h	74
Figura 37	Distribuição granulométrica das partículas da alumina APC 2011 SG moída em álcool etílico por 24h	75
Figura 38	(a) micrografia da superfície interna (camada ativa) e (b) micrografia do corte longitudinal, para membrana cerâmica A	76
Figura 39	(a) micrografia da superfície interna (camada ativa) e (b) micrografia do corte longitudinal, para membrana cerâmica B	77
Figura 40	(a) micrografia da superfície interna (camada ativa) e (b) micrografia do corte longitudinal, para membrana cerâmica C	77
Figura 41	(a) micrografia da superfície interna (camada ativa) e (b) micrografia do corte longitudinal, para membrana cerâmica D	78
Figura 42	Gráfico do fluxo de água destilada permeada através da membrana A	80
Figura 43	Gráfico do fluxo de água destilada permeada através da membrana B	80
Figura 44	Gráfico do fluxo de água destilada permeada através da membrana C	81
Figura 45	Gráfico do fluxo de água destilada permeada através da membrana D	81
Figura 46	Gráfico comparativo dos fluxos de água destilada permeada pelas membranas	82
Figura 47	Gráfico do fluxo do efluente sintético permeado pela	

	membrana A	84
Figura 48	Gráfico do fluxo do efluente sintético permeado pela membrana B	85
Figura 49	Gráfico do fluxo do efluente sintético permeado pela membrana C	85
Figura 50	Gráfico do fluxo do efluente sintético permeado pela membrana D	86
Figura 51	Gráfico comparativo dos fluxos do efluente sintético permeado pelas membranas	86
Figura 52	Gráfico do fluxo relativo permeado pela membrana A	87
Figura 53	Gráfico do fluxo relativo permeado pela membrana B	88
Figura 54	Gráfico do fluxo relativo permeado pela membrana C	88
Figura 55	Gráfico do fluxo relativo permeado pela membrana D	89
Figura 56	Gráfico comparativo dos fluxos relativos das membranas .	89
Figura 57	Gráfico do rendimento da membrana A	91
Figura 58	Gráfico do rendimento da membrana B	91
Figura 59	Gráfico do rendimento da membrana C	92
Figura 60	Gráfico do rendimento da membrana D	92

1. INTRODUÇÃO

Uma das grandes dificuldades do uso de águas subterrâneas e de superfície pelo homem se deve não apenas a salinidade da água, mas também pelo teor de sólidos em suspensão e contaminação por bactérias e coliformes, que podem ser removidos para produzir água potável por alguns métodos convencionais, como a filtração, em combinação com outros processos, tais como floculação, coagulação, decantação e desinfecção.

Os filtros tradicionais são usados de maneira satisfatória para água com baixo teor de partículas em suspensão e colóides e com um nível de turbidez abaixo de 20 NTU (unidade nefelométrica de turbidez). Em alguns casos a água do subsolo, bem como de superfície pode ter um nível de turbidez maior que 100 NTU tornando os filtros tradicionais ineficientes, devido a um provável entupimento e uma não remoção adequada das bactérias presentes nas águas. Uma solução viável é a utilização de membranas porosas, que são estruturas contendo poros cuja função é a de separar, concentrar e purificar as espécies químicas presentes nas fases através da restrição total ou parcial do transporte de uma ou várias espécies.

Nos últimos anos o volume de pesquisas e desenvolvimento de membranas tem crescido consideravelmente e, como resultado inevitável do seu processo de desenvolvimento, muitas idéias têm surgido quanto ao seu potencial de aplicação (BURGGRAAF e COT, 1996).

As membranas cerâmicas, principalmente de microfiltração e ultrafiltração são bastante efetivas na descontaminação das bactérias, podendo ser usadas antes do processo de dessalinização com osmose inversa, para proteção das membranas.

O processo de fluxo cruzado com membranas é uma alternativa viável para o tratamento de vários tipos de água com alto teor de sólidos em suspensão. O fluxo de uma membrana de alumina com 0,2 μ m de tamanho de poros pode se manter a um valor de aproximadamente 800 l/hora.m². A turbidez pode ser

significativamente diminuída de 20 NTU para 0,5 NTU. As membranas de microfiltração são capazes de tratar a água subterrânea em alguns casos especiais. Ambas as membranas de microfiltração (0,2 μ m) e ultrafiltração (4nm) de alumina são muito eficientes na remoção de bactérias. Por exemplo, em uma água de lagoa onde o nível de bactérias pode atingir valores na faixa de 1000-5000un/cm³ as membranas de microfiltração e ultrafiltração podem reduzir estes valores para 0,03-0,4un/cm³ e 0,03-0,1un/cm³, respectivamente. Para o teor de coliformes os níveis podem cair de 50-1200un/cm³ para zero em ambos os tipos de membranas. No caso das membranas de ultrafiltração, além da descontaminação de bactérias podem também reduzir alguns íons tais como sulfatos (de 118mg/l para 1,5mg/l) e nitritos (de 0,22mg/l para 0,02 mg/l). Esta remoção é associada à complexação que ocorre com estes íons como os ácidos húmicos que por sua vez são retidos pela membrana(SCHNEIDER e TSUTIYA, 2001).

As membranas cerâmicas apresentam propriedades essenciais para filtração, tais como inércia química, estabilidade biológica e resistência a altas temperaturas (BHAVE, 1991). Com o grande avanço tecnológico alcançado na área de cerâmica é possível também obter uma considerável diminuição dos tamanhos dos poros, tornando viável a utilização de tais membranas em microfiltrações e mais recentemente em nanofiltrações (MULDER, 1991).

Membranas em geral são amplamente empregadas em processos de separação por microfiltração, em áreas de tratamento de rejeitos industriais, processamento de alimentos, dessalinização de águas, processos biomédicos, têxteis e químicos. O emprego das tradicionais membranas poliméricas é limitado a temperaturas inferiores a 250°C e sofrem degradação acelerada em pH extremamente ácido ou na presença de solventes orgânicos (SANTOS et al., 1995).

A desvantagem principal das membranas cerâmicas é a fragilidade, podendo ser contornada suportando-a em um substrato poroso, tendo também um alto custo de produção, que limita seu uso em aplicações laboratoriais (COT,

1991). Em geral, a membrana cerâmica é constituída por várias camadas (filmes extremamente finos contendo poros abertos) depositadas sobre este suporte, de maneira que deixe passar o solvente da solução e retenha o soluto. A deposição de filmes é uma técnica em plena expansão, que pode ser realizada principalmente pelos processos de “sputtering”, deposição química de vapor (CVD), “plasma spray”, “flame spray”, “dip coating” e “spin coating”.

Com base nos aspectos acima citados a motivação para este trabalho é impulsionada por dois fatores. Primeiro a importância tecnológica da utilização de membranas no tratamento de efluentes. Segundo, o sucesso alcançado na produção de membranas cerâmicas, que oferecem vantagens práticas para os engenheiros.

Assim, este trabalho tem como objetivo produzir em laboratório, membranas assimétricas cerâmicas à base de alumina, com o intuito de verificar sua aplicação no pré-tratamento de água.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

Este trabalho tem como objetivo desenvolver membranas cerâmicas assimétricas de alumina, com o intuito de verificar sua aplicabilidade no pré-tratamento de água.

2.2. Objetivos Específicos

Como objetivos específicos foram propostos:

- a) preparar suporte poroso de alumina, obtidos por extrusão na forma de tubos;
- b) avaliar diferentes tempos de moagem da alumina industrial e realizar a caracterização granulométrica a laser para avaliar o tamanho do aglomerado das aluminas em estudo;
- c) preparar membranas assimétricas de microfiltração obtidas por deposição de barbotina de alumina. Neste caso será avaliada a influência da espessura do filme depositado;
- d) analisar o tamanho, a forma e a distribuição do tamanho de poros dos suportes porosos e das membranas cerâmicas assimétricas, por meio da caracterização microestrutural, com o uso das técnicas de microscopia eletrônica de varredura, porosimetria por intrusão de mercúrio, análise termogravimétrica e difração de raios-X;

-
- e) promover ensaios de fluxo tangencial com água destilada para verificar a permeabilidade dos suportes porosos e das membranas assimétricas e,
 - f) fazer testes de aplicação em processo de separação para tratamento de água, verificando o rendimento dos suportes porosos e das membranas assimétricas no processo de separação.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Histórico das pesquisas em membranas inorgânicas

As membranas sintéticas surgiram como uma tentativa de se imitar as membranas naturais, em particular quanto às suas características únicas de seletividade e permeabilidade. Para tanto, houve a necessidade da observação e compreensão do fenômeno de permeação, além do desenvolvimento tecnológico concernente à produção de membranas (HABERT et al., 1997).

O desenvolvimento dos processos de separação por membranas e suas aplicações industriais podem ser considerados relativamente recentes, principalmente levando-se em conta que fenômenos envolvendo membranas vêm sendo estudados há mais de um século. O primeiro registro de que se tem notícia sobre um estudo relativo a fenômenos com membranas data de 1748 e se deve a um abade francês de nome Abbé Jean Antoine Nollet. Ele imergiu em água pura um copo cheio de vinho vedado por uma bexiga (membrana) de origem animal. Após certo tempo, ele observou que a água pura penetrava através da bexiga provocando um inchamento e até mesmo, em alguns casos, o rompimento da bexiga, evidenciando assim, as características de permeabilidade de uma membrana (MULDER, 1991). Mais tarde, em 1823, Dutrochet introduziu o termo osmose para designar o fluxo espontâneo do líquido através de uma membrana permeável (BODDEKER, 1995).

A concepção de membranas inorgânicas de microfiltração ou ultrafiltração não é nova. A estrutura básica destas membranas não é diferente daquelas membranas de difusão de gás (BHAVE, 1991).

Em 1928, Darim et al. propuseram a primeira idéia para a obtenção de membranas de sílica pelo método sol-gel, porém o método não foi bem sucedido na sintetização dos espécimes adequados para medição da pressão osmótica. Tempos depois, filmes finos como revestimento em substratos não-porosos foram obtidos pelo processo sol-gel, mas apenas poucas tentativas foram feitas para se

obterem filtros de sílica. Neste método o material fibroso era revestido com sílica-gel. Quando a amostra de sílica-gel era rapidamente aquecida em alta temperatura, a água evaporada produzia um efeito catalítico, de forma que a área superficial era grandemente reduzida. Mas, se a secagem fosse gradual, ocorria um escape de água mais efetivo antes da temperatura de sintetização ser alcançada (LARBOT et al., 1989).

A primeira tentativa para uso da alta resistência mecânica nos suportes inorgânicos tem como provável data, 1960, quando membranas dinâmicas feitas de mistura de hidróxido de zircônia e ácido poliacrílico depositados sobre um suporte cerâmico ou carbônico poroso foi desenvolvida pela OAK Ridge National Laboratory nos EUA (BHAVE, 1991).

Seymour et al. em 1991, desenvolveram membranas inorgânicas suportadas, preparadas a partir de soluções multicomponentes à base de sílica-alumina. As membranas que foram preparadas por vários ciclos de mergulho/secagem sem calcinação não apresentaram bons resultados, desta forma, decidiram incluir ciclos com calcinação para a obtenção de resultados mais promissores. Observaram, então, uma redução de 30% no tamanho dos poros da membrana, e minimização das fendas.

Santos et al. em 1994, estudaram a preparação pelo método de colagem convencional de membranas de SnO₂ suportadas em substrato à base de caulim e de alumina, enfocando principalmente o efeito do tempo de contato e da concentração de suspensão nas características físicas estruturais das membranas. As amostras pré-calcinadas apresentavam elevado volume total de poros. Além disso, notou-se que a porosidade diminui consideravelmente com o avanço do tempo de sintetização, isto não era observado nas amostras sem pré-calcinação. É interessante observar que os substratos à base de alumina apresentam distribuição de tamanho de poros bastante estreita, com diâmetro médio superior ao valor obtido para as amostras de caulim. Geralmente a permeabilidade através do substrato é proporcional ao volume poroso e ao diâmetro médio dos poros. Deste modo, as amostras preparadas com caulim pré-

calcinado e com alumina apresentam características mais adequadas para o uso como substratos microporosos.

Atualmente as principais membranas inorgânicas comercializadas são fabricadas com suportes compostos de elementos tubulares ou multicanaís, geralmente preparados por extrusão. Essas membranas têm por qualidade uma alta resistência a solventes, radiações, pressões, temperaturas, e pH extremos, o que as confere longa duração de vida.

3.2 Estrutura das membranas inorgânicas e suas vantagens

Uma membrana é definida como uma barreira semipermeável entre duas fases, a qual previne um contato intimamente. A barreira pode ser permeseletiva. Geralmente as membranas são combinadas em um módulo, o qual é uma unidade pequena e prática, contendo uma série de membranas mais um suporte poroso (BURGGRAAF et al., 1985). Segundo LARBOT (1991), as membranas cerâmicas podem ser descritas como cerâmicas porosas assimétricas, quando formadas por um suporte macroporoso com sucessivas camadas finas.

A morfologia da membrana e a natureza do material que a constitui são algumas das características que vão definir o tipo de aplicação e a eficiência na separação (HABERT et al., 1997). Dessa forma, a aplicação da membrana cerâmica é função de sua microporosidade. Tais membranas podem ser utilizadas em processos de filtração (F), microfiltração (MF), ultrafiltração (UF) e nanofiltração (NF). No processo de filtração, as membranas devem apresentar diâmetro compreendido entre 10 e 100 μm (COT, 1988). Para microfiltração, o diâmetro médio dos poros e de 0,1 a 10 μm . Em membranas para ultrafiltração, o diâmetro dos poros situa-se entre 1 e 100 nm, devendo ser inferior a 1 nm para separação de gases (COT, 1988). Já em membranas para o processo de nanofiltração, o diâmetro dos poros é compreendido entre 0,5 e 2 nm (ANÔNIMO, 1991).

Os processos de Microfiltração (MF), Ultrafiltração (UF), Nanofiltração (NF) e Osmose Inversa (OI) podem ser entendidos como uma extensão dos processos de filtração clássica que utilizam, nesta seqüência, meios filtrantes (membranas) cada vez mais fechados, ou seja, com poros cada vez menores (no caso da osmose inversa admite-se mesmo que não existem poros na superfície de membrana) (HABERT et al., 1997).

A faixa de aplicação dos diferentes processos com membranas, bem como alguns processos clássicos de separação são mostrados na Figura 1.

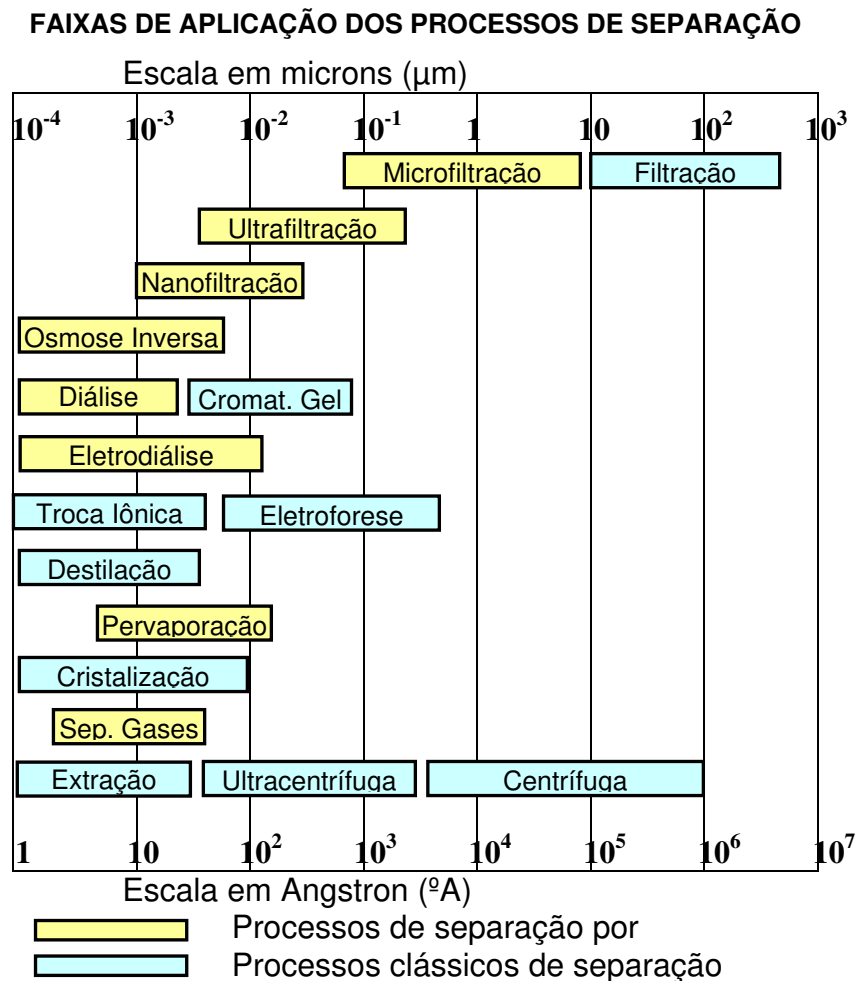


Figura 1 – Quadro comparativo entre os processos clássicos e os processos com membranas (Fonte: HABERT et al., 1997).

Para reduzir a perda de vazão provocada pela presença de poros pequenos, é comum que se procure diminuir ao máximo a espessura da membrana filtrante. Isso acarreta em uma baixa resistência mecânica dessa parte do filtro, que é então depositada sobre um substrato que pode ser mais espesso por possuir poros consideravelmente maiores do que a camada filtrante e, portanto não reduz a vazão do conjunto.

Assim, as membranas cerâmicas se caracterizam por serem depositadas em suportes macroporosos, usualmente do mesmo material, como é o caso das membranas de alumina. Também é possível encontrar membranas de um material, sobre suportes inorgânicos de outros materiais.

Desta forma, os filmes finos requerem um substrato poroso que lhe confira uma resistência mecânica tal que permita a sua utilização em gradientes de pressão, o que resultará num aumento no rendimento do processo.

A capacidade de separação depende fundamentalmente da seletividade e da permeabilidade de separação da membrana, que são funções da distribuição e do tamanho médio dos poros e da espessura da camada de separação. A diminuição da largura da distribuição de tamanhos dos poros prejudica a permeabilidade, porém promove a seletividade (UHLHORN et al, 1992).

Processos que exigem alto grau de separação requerem a utilização de membranas que apresentem grande área superficial, alta densidade, poros muito pequenos e distribuição de tamanho de poros estreita (HENCH e ULRICH, 1984).

A estrutura ideal para estes filtros é a assimétrica, formada por uma, ou mais camadas de tamanhos de poros diferentes e que apresenta redução gradual de tamanho de poros, à medida que se aproxima do lado filtrante. A fim de se obter alto grau de separação de misturas, é necessário que a camada filtrante não apresente trincas, apresente alta porosidade, distribuição de tamanho de poros estreita e poros ultrafinos (LEENARS et al., 1994).

O desenvolvimento dos processos de separação por membranas e suas aplicações industriais pode ser considerado relativamente recente, principalmente

levando-se em conta que fenômenos envolvendo membranas vêm sendo estudados há mais de um século.

As membranas sintéticas comerciais são produzidas a partir de duas classes distintas de material: os polímeros, na sua grande maioria materiais orgânicos, e os inorgânicos, como metais e cerâmicas. Via de regra as membranas de natureza orgânica são mais baratas do que as membranas inorgânicas, no entanto estas últimas apresentam uma maior vida útil e permitem limpezas mais eficientes (HABERT et al., 1997), além de uma série de vantagens, tanto com relação aos outros métodos de separação, como destilação, centrifugação, entre outros, quanto em relação às membranas poliméricas, tornando-as mais competitivas por apresentarem as seguintes características:

➤ **Estabilidade térmica**

O emprego de membranas poliméricas é limitado a temperaturas inferiores à 250°C (SANTOS et al, 1995), enquanto que as membranas inorgânicas, principalmente as de cerâmica, podem ser utilizadas em temperaturas de até 800°C.

➤ **Inércia química**

As tradicionais membranas poliméricas sofrem degradação acelerada em pH extremamente ácido ou na presença de solventes orgânicos (SANTOS et al, 1996). Embora haja resistência nos materiais poliméricos, a estabilidade química dos materiais inorgânicos é superior, podendo ser utilizadas com níveis de pH variados e com vários solventes orgânicos.

➤ **Estabilidade biológica**

Alguns microorganismos que ficam incrustados nas membranas poliméricas atacam sua superfície degradando-as. Nas membranas inorgânicas esta degradação não acontece, pois são imunes a ataques biológicos (BHAVE, 1991).

➤ **Resistência mecânica**

A resistência mecânica não é prioridade essencial na escolha da membrana. Somente em algumas aplicações, onde se envolvem pressões elevadas (em torno de 90 bar), este parâmetro deve ser considerado. Nestes casos, utilizam-se membranas inorgânicas. Porém deve-se ter atenção quanto à montagem e manuseio, já que estas membranas são extremamente frágeis (MULDER, 1991).

➤ **Facilidade de limpeza**

As membranas inorgânicas são fáceis de limpar, principalmente em aplicações onde ocorre o fenômeno de “*fouling*” (entupimento) envolvendo microfiltração e ultrafiltração. O “*fouling*” provoca uma diminuição rápida no fluxo através das membranas, requerendo limpeza constante. Além disso, as membranas podem ser lavadas tanto com ácidos fortes como por soluções alcalinas (FRANÇA, 2004).

➤ **Vida útil longa**

O tempo de vida útil das membranas inorgânicas é maior que os das membranas poliméricas (MULDER, 1991). Entretanto, a vida útil da membrana cerâmica vai depender de uma manutenção preventiva adequada. Por ser muito frágil, deve-se manusear adequadamente a membrana, evitando pancadas e

quedas, bem como monitorar regularmente as pressões do sistema para que as condições de uso sejam obedecidas, pressões excessivamente elevadas podem danificar as membranas.

➤ **Economia de energia**

Os processos de separação por membranas, em sua grande maioria, promovem a separação sem que ocorram mudanças de fase. Neste sentido são processos energeticamente favoráveis. Esta é uma das razões pela qual seu desenvolvimento coincide com a crise energética dos anos 70, que provocou a elevação de preço do petróleo (BHAVE, 1991).

➤ **Seletividade**

A seletividade é outra característica importante dos processos com membranas. Em algumas aplicações estes processos se apresentam como a única alternativa técnica de separação. No entanto, na maioria dos casos, os processos híbridos envolvendo os clássicos e com membranas, cada qual atuando onde seja mais eficiente, tem sido a opção mais econômica e eficiente de separação (HABERT ET AL., 1997).

➤ **Separação de substâncias termolábeis**

Alguns processos com membranas são operados à temperatura ambiente, como é o caso do fracionamento de misturas envolvendo substâncias termosensíveis. Por este motivo eles têm sido largamente empregados na indústria farmacêutica e de alimentos. Nestes processos são utilizadas membranas inorgânicas, pois a limpeza após o uso deve ser feita por esterilização, método inaplicável às membranas poliméricas por não suportarem as temperaturas necessárias à esterilização.

➤ **Simplicidade de operação**

Ao contrário da maioria dos processos de separação, os processos com membranas apresentam a vantagem de serem extremamente simples do ponto de vista operacional. Os sistemas são modulares e os dados para o dimensionamento de uma planta podem ser obtidos a partir de equipamentos piloto, operando com módulos de membranas de mesma dimensão que aqueles utilizados industrialmente. A operação de equipamentos com membranas é simples e não intensiva em mão-de-obra (BURGGRAAF e COT, 1996).

➤ **Ocupação de pouco espaço físico**

Os processos convencionais de separação, principalmente em estações de tratamento de água, necessitam de vários equipamentos e reservatórios para manter um sistema de funcionamento adequado. Todos estes acessórios ocupam áreas muito grandes. Um sistema compacto utilizando membranas inorgânicas diminui bastante o espaço físico necessário para uma mesma eficiência do sistema (BURGGRAAF e COT, 1996).

Tradicionalmente as membranas inorgânicas têm sido obtidas a partir de materiais como: areia, argila porosa e vidros sinterizados, destinados ao processo de filtração. Recentemente, a maioria das membranas cerâmicas é obtida a partir de alguns óxidos metálicos calcinados (alumina, sílica, titânio, zircônio, zirconita, mulita, cromita.) que são termicamente inertes e quimicamente estáveis (DIAS et al., 1995).

O mercado de membranas inorgânicas divide-se conforme dados abaixo.

Membranas de cerâmica	80,0 %
Membranas de carbono (grafite)	11,5 %

Membranas de metal	5,5 %
Membranas de vidro	0,7 %
Outros tipos	2,3 %

As membranas de metal podem ser obtidas por diferentes métodos de preparação, no entanto, o mais utilizado é por sinterização de pós metálicos como tungstênio, molibdênio, paládio, prata, cobre, aço e outros. Algumas características dos metais, como alta condutividade, plasticidade, resistência mecânica e algumas propriedades químicas, particularmente as catalíticas é o que permite o uso destes materiais como membranas.

Os materiais das membranas de carbono são muito promissores, pois através de simples modificações nas técnicas de preparação podem ser produzidas membranas com faixa de poros variando desde dimensões moleculares até dimensões macroporosas, além disso, elas demonstram um bom potencial para aplicações em altas temperaturas (CHEN, 1994).

As membranas de vidro, normalmente são de sílica, que podem ser preparadas pelo processo sol-gel a partir de vários suportes cerâmicos. Ao recobrir o suporte poroso com o gel de sílica, este adere ao substrato modificando a porosidade próxima a superfície (KLEIN, 1988 e MOADDEB, 1997).

Entre as membranas inorgânicas, as membranas cerâmicas são as mais utilizadas no mercado sendo também o foco principal da pesquisa.

3.3 Membranas cerâmicas

Os processos de separação por membranas têm sido aplicados no fracionamento de misturas, soluções e suspensões envolvendo espécies de tamanho e natureza químicas diferentes. As membranas cerâmicas são conhecidas pela sua superioridade quando comparadas às poliméricas em relação

a estabilidade térmica, química e mecânica, além de apresentarem resistência à degradação biológica (WEBER et al., 2003). Estas membranas são preparadas basicamente a partir de quatro óxidos: óxido de silício (SiO_2), óxido de alumínio (Al_2O_3), óxido de titânio (TiO_2) e óxido de zircônio (ZrO_2) (PATERSON, 1995).

Sua importância maior reside no fato de que permitem a fabricação de estruturas microporosas bem variadas com um bom controle de distribuição e de tamanho de poros, caracterizadas por resistências térmicas e químicas elevadas, porém, excessivamente frágeis. Estas propriedades são devidas à natureza altamente cristalina destes materiais, onde predominam ligações interatômicas muito estáveis, principalmente iônicas e intermediárias entre iônicas e covalentes (HABERT et al., 1997).

3.3.1 Métodos de conformação das membranas cerâmicas assimétricas

As características dos poros do suporte e da camada filtrante começam a ser definidas na operação de conformação, onde as partículas do pó com as características químicas desejadas são arranjadas de modo a dar ao conjunto de partículas a forma desejada. A esse conjunto de partículas chama-se corpo verde ou compacto. Nesse momento, pode-se dizer que as características dos poros são funções das características físicas das partículas do pó (principalmente do formato e distribuição de tamanho das partículas) e do tipo de processamento cerâmico usado.

O corpo verde é levado ao forno para obter através da sinterização, a resistência mecânica. Deve-se considerar que o processo de sinterização modifica as características dos poros.

Três métodos comuns têm sido usados na obtenção de membranas cerâmicas: sinterização clássica de pós de óxidos, lixiviação e processo sol-gel. Para o caso especial de membranas de alumina, utiliza-se também o método eletrolítico; oxidação anódica.

A técnica de sinterização clássica utiliza pós de óxidos para produção de membranas com poros de 10-100 μm . Muitos materiais porosos grosseiros também podem ser preparados por este método para serem usados, em seguida, no método sol-gel como um substrato servindo como suporte de outras membranas depositadas. Na técnica de sol-gel o objetivo é criar uma membrana na qual a camada ativa é tão fina quanto possível. Sabe-se que a permeabilidade operacional de qualquer membrana é inversamente proporcional à espessura da camada ativa de barreira onde ocorre a separação (PATERSON, 1992).

As técnicas de lixiviação tem sido um sucesso particular na preparação de membranas microporosas de vidro. Nesta técnica uma mistura fundida de óxido é preparada e moldada como um vidro. Em seguida, um dos componentes óxidos é seletivamente removido por lixiviação produzindo uma estrutura microporosa. Tais vidros produzem superfícies extremamente reativas. Para aplicações industriais, isto é dificultado pela obtenção de membranas rígidas com finas camadas, mas muitas pesquisas sobre este tópico estão sendo feitas (LANGER et al., 1991).

O método sol-gel é a técnica de preparação mais utilizada na obtenção de membranas cerâmicas com alto desempenho. Este método permite reproduzir membranas cerâmicas com poros pequenos, entre 2-6 nm e uma estreita distribuição de tamanhos de poros (Figura 2).

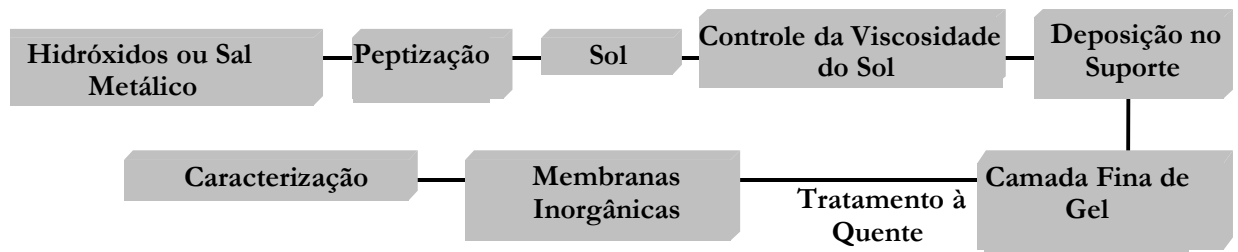


Figura 2 – Representação esquemática do processo sol-gel.

Um dos aspectos mais importantes do processo sol-gel é que antes da gelatinização, o sol fluido ou solução é ideal para preparação de filmes finos por processos como o “dip coating”, “spin coating” e outros. Comparando-se aos

processos convencionais de formação de recobrimento tais como “sputtering”, deposição química a vapor (CVD) e plasma, que serão descritos no item 3.3.3, a formação de filme por sol-gel necessita muito menos de equipamentos sendo economicamente mais acessível. A vantagem mais importante do processo sol-gel sobre as técnicas convencionais é a capacidade de controle da microestrutura depositada do filme, isto é, o volume de poros, tamanho do poro e área superficial, além disso, o método não requer altas temperaturas de sinterização do filme (BRINKER e SCHERER, 1990).

3.3.2 Métodos de conformação dos suportes

A microestrutura das membranas cerâmicas ultrafinas têm sido investigada em diferentes estágios de processamentos. É possível obter-se cerâmica com grãos ultrafinos de alta densidade por sintetização, utilizando-se um compacto cerâmico de finos cristalitos, pequenos poros e com uma estreita distribuição de tamanhos de poros. O maior obstáculo na preparação destes corpos cerâmicos a partir de soluções, com ou sem o uso de ligantes, é a baixa coerência dos ligantes durante a secagem e queima (LEENAARS et al. 1994).

A massa cerâmica é misturada com água e aditivos líquidos até se tornar bem homogênea e adequada ao processo de conformação. Essa etapa é muito importante, porque se deve garantir uma distribuição uniforme de todos os materiais dentro da massa cerâmica. Após este estágio, procede-se à conformação da massa cerâmica, normalmente por prensagem ou extrusão.

Prensagem

Os substratos cerâmicos, especificamente, podem ser obtidos pelo método de prensagem a seco (ANÔNIMO, 1991). O princípio do empacotamento de partículas consiste basicamente na seleção de tamanhos adequados de partículas

e no proporcionamento entre as quantidades desses tamanhos visando obter compactos com densidades controladas.

Esta operação de conformação é baseada na compactação da massa contida no interior de uma matriz rígida ou de um molde flexível, através da aplicação de uma pressão. O objetivo da prensagem é o de produzir peças uniformes de acordo com as dimensões e geometria pré-estabelecidas e contribuir para a obtenção de microestruturas adequadas às características finais desejadas.

Tipicamente, a espessura dos suportes é aproximadamente 1-2 mm (LABORT, 1991). Defeitos e irregularidades no suporte usualmente provocam falhas nas camadas aplicadas sobre ele. Defeitos são, por exemplo, poros maiores do que o diâmetro médio de poros do suporte, como também grãos quebrados sobre a superfície. Eles aumentam a formação de “furos” nas camadas do topo dos suportes. Irregularidades superficiais que produzem superfícies rugosas excluem a formação de camadas finas e lisas livres de defeitos numa única etapa. Finalmente, o comportamento de molhamento é importante no processo de formação das camadas (BURGGRAAF et al., 1985).

Extrusão

Uma outra técnica de conformação que é bastante utilizada na indústria cerâmica é o processo de extrusão. Este pode ser definido como sendo um processo pelo qual uma massa de um material plástico é forçada a passar através do orifício de uma boquilha. Uma massa extrudada, com controlada área de seção transversal é formada, sendo posteriormente cortada no comprimento desejado. A mistura é o passo mais crítico na extrusão de um lote formulado. A principal função da mistura é produzir um lote extrudado bem uniforme. Desta forma, um dispersante poderá ser utilizado. Existem vários métodos de mistura que pode ser usados para a preparação do lote de extrudado, incluindo agitação mecânica, filtragem sob pressão, entre outros.

A consistência plástica necessária para o processo é obtida com a utilização de materiais cerâmicos plásticos, ligas de polímeros orgânicos ou uma mistura dos dois tipos. A extrusão é uma técnica de conformação bastante produtiva aplicada para produção tanto em grande escala como em escala laboratorial. As construções tradicionais que utilizam materiais como tijolos e telhas, os materiais refratários, porcelanas elétricas, substratos magnéticos e elétricos e tubos transparentes de cerâmica podem ser produzidos por extrusão, assim como substratos podem ser extrudados com espessura inferior a 1 mm. Algumas variáveis devem ser levadas em consideração na moldagem por extrusão, tais como, formato do molde, desenho da hélice, velocidade, potência aplicada, dimensionamento da câmara de vácuo, dentre outras características, que variam de acordo com cada tipo de máquina.

Em geral, da preparação da massa até o produto final são seguidas algumas etapas, a saber:

- mistura dos pós a seco: resulta numa distribuição uniforme de todos os componentes sólidos;
- mistura a úmido: é uma etapa muito importante tendo em vista que a água deve estar uniformemente distribuída ao longo de toda a massa. A mistura dos sólidos continua nesta etapa;
- mistura final: é necessário em alguns casos quebrar os aglomerados formados na etapa anterior. O ideal é que cada partícula sólida termine esta etapa envolta por uma camada ou filme de água;
- retirada do ar: é necessário evitar a formação de vazios proporcionados pelo ar existente dentro da massa. Pode-se realizar esse processo com aplicação de vácuo, durante a própria extrusão;
- extrusão: através da pressão a massa é moldada com o formato do produto desejado determinado pela abertura. Um alto valor da pressão pode separar a fase líquida da massa, e conseqüentemente, impossibilitar a moldagem;

- corte: o material extrudado é cortado no comprimento desejado. O corte não deve torcer o material;
- secagem: a fase líquida é removida e a peça pode retrair. É importante um controle na taxa de secagem, pois esta pode propiciar o surgimento de trincas e
- tratamento térmico: elimina toda a matéria orgânica e proporciona ao material resistência mecânica.

A Figura 3 mostra uma extrusora de parafuso simples. A massa cerâmica previamente preparada e com o teor de umidade controlado é colocada no sistema onde é forçada pelo parafuso. O ar presente na massa é retirado por uma bomba de vácuo conectada ao sistema. As características reológicas da massa e a geometria do parafuso influenciam no processo.

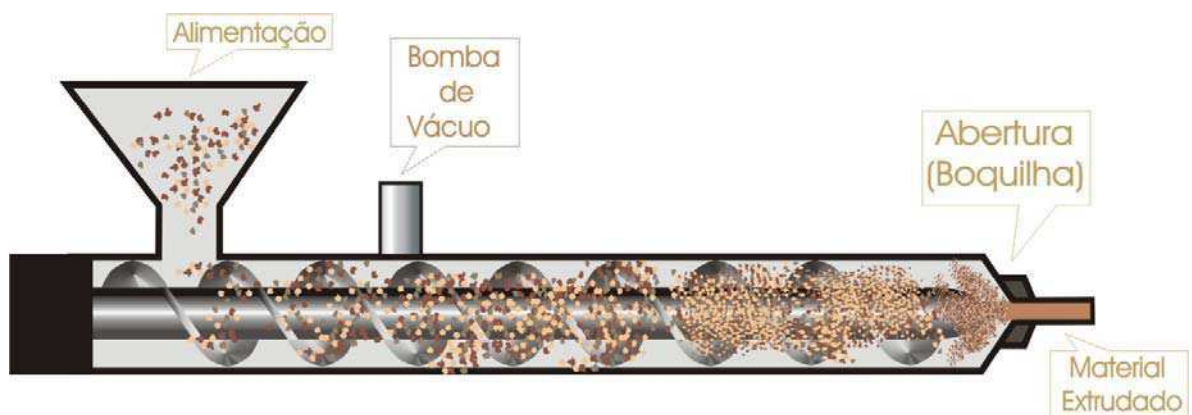


Figura 3 – Esquema de extrusora com parafuso simples (Fonte: FRANÇA, 2004).

Mudanças severas locais na molhabilidade resultam formação de “furos” e portanto, suportes de alta qualidade deverão ser lisos, tendo características superficiais homogêneas (molhabilidade) e constantes e preferencialmente devem ter distribuição de tamanho de poros relativamente estreita (BURGGRAAF et al., 1985).

As características do substrato são críticas na formação da membrana, especialmente na distribuição de tamanho de poros e em alguns casos, onde a diferença de porosidade é muito acentuada, tornando-se necessária uma camada intermediária entre a membrana e o suporte (BHAVE, 1991 e LEENARS e BURGGRAAF, 1994).

3.3.3 Processos de recobrimento de membranas

Dentre os processos utilizados como recobrimento têm-se as técnicas “sputtering”, deposição química de vapor (CVD), “plasma spray”, “flame spray”, “dip coating” e “spin coating”.

A técnica de “sputtering” é feita através de um alvo (uma placa do material a ser depositado ou o material do qual um filme está sendo sintetizado), que é conectado a uma fonte de tensão negativa. O alvo pode ser fixo, flutuante, aquecido, resfriado ou combinações destes. Um gás é introduzido para fornecer um meio no qual uma descarga incandescente pode ser iniciada e mantida. Quando a descarga é iniciada, íons positivos atingem a placa alvo e removem átomos neutros do alvo por transferência de momento, e estes se condensam na forma de filmes finos. Outras partículas e radiações produzidas no alvo podem também afetar as propriedades dos filmes (BURGGRAAF e COT, 1996).

CVD pode ser definido como um método de síntese no qual os constituintes da fase vapor reagem para formar um filme sólido sobre uma superfície. A composição do sólido pode ser analisada após o experimento, mas a composição do vapor deve ser determinada “in situ”, devido à pressão e temperatura em questão (BURGGRAAF e COT, 1996).

A deposição por plasma ou “flame spray” de filmes finos é a técnica mais conhecida e utilizada. No entanto, a obtenção de recobrimento com sucesso é complexa devido à instabilidade química em altíssimas temperaturas. O processo de recobrimento por plasma é uma técnica na qual um arco elétrico de corrente contínua é formado entre dois eletrodos, enquanto um fluxo de gás passa através

desse arco. Os gases tornam-se ionizados (plasma) a alta temperatura e com alta velocidade (superior a 1000 km/h). A temperatura do plasma diminui rapidamente em função da distância: dentro do arco são encontrados valores de 20000° K, enquanto que 6 cm fora do mesmo as temperaturas estão na faixa de 2000 a 3000° K. Um pó metálico, cerâmico ou polimérico, suspenso em um gás de arraste, é alimentado ao plasma e vai ser depositado na superfície do substrato.

No método “dip coating”, ou seja, a deposição por imersão, o substrato é inicialmente imerso na solução e em seguida é retirado à velocidade constante, geralmente a temperatura ambiente. A Figura 4 ilustra a técnica de “dip coating”.

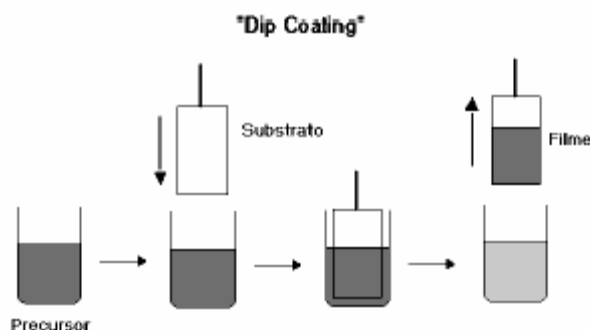


Figura 4 – Representação esquemática da técnica de “dip coating” (Fonte: NASSAR et al., 2003).

O filme obtido é constituído de um gel úmido. A etapa seguinte envolve o aquecimento do sistema (substrato + filme) a fim de secar o filme (aproximadamente 100°C), eliminar os produtos orgânicos e reforçar a aderência do filme ao substrato (aproximadamente 400°C). Temperaturas mais altas permitem densificar o filme, controlar sua porosidade e obter materiais cristalinos se desejado (controle da microestrutura). Para obter uma camada homogênea, é importante que a solução molhe e recubra completamente o substrato com uma fluidez adequada e que o filme depositado se solidifique uniformemente, por isso o substrato deve estar limpo e sem contaminação. O processo de “dip coating” não é limitado à deposição de uma só camada. Uma vez que o filme é seco e densificado, o processo pode ser repetido tanto na mesma solução para aumentar

a espessura do filme, ou em outra solução para depositar um material de composição diferente. O processo “dip coating” permite a deposição simultânea de filmes sobre os dois lados do substrato. Os fatores que afetam a espessura do filme são (BRINKER e SCHERER, 1990; ZELINSKI e UHLMANN, 1990):

- viscosidade do sol; a espessura do filme aumenta com o valor da viscosidade, a espessura é proporcional à raiz quadrada da viscosidade;
- velocidade de retirada do substrato: a espessura do filme aumenta linearmente com a velocidade de retirada do substrato mergulhado;
- concentração do óxido no sol: a espessura do filme aumenta com a concentração do óxido no sol e
- tempo e temperatura de densificação: a espessura do filme decresce com o tempo e também com a temperatura de sinterização.

No método “spin coating” é feita uma deposição sob rotação. Uma dispersão de partículas pode ser depositada no substrato de modo a formar uma camada fina ordenada após secagem e sinterização.

Para se obter uma camada regular, é essencial que a dispersão esteja defloculada ou sem grande aglomeração de partículas. Podem-se utilizar dispersantes, agentes peptizantes, ou quando necessário uma energia adicional, utiliza-se o estímulo por ultra-som.

O método “spin coating” é usado em várias aplicações com substratos lisos ou materiais que são preenchidos por finas camadas de material. O material a ser depositado deve ser dissolvido ou disperso em um solvente. O substrato deve possuir uma rotação. Dessa forma será possível a formação de uma camada uniforme. As membranas cerâmicas, após a utilização do método, destinam-se a um tratamento térmico (BIRNIE, 1986).

O método pode ser dividido em quatro etapas: na primeira etapa, é feita a deposição do material no substrato; na segunda etapa, com a rotação desejada, o

fluido é distribuído ao longo da superfície; na terceira etapa, há uma estabilização no escoamento do fluido, nesse momento, a espessura do filme é controlada pela viscosidade; na quarta e última etapa, a espessura do filme depositado no substrato é controlada pela evaporação. Na Figura 5, são expostas as etapas citadas, respectivamente.

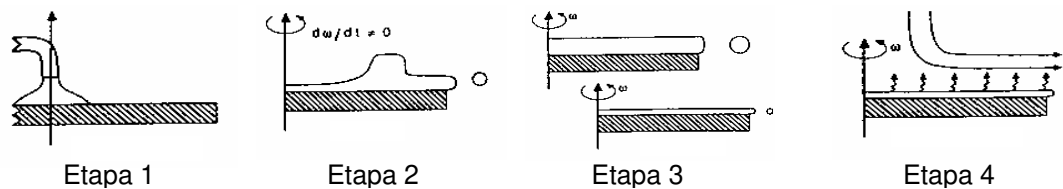


Figura 5 – Método “spin coating”. Etapas 1, 2, 3 e 4 (Fonte: BORNSIDE et al., 1987).

Podem-se citar como exemplos de uso da técnica do “spin coating”:

- camadas dielétricas para fabricação de microcircuitos;
- revestimento de discos magnéticos;
- revestimento para telas (anti-reflexão) e
- compact disk (DVD, CD-ROM).

3.3.4 Caracterização das membranas cerâmicas

Uma membrana porosa estará perfeitamente caracterizada se forem conhecidos os seguintes parâmetros: porosidade, tamanho e distribuição de tamanho de poros. Qualquer que seja a técnica de caracterização empregada um dos problemas a ser enfrentado é a definição da forma e da geometria dos poros da membrana, que normalmente são irregulares. A Figura 6 apresenta um esquema da estrutura de uma membrana cerâmica depositada sobre um substrato poroso.

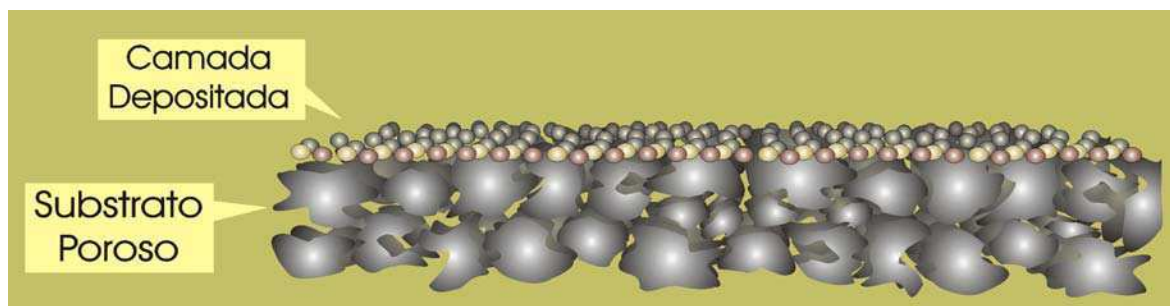


Figura 6 – Ilustração de uma membrana depositada sobre um substrato poroso
(Fonte: FRANÇA, 2004).

Independente da forma dos poros é importante que estes permitam a passagem do solvente. Somente estes poros contribuem para o fluxo permeado. No entanto, algumas técnicas de caracterização detectam, indiscriminadamente, poros ativos e não ativos. Além da forma dos poros, a porosidade é outro importante parâmetro. Dela depende o valor do fluxo permeado, para uma dada aplicação. Membranas de microfiltração apresentam porosidade que variam de 5 a 70%. As membranas de ultrafiltração são muito mais densas, apresentando, de uma maneira geral, uma porosidade na faixa de 0,1 a 1%.

As diferentes técnicas de caracterização de membranas porosas permitem a determinação de parâmetros de duas naturezas: a) parâmetros relacionados à estrutura da membrana, como tamanho de poro, distribuição de tamanho de poros, espessura da "pele" e porosidade e b) parâmetros relacionados com a permeabilidade, como a curva de corte e fluxo permeado.

Diversos métodos têm sido propostos para a caracterização da morfologia de membranas microporosas. Basicamente, existem dois enfoques distintos, ou seja, a observação direta da membrana e a determinação, por métodos indiretos, de fatores relacionados ao tamanho e densidade de poros. A observação direta da morfologia da membrana é feita por microscopia eletrônica e, em alguns casos, microscopia ótica. Estes métodos são bastante úteis para a análise da estrutura real da membrana, sendo possível detectar defeitos e macroporos. A principal limitação é a faixa de tamanho de poros que pode ser observada, uma vez que

poros pequenos ($<0,01\mu\text{m}$) estão próximos ao limite de resolução. Desta forma, a microscopia somente pode auxiliar em análises qualitativas sobre o efeito das variáveis envolvidas no preparo da membrana, assim como, sobre o comportamento da membrana no processo de permeação.

Como em meios porosos tradicionais, os parâmetros mais usuais para caracterizar uma estrutura porosa são: o tamanho médio de poros, a distribuição de tamanho de poros, a porosidade, a tortuosidade e a área superficial específica. Estes parâmetros podem ser estimados por vários métodos, que diferem entre si principalmente na forma de avaliar os espaços vazios (HABERT et al., 1997).

3.3.4.1 Absorção de água e porosidade aparente

Porosidade é um constituinte microestrutural quase sempre presente em cerâmicas, obtidas através de métodos convencionais, ou seja, por compactação de pós e sinterização, mesmo em condições otimizadas. A formação ou não da porosidade é uma consequência direta da densificação incompleta de sinterização. Dessa forma, o volume, a distribuição e o tamanho de poros, bem como a forma dos mesmos, são afetados pelas rotas de processamento de pós e, subsequentemente pelo tratamento a quente do corpo verde. A quantidade de poros contida numa microestrutura cerâmica pode variar de 0 a 90% do volume total. Muitas propriedades são fortemente dependentes da forma dos poros e de sua distribuição, entre elas, a resistência mecânica, condutividade térmica e elétrica, propriedades de fluência, entre outras (SILVA et al., 1995). A porosidade e a permeabilidade são parâmetros intimamente relacionados. Os poros podem existir de duas maneiras distintas: poros fechados e poros abertos. Devido à sua interconectação com a superfície, os poros abertos são os responsáveis diretos de uma alta ou baixa permeabilidade. No entanto, os poros abertos podem ser eliminados diretamente ou transformados em poros fechados durante o processo de sinterização. Dependendo da razão entre as partículas grandes e pequenas, podem-se obter variações de densidade final. Uma densidade elevada do material

causa baixa porosidade e diminui drasticamente a permeabilidade (BALAN e MORELLI, 1990).

3.3.4.2 Microscopia eletrônica

Dentre as técnicas de microscopia, basicamente duas são utilizadas para caracterização de membranas cerâmicas: microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET). Ambas permitem uma caracterização rápida e precisa da estrutura porosa das membranas, porém a MEV é a mais utilizada, pois, com esta técnica, se consegue mostrar imagens bem definidas de poros na faixa de alguns microns até aproximadamente 10 nm, o que é suficiente para caracterização de membranas de microfiltração e de ultrafiltração (LIRA, 2002).

3.3.4.3 Porosimetria pelo método de intrusão de mercúrio

A caracterização de meios porosos por intrusão de mercúrio é efetuada a partir de medidas do volume de mercúrio que penetra nos poros de uma membrana seca, em função da pressão aplicada. O método baseia-se na equação de Laplace que fornece uma relação entre o raio do poro e a pressão necessária para se vencer a tensão superficial entre o líquido (mercúrio) e o material cerâmico da membrana. Tendo em vista que o volume de mercúrio pode ser medido com precisão, o método permite uma determinação precisa da distribuição de tamanho de poros da membrana microporosa.

Muitos outros métodos de caracterização podem ser usados em membranas, podemos citar, adsorção de gás, permeação de gás, ponto de bolha, ensaios de fluxo permeado e outros. Devem-se analisar os resultados de vários métodos em conjunto, para que se tenha um resultado mais confiável sobre as características da membrana.

3.3.5 Propriedades das membranas cerâmicas

O material de que é feito um elemento filtrante deve ser física e quimicamente estável nas condições previstas para sua utilização. Em algumas aplicações, o meio a ser filtrado é extremamente agressivo e as condições em que ocorre a filtração são incompatíveis com um grande número de materiais tradicionalmente utilizados (DIAS et al., 1995). Isso torna difícil a escolha do material adequado para produção do filtro.

Os materiais cerâmicos geralmente apresentam boa inércia química, resistência à abrasão elevada e considerável refratariedade. Com essa combinação de propriedades, as cerâmicas têm sido cada vez mais utilizadas para confecções de vários tipos de membranas filtrantes. É importante que se conheçam alguns aspectos em relação ao desempenho do filtro, tais como: sua eficiência (capacidade de separar o que deve ser separado) e a sua produtividade (volume filtrado por unidade de tempo) (DIAS et al., 1995). As membranas cerâmicas podem ser usadas em temperaturas muito altas, acima de 500°C. A estabilidade térmica e química significa que tais membranas podem ser esterilizadas por reagentes químicos sem prejuízo. Isto é de grande importância em aplicações alimentícias e aplicações biotecnológicas e farmacêuticas onde há sérios problemas em encontrar membranas orgânicas que possam resistir a repetitivas e rotineiras esterilizações, usualmente por tratamento com cloro (PATERSON, 1992).

As membranas cerâmicas possuem também estabilidade para com os raios ultravioletas e radiação ionizadora, trazendo assim uma opção atrativa às aplicações nucleares. Contudo existem alguns pontos negativos como a fragilidade, que pode ser contornada suportando a membrana em um substrato poroso, e o custo elevado de produção, limitando desta forma seu uso para aplicações laboratoriais (PATERSON, 1992).

3.3.6 Tipos de membranas

Existe atualmente um considerável número de configurações para membranas, assim como uma grande variedade de processos de separação. Devido ao uso intensivo em indústrias e laboratórios dois processos se destacam, são estes “cross-flow” e “through-flow” (também chamado de “dead end”).

Na filtração “dead end” não há saída para a parte rejeitada. A solução ou suspensão é pressionada contra a membrana, o permeado passa pela membrana e o soluto ou materiais em suspensão são retidos, acumulando-se na interface membrana/solução, no fenômeno chamado polarização de concentração. Trata-se de um modo de operação fundamentalmente transiente, uma vez que a polarização aumenta sempre (HABERT et al., 1997).

Na maioria dos processos a configuração “cross-flow” é mais adequada. Neste sistema a direção do fluxo da solução ou suspensão é paralela à superfície da membrana enquanto que o fluxo do permeado lhe é perpendicular.

A Figura 7 mostra os dois processos de operação juntamente com as curvas do fluxo em função do tempo (HABERT et al., 1997).

A velocidade tangencial do fluxo pode ser aumentada se houver um aumento na pressão, obviamente este valor não deve ultrapassar a pressão máxima de operação recomendada. Uma grande vantagem das membranas inorgânicas sobre as orgânicas é que as primeiras possuem alta resistência mecânica.

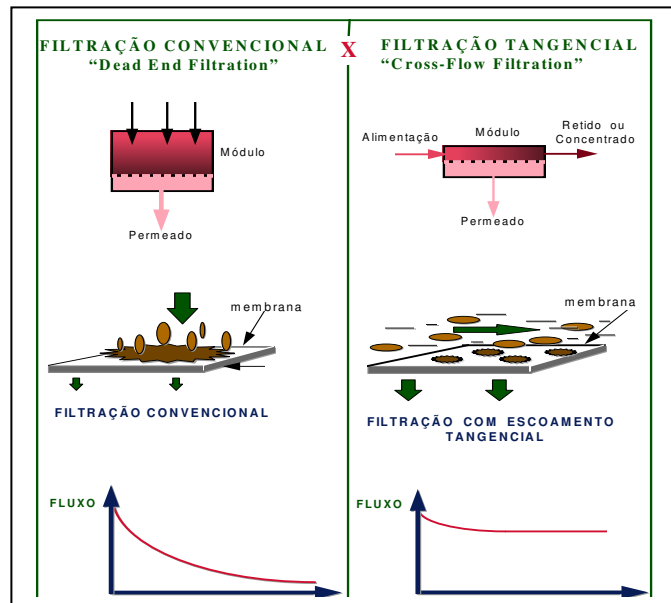


Figura 7 – Filtração convencional ("dead end") x filtração tangencial ou em fluxo cruzado ("cross-flow") (Fonte: HABERT et al., 1997).

A Figura 8 apresenta um esquema simplificado de um processo de filtração "cross-flow". Após a alimentação, a membrana separa o solvente do soluto. Como a separação não é completa parte do soluto retorna ao processo, essa operação pode se repetir inúmeras vezes. Em alguns casos devido ao aumento da viscosidade da solução adicionados à recirculação contínua, a temperatura do sistema aumenta, sendo necessário um controlador de temperatura para manter o equilíbrio térmico.

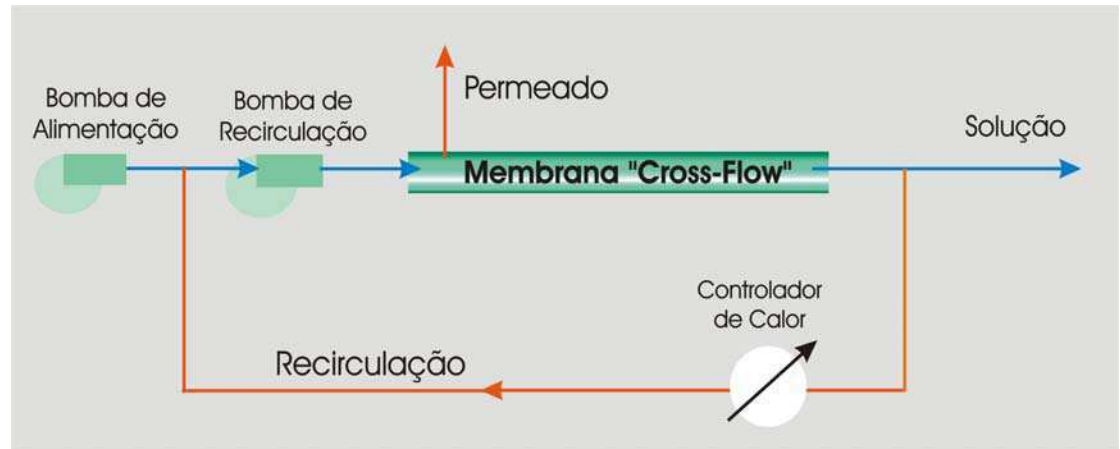


Figura 8 - Sistema básico de membrana "cross-flow" (Fonte: FRANÇA, 2004).

3.3.7 Aplicação das membranas cerâmicas

No caso de membranas porosas, o tamanho dos poros e sua distribuição de tamanhos irão determinar quais moléculas ou partículas serão retidas pela membrana e quais poderão passar através de seus poros (HABERT et al., 1997).

Os processos de separação com membranas têm sido aplicados no fracionamento de misturas, soluções e suspensões envolvendo espécies de tamanho e natureza química diferentes. Por este motivo, essas aplicações requerem a utilização de membranas com características específicas. Dependendo da aplicação, as membranas podem apresentar diferenças significativas em termos funcionais e estruturais. O conhecimento da estrutura da membrana e sua relação com as propriedades de transporte são importantes para uma melhor compreensão dos fenômenos envolvidos nos problemas de separação e fornece informações que permitem selecionar a melhor estrutura adequada para uma determinada separação. Qualquer que seja a técnica empregada no preparo de uma membrana é necessária a sua caracterização, tendo em vista o tipo de aplicação a que se destina (HABERT et al., 1997).

Os processos de separação por membranas têm sido utilizados nos mais diferentes setores de atividade como, na indústria química, na área médica,

passando pela biotecnológica, nas indústrias alimentícias e farmacêuticas e no tratamento de águas industriais e municipais (HABERT et al., 1997).

Na biotecnologia, as cerâmicas porosas são utilizadas na fixação de microorganismos para processos contínuos. Um exemplo para esse tipo de aplicação é na fabricação de antibióticos. Na ecologia as cerâmicas porosas são utilizadas como filtros de fluidos poluentes. Na biocerâmica, as cerâmicas porosas são usadas, principalmente, na fixação de próteses que substituem partes do esqueleto. Neste caso, o tamanho de poros deve ser superior a 100 μm , para que as células possam penetrar nos poros e fazer a osteointegração. Os poros também devem ser intercomunicantes.

As membranas cerâmicas são amplamente empregadas em processos de separação por microfiltração, ultrafiltração, nanofiltração e osmose inversa, em áreas de tratamento de rejeitos industriais, processamento de alimentos, dessalinização de águas, processos biomédicos, têxteis e químicos (SANTOS et al., 1995).

Os filtros cerâmicos (membranas macroporosas) estão sendo de grande importância na siderurgia, utilizados como filtros de metais fundidos. Esses filtros devem, além de remover partículas presentes no metal, ser quimicamente estáveis e suficientemente resistentes para suportar o contato com metal quente sem adicionar impurezas ao material a ser filtrado. Desta maneira é que os filtros desenvolvidos a base de zircônia trazem inovações (MORAIS et al., 1996).

Em resumo, podemos verificar através da Tabela 1 um esquema que nos mostra uma relação do processo de separação com o material retido e a aplicação.

Tabela 1 – Processos de separação por membranas comerciais (Adaptado de: HABERT et al., 1997).

Processos	Material retido	Aplicações
Microfiltração	material em suspensão bactérias	clarificação de vinhos oxigenação de sangue esterilização bacteriana purificação de águas
Ultrafiltração	colóides macromoléculas	recuperação de pigmentos recuperação de óleos recuperação de proteínas do soro de queijo produção de queijo recuperação da goma na indústria têxtil concentração de gelatina
Nanofiltração	moléculas de peso molecular médio 500 <math><pm></math>2000	purificação de enzimas
Osmose inversa	todo material solúvel ou em suspensão	dessalinização de águas concentração de suco de fruta desmineralização de águas

3.3.8 Tratamento de água contaminada por resíduos sólidos utilizando a tecnologia de membranas

A tecnologia convencional de tratamento de água geralmente envolve coagulação com sais de ferro ou alumínio, sedimentação, filtração e desinfecção final com cloro, ou seja, o tratamento consiste numa combinação de filtração/desinfecção (SCHNEIDER e TSUTIYA, 2001). No caso da remoção de material particulado e coloidal por filtros convencionais, seja por retenção física, adsorção, sedimentação ou floculação, não apresentam barreiras absolutas para as partículas. Além disso, sua eficiência é limitada devido ao acúmulo de material

no seu interior, necessitando de ciclos de retrolavagem em períodos muito curtos.

Processos que vêm recebendo crescente atenção devido à sua eficiência energética, facilidade de operação, vasta aplicabilidade, entre outras vantagens, são os que utilizam membranas como princípio ativo de seu funcionamento. Ultrafiltração, microfiltração, osmose inversa, entre outras técnicas tem sido intensivamente estudadas (SUN et al., 1998).

As membranas cerâmicas de microfiltração têm uma eficiência muito superior na remoção de partículas em relação aos filtros convencionais, pois além de oferecerem as vantagens já mencionadas anteriormente, apresentam ainda outras vantagens:

- a tecnologia é amplamente aplicável a vários tipos de indústrias;
- a membrana é uma barreira positiva à componentes rejeitados. Assim, a qualidade da água tratada (o permeado) é mais uniforme, indiferente das variações apresentadas. Estas variações podem diminuir fluxo, mas geralmente não afetam a qualidade da produção;
- não é necessária nenhuma substância química estranha, tornando o permeado mais limpo;
- a qualidade da água tratada é constante, independente de variações climáticas e da qualidade de alimentação;
- podem ser usadas membranas que permitam a reciclagem de fluxos descartados selecionados dentro da indústria e
- os custos com energia são mais baixos quando comparados aos tratamentos térmicos.

3.4 Alumina

A alumina apresenta uma ampla e variada área de aplicação, principalmente nos produtos químicos, farmacêuticos, catalisadores, plásticos, pigmentos, substitutos sintéticos, papéis, cerâmicos aluminosos, refratários, isolantes, abrasivos e eletrônicos. Esta matéria-prima apresenta algumas propriedades especiais tais como: alta dureza, alta resistência mecânica e boa resistência à choques térmicos. Embora a alumina seja um material cerâmico clássico, ela continua a despertar interesse em vários pesquisadores (BLENDEL et al., 1984). A alumina pode ser obtida por alguns processos, como: Pechinni, Sol-gel, Bayer e Combustão. O método mais comum de obtenção é o processo Bayer.

3.4.1 Obtenção pelo processo bayer

O minério de importância industrial para obtenção do alumínio metálico e de muitos compostos de alumínio é a bauxita, que se forma em regiões tropicais e subtropicais por ação do intemperismo sobre aluminossilicatos. Apesar de ser freqüentemente descrita como o minério de alumínio, a bauxita não é uma espécie mineral propriamente dita, mas um material heterogêneo formado de uma mistura de hidróxidos de alumínio hidratados contendo impurezas. (CONSTANTINO et al., 2005).

O processo mais importante para a purificação da bauxita é o processo Bayer, que é utilizado para a manufatura de hidróxido e de óxido de alumínio. A Figura 9 mostra um esquema simplificado desse processo.

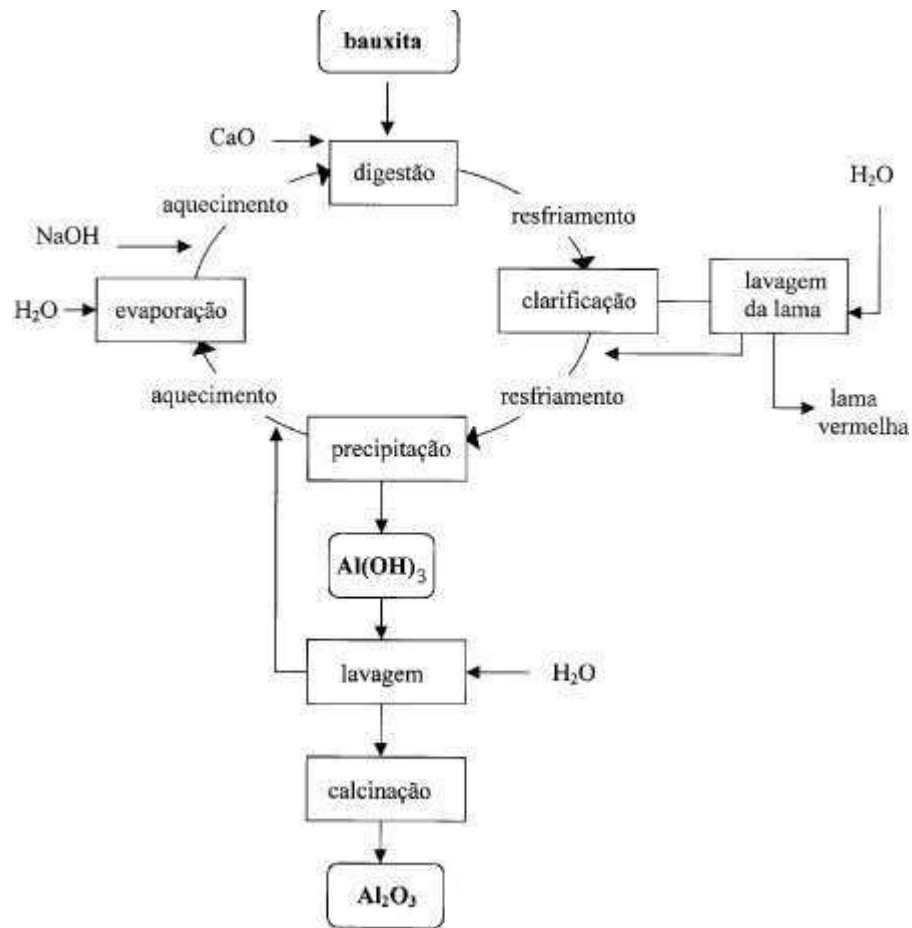


Figura 9 - Fluxograma do processo Bayer (CONSTANTINO et al., 2005).

No processo Bayer, é explorada uma importante propriedade química comum à gibsita, à bohemita e ao diaspório: esses compostos se dissolvem em solução de soda cáustica, NaOH, sob condições moderadas de pressão e temperatura, diferentemente da maioria dos demais constituintes da bauxita. As condições experimentais da etapa de digestão podem variar muito e um dos aspectos a ser considerado é a natureza do composto que contém alumínio, pois a gibsita apresenta maior solubilidade em solução de soda do que as duas formas AlO(OH) polimórficas (CONSTANTINO et al., 2005).

A adição de CaO, na etapa de digestão, tem como principal objetivo promover a diminuição por precipitação, de íons carbonato e fosfato dissolvidos no

meio. A etapa seguinte, denominada clarificação, consiste na separação do resíduo sólido rico em óxido de ferro (lama vermelha) da solução de aluminato de sódio, $\text{Na}[\text{Al}(\text{OH})_4]$. O filtrado é então resfriado e o $\text{Al}(\text{OH})_3$ é precipitado pela adição de partículas (germes de cristalização) de hidróxido de alumínio. Após a remoção do $\text{Al}(\text{OH})_3$, o filtrado alcalino é concentrado por evaporação e retornado à etapa de digestão. A maior parte do hidróxido de alumínio é calcinada para produzir óxido de alumínio, ou seja, a alumina (Al_2O_3), enquanto que uma pequena fração é submetida à secagem e usada como tal (CONSTANTINO et al., 2005).

Na produção de alumina para cerâmica há necessidade de se introduzir algumas modificações no processo Bayer e no tratamento térmico, (temperaturas que variam de 1250°C a 1500°C), visando principalmente reduzir o teor de Na_2O e controlar o tamanho e forma dos cristais que têm influência sobre as propriedades finais do produto cerâmico. Dessa forma, são obtidos inúmeros tipos de óxidos de alumínio, cada um com determinadas características e campo de aplicações (CONSTANTINO et al., 2005).

3.4.2 Membranas de alumina e suas aplicações

Como mencionado anteriormente, as membranas de alumina são muito comuns no universo das membranas cerâmicas, pois além de serem produzidas a partir de um material abundante, possuem características favoráveis para a confecção de corpos porosos. As membranas de alumina podem ser obtidas pelos métodos tradicionais, mas também através de outras técnicas. Uma das mais interessantes que vem sendo utilizada, restrita à membranas de alumina, é o processo de oxidação anódica. Através desse processo na presença de ácidos fosfóricos, oxálicos, sulfúricos ou outros ácidos, separadamente ou juntos, um filme de membrana de alumina porosa pode ser produzida em um ânodo de alumina. O tamanho e a estrutura do poro do filme de óxido é controlado através da variação de voltagem. Um arranjo hexagonal regular de poros uniformes é criado normalmente na superfície. A membrana é obtida por dissolução do

alumínio e da camada de óxido, o qual é contínuo na superfície de metal. Por variação de voltagem anódica membranas com estruturas porosa e ramificada podem ser obtidas. Desse modo, finas camadas microporosas podem ser formadas em um substrato poroso numa membrana homogênea simples (PATERSON, 1992). Estas membranas têm uma estrutura planar com poros uniformes e paralelos de formato hexagonal, sem interseção e altamente reproduzível (LIRA, 2002).

As membranas de alumina têm vasta aplicação, podendo ser aplicadas tanto em processos de filtração convencional até em processos de nanofiltrações e osmose inversa. Podem ser destacadas também, aplicações em tratamento de águas e na indústria alimentícia.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo são apresentados os materiais selecionados e a metodologia utilizada para o desenvolvimento de cada etapa desta pesquisa.

4.1 Primeira etapa: Confeção de suportes tubulares

Nesta etapa são descritos os materiais e metodologia utilizada para confecção dos suportes tubulares cerâmicos e as técnicas utilizadas na caracterização dos suportes.

4.1.1 Materiais

Suporte tubular cerâmico S1

Para confecção do suporte tubular cerâmico S1, foram utilizados os seguintes materiais: alumina calcinada APC 2011 SG, fornecida pela Empresa Alcoa Alumínio S.A; argila bentonítica Chocolate, proveniente do município de Boa Vista, PB; amido solúvel P.A da Nuclear, com 99,6% de pureza e óleo diesel comercial.

Suporte tubular cerâmico S2

Para confecção do suporte tubular cerâmico S2, foram utilizados os seguintes materiais: alumina calcinada APC, não moída, fornecida pela Empresa Alcoa Alumínio S.A; argila bentonítica Chocolate, proveniente de Boa Vista – PB; amido solúvel P.A da Nuclear, com 99,6% de pureza e óleo diesel comercial. Para sua utilização na composição da massa cerâmica do suporte S2, a alumina calcinada APC, não moída, foi utilizada a fração de alumina passada em malha ABNT nº 100 e retida em malha ABNT nº 200.

4.1.2 Metodologia

4.1.2.1 Confeção dos suportes tubulares

Preparação da massa cerâmica

A massa cerâmica foi preparada da seguinte maneira: a alumina e a argila bentonítica foram misturadas manualmente, em seguida, foi adicionado à mistura, amido, previamente dissolvido em água, em diferentes proporções para cada tipo de suporte. A proporção de cada material utilizado na composição dos suportes tubulares está apresentada na Tabela 2.

Tabela 2 – Composição dos suportes tubulares cerâmicos.

Materiais	Composição (% em massa)	
	Suporte Tubular S1 (Alumina APC 2011 SG)	Suporte Tubular S2 (Alumina APC)
Alumina	73,0	59,0
Amido	3,6	6,7
Bentonita	4,4	7,7
Óleo Diesel	3,0	3,6
Água	16,0	23,0

Homogeneização

A massa cerâmica foi homogeneizada num misturador. Após este processo, a água e o óleo diesel foram adicionados à massa cerâmica e misturados manualmente até a obtenção de uma massa plástica adequada para extrusão, com aproximadamente 20% de umidade. A massa plástica permaneceu em repouso por 48h, e em seguida foi conformada por extrusão.

Extrusão

Os suportes tubulares, S1 e S2, foram obtidos em extrusora à vácuo, modelo 051, adaptada pela Empresa Verdés. Os suportes tubulares apresentam diâmetro externo de 10,9 mm e diâmetro interno de 7,7 mm.

Secagem

Os suportes tubulares foram primeiramente submetidos à secagem natural. Após 48h, foram submetidos à secagem em estufa com temperatura em 110°C onde ficaram durante 24 h.

Corte

Após a secagem, as peças cerâmicas tubulares foram cortadas com comprimento aproximado de 100 mm.

Sinterização

A sinterização dos suportes tubulares cerâmicos foi realizada segundo a programação mostrada na Tabela 3, em forno elétrico laboratorial modelo LF0914, da Fornos Jung Ltda., com programador N1100 adaptado.

Tabela 3 – Patamares de aquecimento para sinterização suportes tubulares.

Temperatura	Taxa de aquecimento (°C/min)		Patamar (min)	
	Suporte tubular S1	Suporte tubular S2	Suporte tubular S1	Suporte tubular S2
	T _{amb} a 150°C	2	2	30
150°C a 300°C	2	2	60	60
300°C a 1200°C	5	—	60	—
300°C a 1300°C	—	5	—	60

A metodologia desenvolvida para a preparação dos suportes tubulares cerâmicos está apresentada na Figura 10.

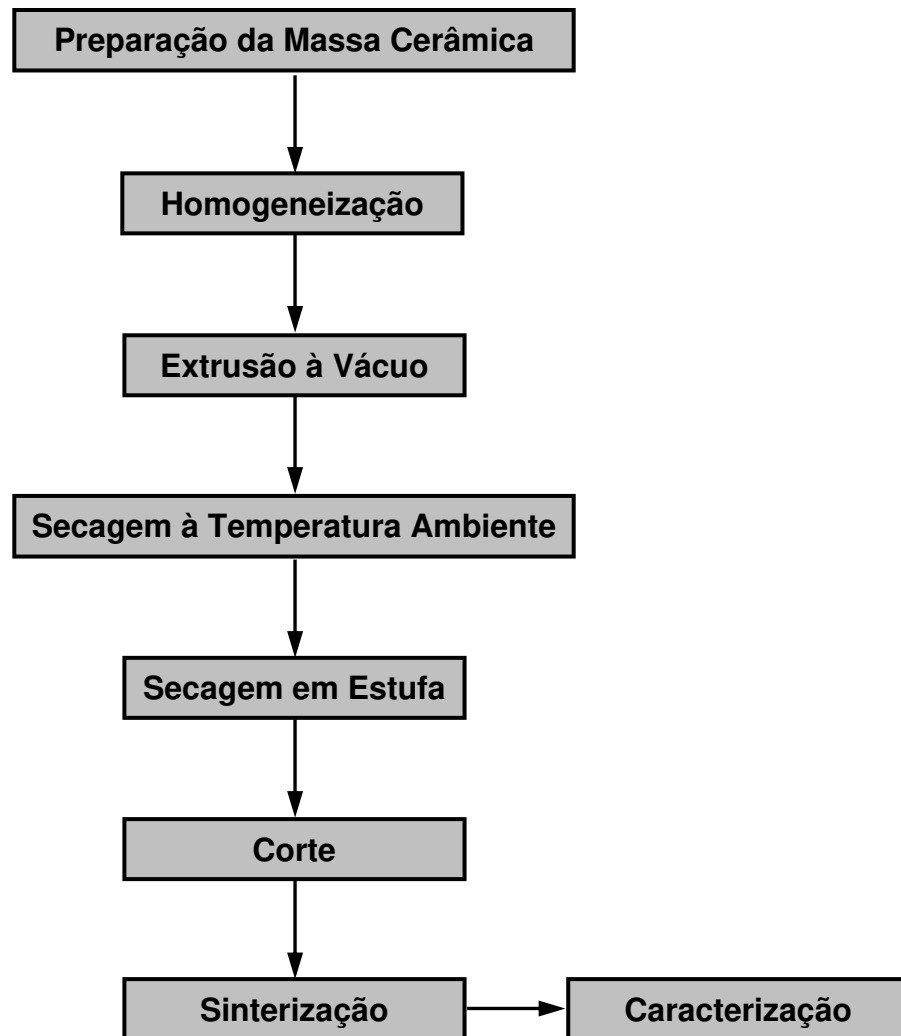


Figura 10 – Fluxograma do processo de obtenção dos suportes tubulares cerâmicos.

4.1.2.2 Caracterização dos suportes tubulares cerâmicos

Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi utilizada como caracterização física estrutural dos suportes, procurando analisar a presença de defeitos superficiais, uniformidade do suporte, espessura das camadas presentes bem como a densidade e tamanho de poros. O equipamento utilizado foi um microscópio eletrônico de varredura PHILIPS, modelo XL 30. Esta análise foi realizada nas instalações da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo (EPUSP).

Porosimetria de mercúrio

O ensaio de porosimetria de intrusão de mercúrio é uma técnica que permite a análise de uma larga faixa de poros (0,003 μ m a 360 μ m), além disso, fornece outras informações relativas à estrutura da amostra que permite uma caracterização física excepcional. Entre os dados resultantes da porosimetria, os principais são: porosidade percentual, volume total dos poros, volume da amostra e distribuição do tamanho dos poros de acordo com o volume ocupado. As porosimetrias foram executadas em um porosímetro de mercúrio modelo AutoPore III da marca Micromeritics Corp, nas instalações da EPUSP.

Análise termogravimétrica (TG)

O ensaio TG foi realizado no suporte cerâmico S2 para identificar as temperaturas nas quais ocorre perda de massa, a fim de auxiliar na determinação da curva de queima dos suportes das membranas, bem como na interpretação das transições físicas e reações químicas que ocorrem na massa cerâmica.

A amostra foi submetida à análise térmica em Analisador Térmico, modelo RB – 3000 – 20, fabricado pela Empresa BP Engenharia, com taxa de

aquecimento de 12°C/min. A temperatura máxima foi de 1000°C. O ensaio foi realizado no Laboratório de Engenharia de Materiais, da UFCG.

Difração de raios-X

O ensaio de difração de raios-x foi realizado para identificação das fases cristalinas na massa cerâmica antes e após a sinterização. O equipamento utilizado foi o Difratorômetro de raios-X modelo XRD-6000 fabricado pela empresa Shimadzu. O ensaio foi realizado com a radiação $\text{CuK}\alpha$, com uma tensão de 40 kV e uma corrente de 30 mA. A faixa de varredura (ângulo 2θ) variou de 10 a 60° e com uma velocidade de 2°C/min. O ensaio foi realizado no Laboratório de Engenharia de Materiais da UFCG.

Medidas de fluxo

As medidas de fluxo dos suportes cerâmicos tubulares foram realizadas em escala de laboratório, por meio de um sistema de fluxo tangencial (“cross-flow”), para avaliação do comportamento de fluxo. A Figura 11 esquematiza o sistema de fluxo tangencial. Os ensaios foram realizados no Laboratório de Referência em Dessalinização (LABDES), da Unidade Acadêmica de Engenharia Química (UAEQ), da UFCG.

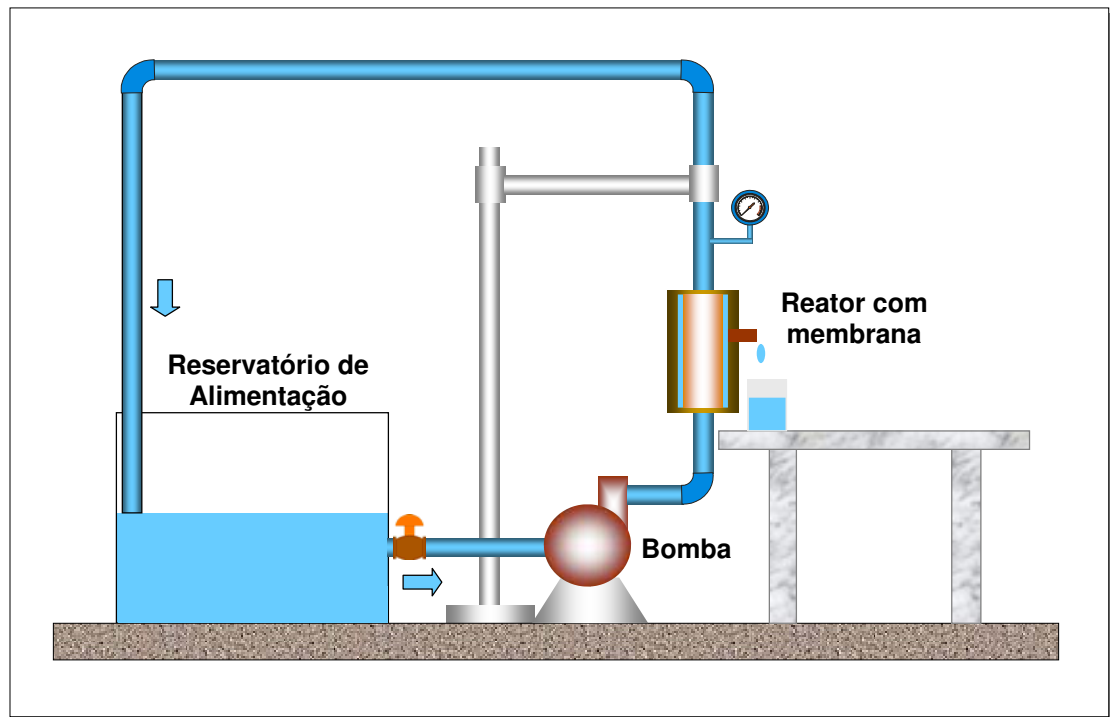


Figura 11 – Esquematização do sistema de fluxo tangencial (Fonte: SILVA, 2006).

O sistema de medida de fluxo é composto por:

- bomba centrífuga com vazão de 6 l/min;
- reservatório de alimentação;
- reator onde o suporte cerâmico é suportado;
- manômetro, com escala de 0 a 6,0 Bar, para medir a pressão do fluxo de água no sistema;
- balança digital marca Gehaka, modelo BG1000, com precisão de 0,01g, para pesar a água permeada pela membrana e
- cronômetro digital para medir o intervalo de tempo da coleta do fluxo permeado pela membrana e o tempo decorrido entre as coletas.

O sistema funciona da seguinte maneira: a bomba é ligada e espera-se a permeação da primeira gota através da membrana, após 60 segundos da permeação da primeira gota, inicia-se a coleta do permeado durante 1 mim. O

peso dessa coleta é medido e anotado em uma planilha, assim como o horário da coleta. Esse processo de coleta do permeado é repetido a cada 3 minutos, durante aproximadamente 90 min, quando o fluxo normalmente é estabilizado. O fluxo permeado (J) foi determinado através da seguinte equação (HABERT, 1997):

$$J = \frac{V}{t \times A \times P} \quad [1]$$

Sendo: V o volume (m^3) da água permeada durante o intervalo de tempo t , t o intervalo de tempo da coleta de água permeada pela membrana (dia), A a área útil da membrana (m^2) e P a pressão aplicada (bar).

Obtêm-se os gráficos das medidas de fluxo dos suportes cerâmicos, por meio dos valores dos fluxos permeados em função do tempo de ensaio decorrido.

4.1.2.3 Avaliação dos suportes no pré-tratamento de água

Produção do efluente sintético

Para analisar o desempenho dos suportes cerâmicos, foi produzido um efluente sintético com materiais sólidos em suspensão, para simular uma água contaminada. Esse efluente foi produzido adicionando-se 0,1g de argila bentonítica Chocolate para cada litro de água, obtendo-se uma água com turbidez de aproximadamente 30 NTU.

Análise granulométrica das partículas em suspensão no efluente sintético e no permeado dos suportes cerâmicos

A análise granulométrica das partículas em suspensão no efluente sintético, antes e depois do tratamento com o suporte, foi realizada por meio do sistema analisador de tamanho de partículas por difração a laser (granulômetro),

marca Cilas, modelo 1064 LD. Este ensaio foi realizado nas instalações do Laboratório da Unidade Acadêmica de Engenharia Materiais (UAEMA), da UFCG.

Fluxo dos suportes utilizando o efluente sintético

Este ensaio foi feito por meio de fluxo tangencial utilizando à mesma metodologia feita para água destilada, conforme descrito anteriormente.

Fluxo relativo dos suportes

O fluxo relativo dos suportes foi determinado comparando-se o fluxo dos suportes em água destilada e no efluente sintético, conforme equação abaixo:

$$J_R = \frac{J}{J_0} \quad [2]$$

Sendo: J_R o fluxo relativo, J o fluxo utilizando o efluente sintético permeado pelos suportes ($\text{m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{dia} \cdot \text{bar}$) e J_0 o fluxo utilizando água destilada permeada pelos suportes ($\text{m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{dia} \cdot \text{bar}$).

Ensaio de turbidez e rendimento dos suportes

O rendimento dos suportes foi determinado em função dos valores obtidos de turbidez do efluente sintético antes e depois da passagem pelos suportes. A concentração de partículas foi relacionada com a turbidez, por serem grandezas lineares, ou seja, o aumento da concentração, eleva a turbidez na mesma proporção. O equipamento utilizado para medir a turbidez foi o turbidímetro da marca Hanna Instruments.

A fórmula utilizada para cálculo do rendimento foi a seguinte:

$$R(\%) = \left(1 - \frac{T}{T_0}\right) \times 100 \quad [3]$$

Sendo: R o rendimento da membrana (%), T a turbidez da água permeada pelo suporte (NTU) e T_0 a turbidez do efluente sintético (NTU).

4.2 Segunda etapa: Confeção das membranas cerâmicas assimétricas

Com os resultados obtidos no desenvolvimento da etapa anterior, foi selecionado o suporte utilizado para a continuidade da pesquisa e nele foi depositado a camada ativa da membrana. Os materiais, as metodologias empregadas para a confecção das membranas e as técnicas de caracterização estão apresentadas a seguir.

4.2.1 Materiais

Nesta etapa foi utilizado o suporte tubular S2 e para preparação da camada ativa, foram utilizados os seguintes materiais: alumina calcinada APC 2011 SG moída em laboratório por 24 horas, fornecida pela Empresa Alcoa Alumínio S.A.; argila bentonítica Chocolate, proveniente do município de Boa Vista, PB; etileno glicol P.A e hexametáfosfato de sódio, fornecidos pela VETEC.

4.2.2 Metodologia

4.2.2.1 Confeção e caracterização das membranas assimétricas

Recobrimento do suporte tubular

O recobrimento do suporte tubular foi realizado com uma dispersão preparada à base da alumina APC 2011 SG, a mesma foi moída para que se obtivesse uma granulometria desejada para realizar a deposição sobre o suporte cerâmico. O intuito de realizar a deposição é obter uma estrutura semelhante com a apresentada na Figura 6, Capítulo2, com uma camada seletiva de espessura fina, suportada em um material macroporoso.

Moagem da alumina APC 2011 SG

A alumina APC 2011 SG foi moída em um moinho tipo periquito, produzido pela V.D.M Tintas Fornos e Máquinas. A moagem foi realizada via úmida, utilizando água, durante 10 min, 20 min, 30 min, 60 min e 24 horas, e em álcool etílico durante 24 horas, para avaliar a influência do tempo de moagem na granulometria obtida.

Análise granulométrica das aluminas estudadas

A análise granulométrica foi determinada por via úmida num sistema analisador de tamanho de partículas por difração a laser (granulômetro), marca Cilas, modelo 1064 LD. Este ensaio foi realizado no Laboratório de Engenharia de Materiais da UFCG.

Foram realizados ensaios para a alumina APC 2011 SG, alumina APC, alumina APC 2011 SG moída em álcool etílico durante 24 h e alumina APC 2011 SG moída em água durante 10 min, 20 min, 30 min, 60 min e 24h.

Deposição da camada sobre o suporte cerâmico

Para a deposição da camada sobre o suporte, foi utilizada uma dispersão com uma mistura de 18% em peso de alumina, 2% em peso de bentonita e 80% em peso de uma solução de etileno glicol e defloculante hexametáfosfato de sódio.

Os componentes da dispersão são primeiramente dispersados em ultrassom por 10 min, para que ocorra a desaglomeração das partículas, após esta etapa a dispersão é levada para um agitador mecânico durante 30 min, a uma velocidade de 300 rpm, para que ocorra total homogeneização dos componentes. Logo após a dispersão é levada para deposição sobre o suporte cerâmico.

As membranas foram obtidas por meio da deposição da dispersão de alumina pelo método “dip coating” na parte interna do suporte de alumina,

usando o tempo de deposição de 10 segundos para um suporte e 1 minuto para outro. A camada formada foi seca a 100°C por 24 h e posteriormente calcinada a 1300°C (sistema suporte + filme), obedecendo à curva de sinterização do suporte tubular S2, apresentado na Tabela 3.

Foram confeccionados quatro tipos de membranas de acordo com o tipo de moagem e com o tempo de deposição do filme, foram elas:

- moagem da Alumina APC 2011 SG durante 24 h com água:
 - deposição durante 10s - nomenclatura da membrana: **Membrana A.**
 - deposição durante 1min - nomenclatura da membrana: **Membrana B.**
- moagem da Alumina APC 2011 SG durante 24 h com álcool etílico:
 - deposição durante 10s - nomenclatura da membrana: **Membrana C.**
 - deposição durante 1min - nomenclatura da membrana: **Membrana D.**

O fluxograma da preparação da solução está esquematizado na Figura 12.

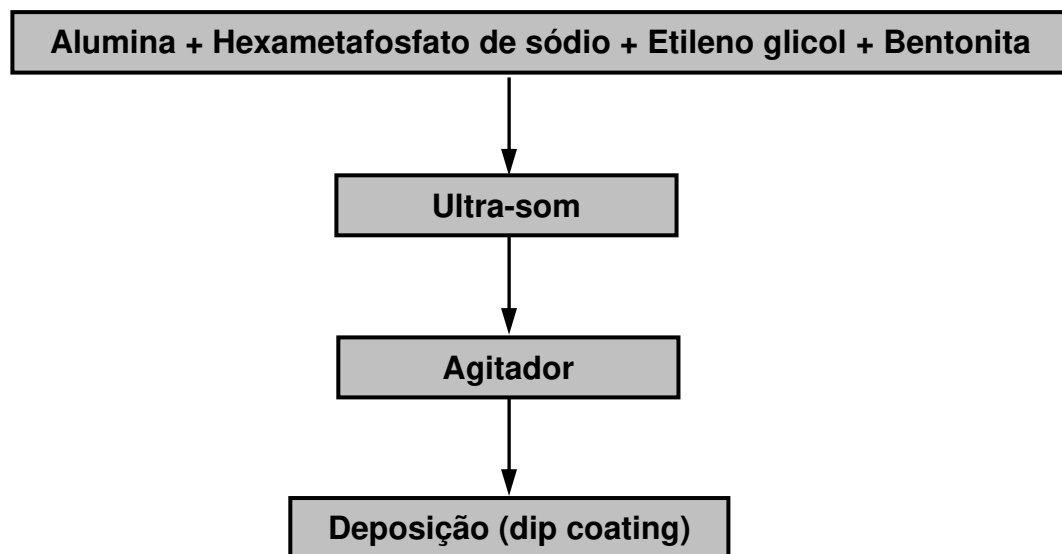


Figura 12 – Fluxograma da preparação da solução à base de alumina.

Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

O procedimento é o mesmo descrito no item 4.1.2.2, sendo que este ensaio foi realizado utilizando o equipamento de microscopia eletrônica de varredura Shimadzu Superscan SSX-550. Esta análise foi realizada nas instalações do Laboratório de Ensaios de Materiais, localizado no Centro de Tecnologia do Gás, RN (CTGÁS-RN).

Porosimetria de mercúrio

O procedimento é o mesmo descrito no item 4.1.2.3. As porosimetrias foram executadas em um porosímetro de mercúrio modelo Pascal 240, da marca LTM, no Laboratório de Termoquímica e Materiais, da UFPB.

Medidas de fluxo

As membranas assimétricas foram caracterizadas por medidas de fluxo da mesma maneira descrita anteriormente no item 4.1.2.2.

Avaliação das membranas no pré-tratamento de água

As membranas foram avaliadas no pré-tratamento de água da mesma forma descrita anteriormente no item 4.1.2.3.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos dos ensaios de caracterização dos suportes cerâmicos e das membranas cerâmicas assimétricas, assim como, das suas aplicações no pré-tratamento de água. Para um melhor entendimento esse capítulo foi dividido em duas etapas. Na primeira etapa estão discutidos os resultados referentes aos suportes cerâmicos e na segunda etapa os referentes às membranas assimétricas.

5.1 Primeira etapa: Suportes tubulares cerâmicos

5.1.1 Caracterização morfológica dos suportes tubulares cerâmicos

Microscopia eletrônica

A Figura 13 mostra micrografias dos suportes cerâmicos S1 e S2. De acordo com os resultados percebe-se uma superfície homogênea com poros distribuídos, a ausência de trincas ou defeitos superficiais. Foi verificada no suporte S1 a presença de aglomerado de partículas variando na ordem entre 2 a 10 μ m, e no suporte S2 aglomerados de partículas variando na ordem entre 5 a 15 μ m. Este resultado já era esperado, pois a alumina usada para confeccionar o suporte S2 apresentava uma granulometria maior. Desta forma, pode-se esperar uma maior permeabilidade do suporte S2, uma vez que o tamanho dos poros é função do tamanho das partículas do material com o qual foi feito. As micrografias não permitem estimar com precisão o tamanho dos poros nos suportes, no entanto verifica-se uma diferença no aspecto superficial das micrografias, com o suporte S2 apresentando poros maiores, porém essas observações não são conclusivas.

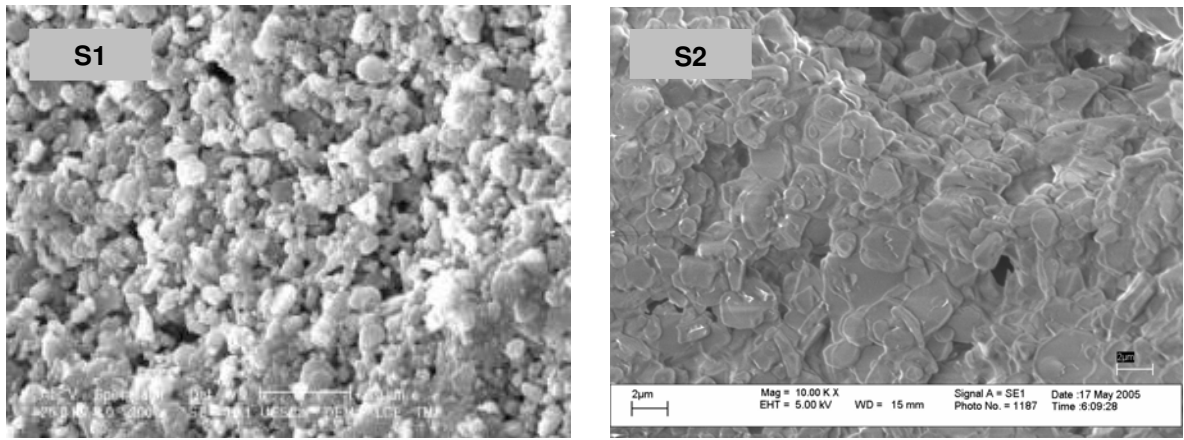


Figura 13 – Micrografias dos suportes cerâmicos S1 e S2.

Porosimetria de mercúrio

As Figuras 14 e 15 apresentam os gráficos do diâmetro médio de poros em função do volume de intrusão acumulada de mercúrio para os dois tipos de suporte. Observa-se que o suporte S1 apresenta a maioria de poros variando em torno do diâmetro de 0,74 µm, como pode ser observado na inclinação da curva nesta faixa e o suporte S2 com duas faixas de diâmetros de poros, uma com diâmetro médio em torno de 0,5 µm e outra com diâmetro médio em torno de 15µm.

As Figuras 16 e 17 apresentam os gráficos da distribuição dos diâmetros médios dos poros dos suportes. Pode-se verificar que o suporte S1 apresenta uma estrutura unimodal e uma distribuição estreita de poros, sendo este um fator determinante para caracterizá-lo como altamente seletivo na faixa de 0,74µm. O suporte S2 tem uma distribuição mais aberta, além da sua estrutura bimodal, A primeira faixa de diâmetro médio de aproximadamente 15µm deve-se aos poros intergranulares formado entre os agregados de alumina resultantes do processo de calcinação, a segunda faixa com diâmetro médio de 0,5µm deve-se a poros intragranulares dos grãos de alumina.

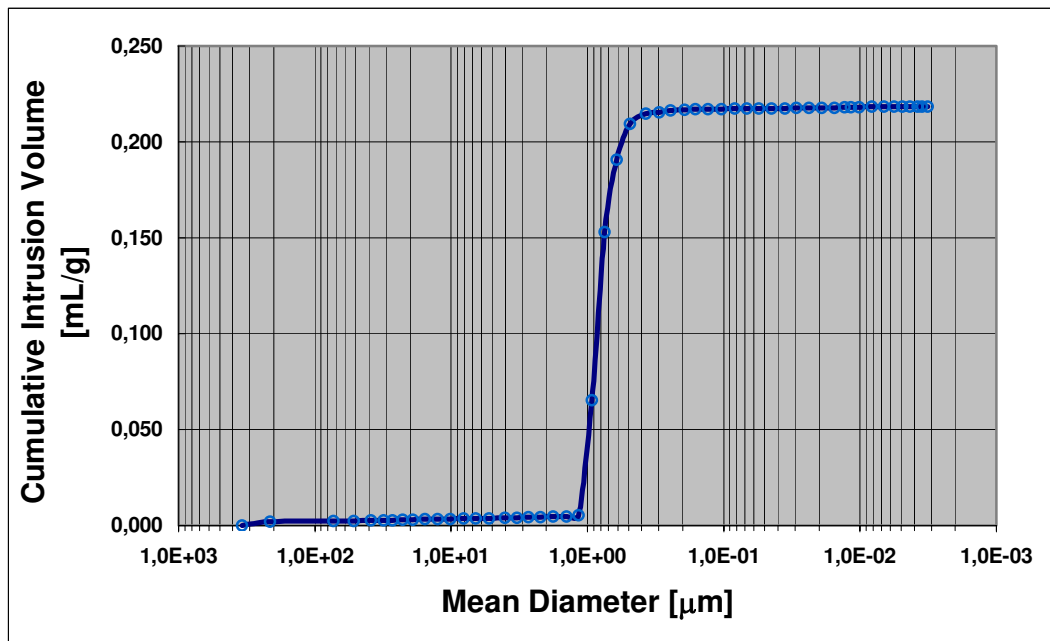


Figura 14 – Gráfico do diâmetro médio de poros em função do volume de intrusão de mercúrio acumulado no suporte S1.

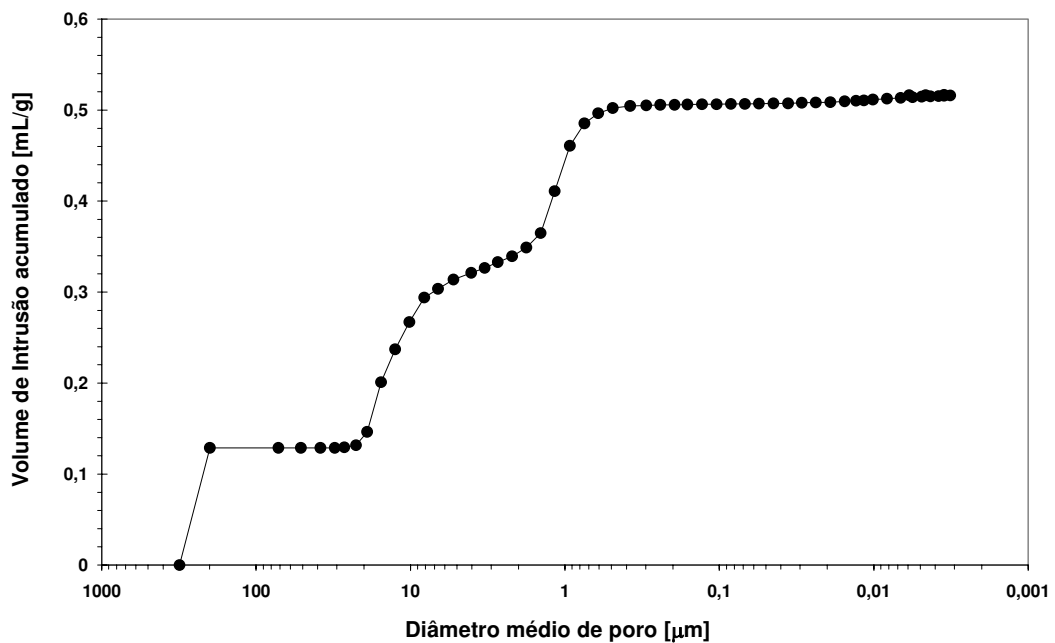


Figura 15 – Gráfico do diâmetro médio de poros em função do volume de intrusão de mercúrio acumulado no suporte S2.

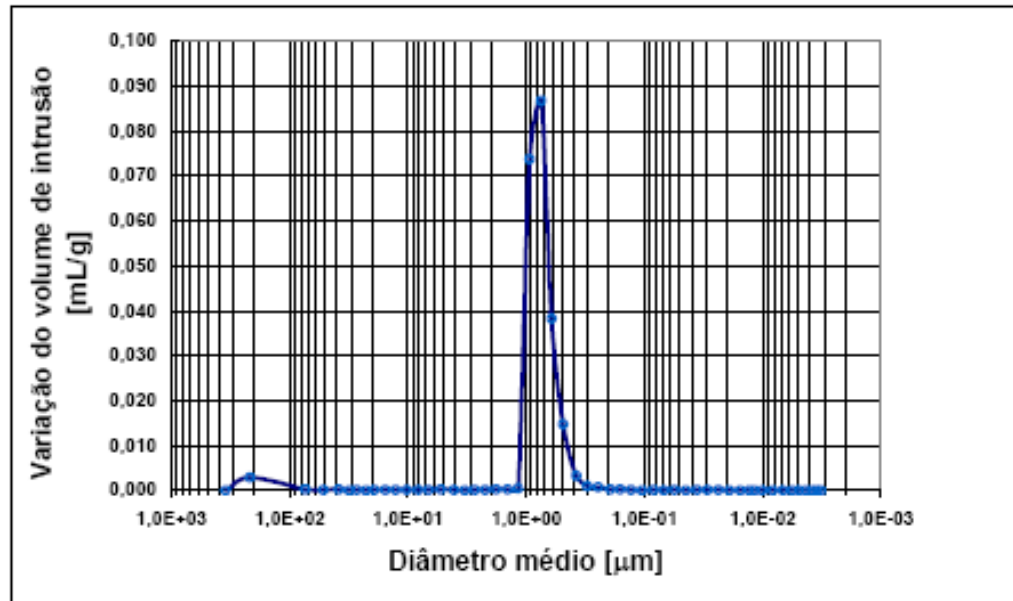


Figura 16 – Gráfico da distribuição de tamanho médio de poros em função da variação do volume de intrusão de mercúrio no suporte S1.

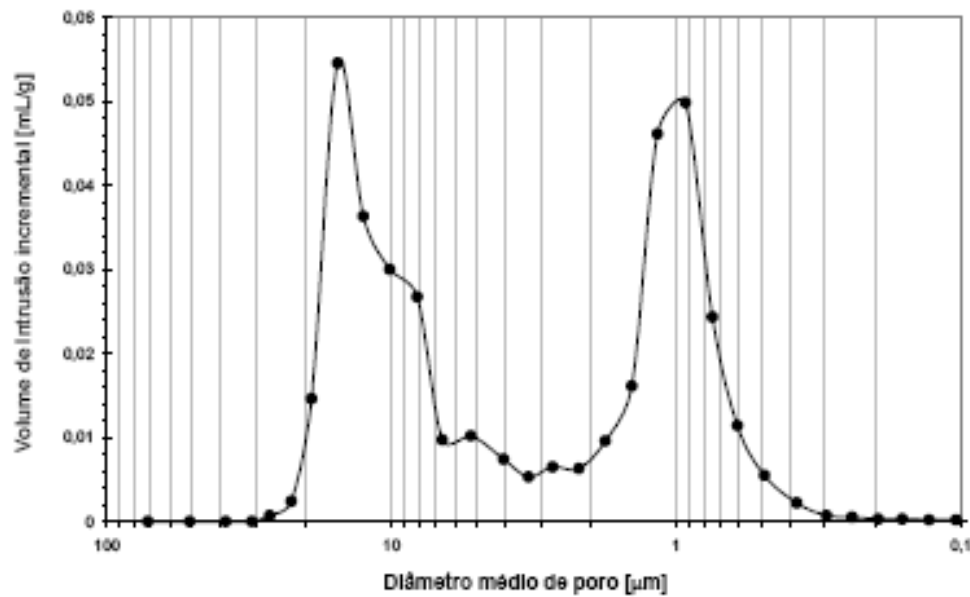


Figura 17 – Gráfico da distribuição de tamanho médio de poros em função da variação do volume de intrusão de mercúrio no suporte S2.

Os valores do diâmetro médio dos poros e da porosidade dos suportes tubulares cerâmicos apresentados na Tabela 4, só vêm a confirmar as afirmações citadas acima, tendo o suporte S2 valores superiores devido a granulometria da alumina utilizada na sua confecção ser bastante superior do que a usada no suporte S1.

Tabela 4 – Valores do diâmetro médio dos poros e da porosidade dos suportes.

Tipo de suporte	Diâmetro médio dos poros (μm)	Porosidade (%)
Suporte S1	0,74	45,45
Suporte S2	0,05 e 15,48	65,32

Devido ao diâmetro médio dos poros, os suportes S1 e S2 podem ser classificados como membranas de microfiltação e em virtude de sua estreita faixa de distribuição de tamanho de poros é muito provável que o suporte S1 tenha alta seletividade, analisando da mesma maneira é esperado que o suporte S2, tenha uma alta permeabilidade.

Análise termogravimétrica (TG)

A Figura 18 mostra a curva da análise termogravimétrica do suporte cerâmico S2 usado na confecção da membrana. Observa-se uma perda de massa de mais de 2% até 200°C, proveniente da perda de massa da água existente. De 200 à 900°C, observa-se uma acentuada perda de massa em torno de 18%, em consequência da perda de matéria orgânica e de hidroxilas da fração argila. A perda total de massa foi de aproximadamente 20%.

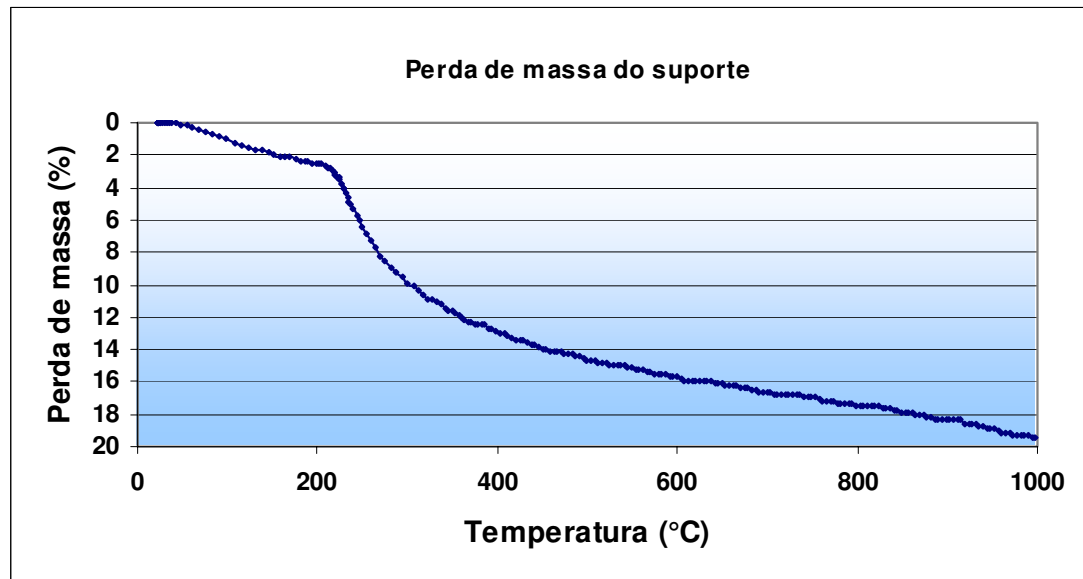


Figura 18 – Análise termogravimétrica do suporte cerâmico.

Difração de raios-X

A Figura 19 mostra o resultado da difração de raios-X da massa cerâmica e do suporte cerâmico S2 utilizado na confecção da membrana assimétrica. Observa-se que o difratograma registra a presença de picos característicos da alumina com distâncias interplanares de 3,47; 2,54; 2,37; 2,08; 1,73 e 1,60 Å. Observa-se também que após a sinterização da massa, os picos da alumina permaneceram, ocorrendo apenas uma diminuição na intensidade dos mesmos.

Isso indica que embora tenha ocorrido alguma sinterização, isto ocorreu de forma incipiente, como mostra o gráfico do suporte com o aparecimento de pequenos picos de outras fases secundárias não identificadas, que provavelmente devem ser da argila bentonítica presente na massa em pequena quantidade.

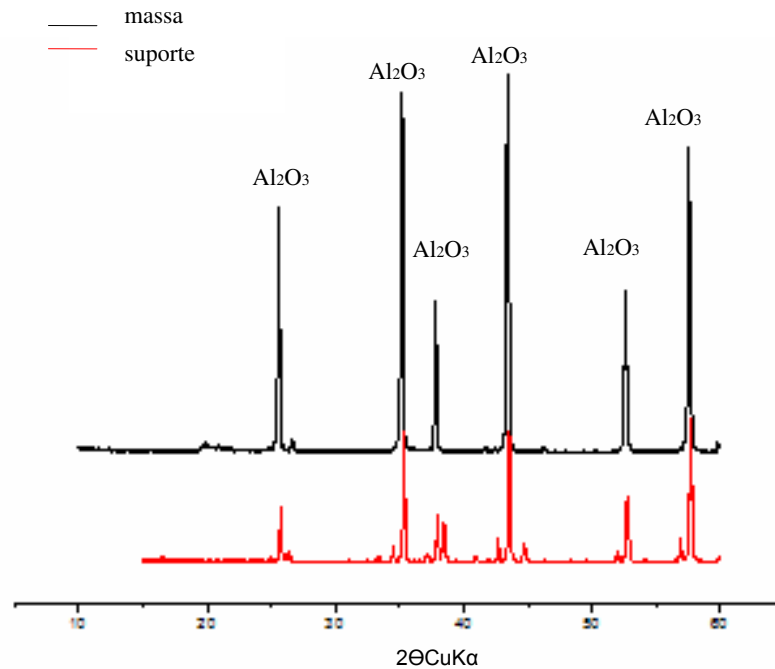


Figura 19 – Difração de raios-X da massa e do suporte cerâmico S2.

Medidas de fluxo

Os resultados dos fluxos de água destilada que permeiam através dos suportes S1 e S2 estão mostrados nos gráficos das Figuras 20 e 21, respectivamente. A Figura 22 apresenta o gráfico comparativo dos fluxos medidos nos dois suportes.

O suporte S1 apresentou um fluxo permeado estabilizado em torno de 13,0 m³/m².dia.bar, e o do suporte S2 estabilizado em torno de 400,0 m³/m².dia.bar, sendo o fluxo permeado do suporte S2 aproximadamente 30 vezes maior. Esta alta permeabilidade do suporte S2 era esperada devido aos seus poros maiores e sua maior porosidade.

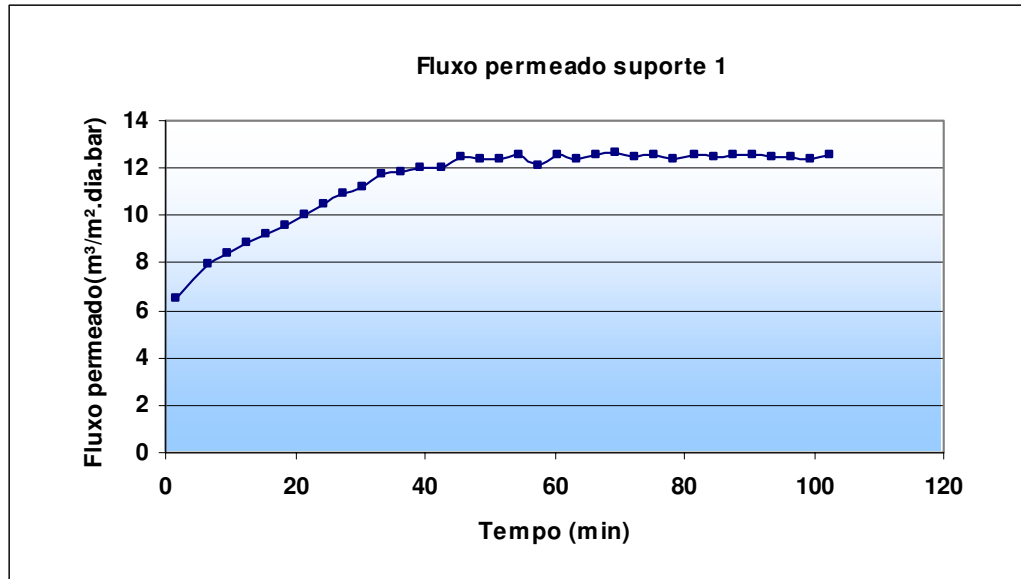


Figura 20 – Gráfico do fluxo de água destilada permeada através do suporte S1.

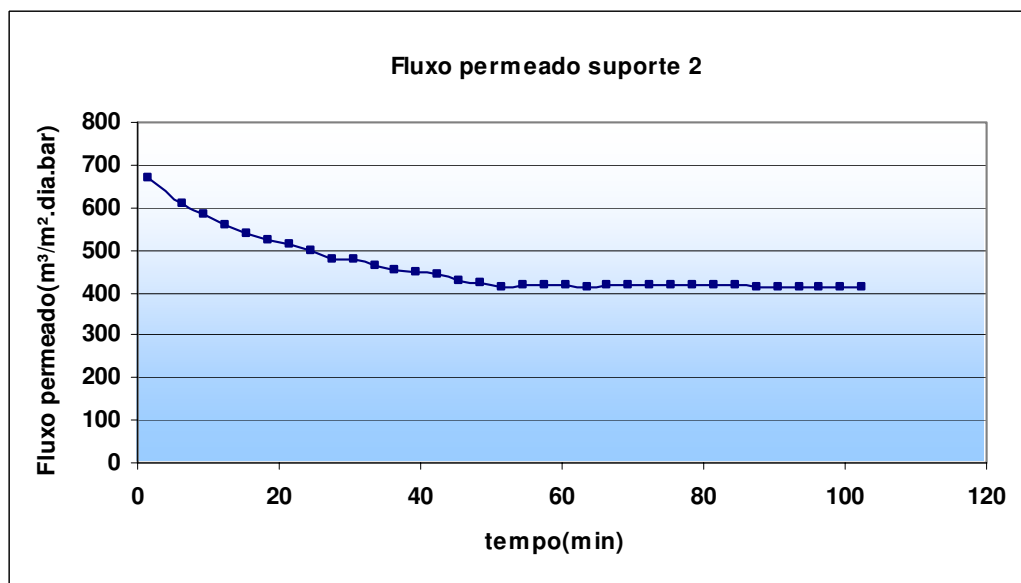


Figura 21 – Gráfico do fluxo de água destilada permeada através do suporte S2.

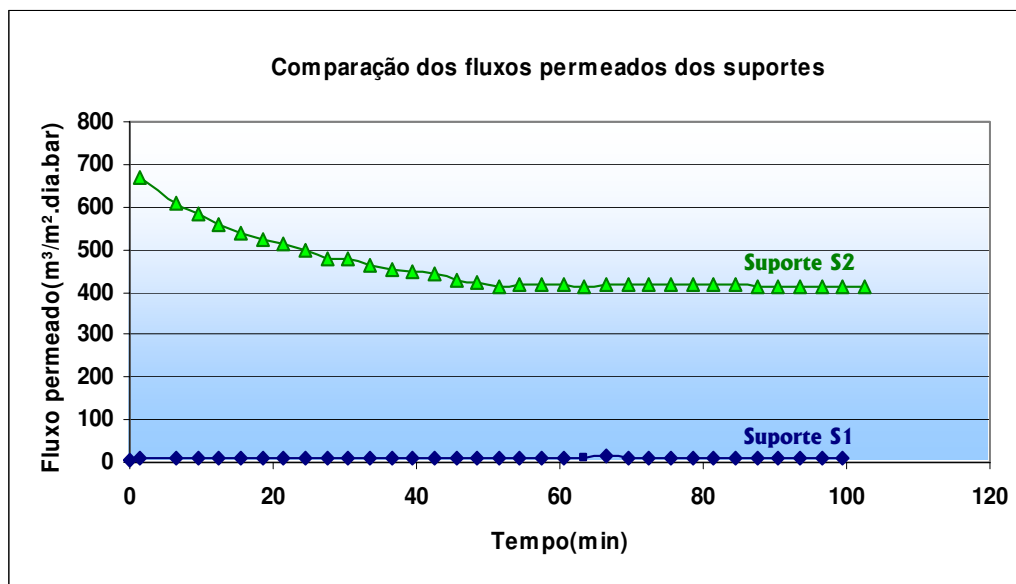


Figura 22 – Gráfico comparativo dos fluxos de água destilada permeada pelos suportes cerâmicos.

5.1.2 Avaliação dos suportes tubulares no pré-tratamento de água

Análise granulométrica das partículas em suspensão no efluente sintético e no permeado dos suportes cerâmicos

A Figura 23 apresenta a distribuição granulométrica por tamanho de partículas dos sólidos em suspensão do efluente sintético. Verifica-se um maior percentual de partículas com dimensões variando entre 4 e 14 μm , tendo as partículas suspensas um diâmetro médio de 9,69 μm .

A Figura 24 apresenta a distribuição granulométrica do efluente sintético permeado pelo suporte S2, verifica-se um maior percentual de partículas com dimensões variando entre 4 e 12 μm , tendo as partículas suspensas um diâmetro médio de 7,91 μm . Ocorreu uma diminuição do teor das partículas com tamanho

maior que $15\mu\text{m}$, isso quando comparado com o do efluente sintético, como pode ser observado pela diminuição da área do gráfico na região citada. Essa diminuição deve-se ao fato do suporte S2 possuir poros na faixa de $0,05$ e $15\mu\text{m}$, retendo assim em maior quantidade as partículas com diâmetro superior a $15\mu\text{m}$.

O ensaio de análise granulométrica não foi possível ser realizado para o efluente sintético permeado pelo o suporte S1, por esta água não apresentar a concentração mínima de sólidos em suspensão necessária para a leitura do equipamento, isto se deve ao fato do suporte S1 apresentar poros na faixa de $0,74\mu\text{m}$ e reter praticamente todos os sólidos em suspensão presentes no efluente sintético.

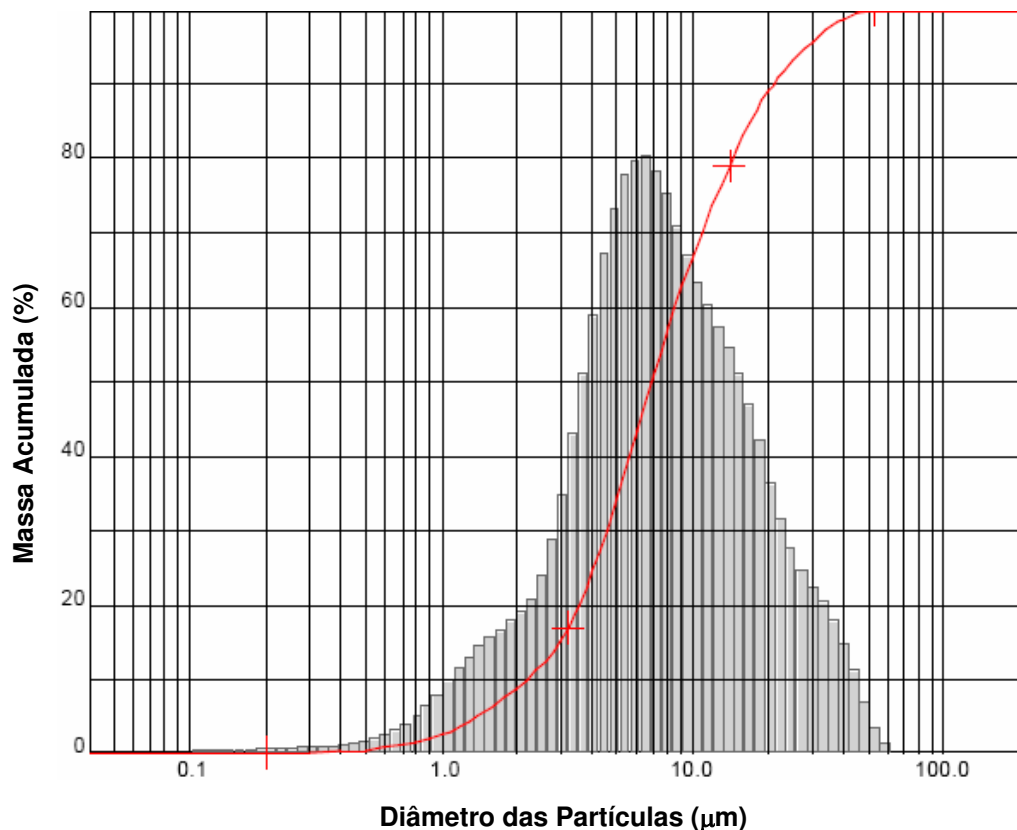


Figura 23 – Distribuição granulométrica das partículas em suspensão no efluente sintético.

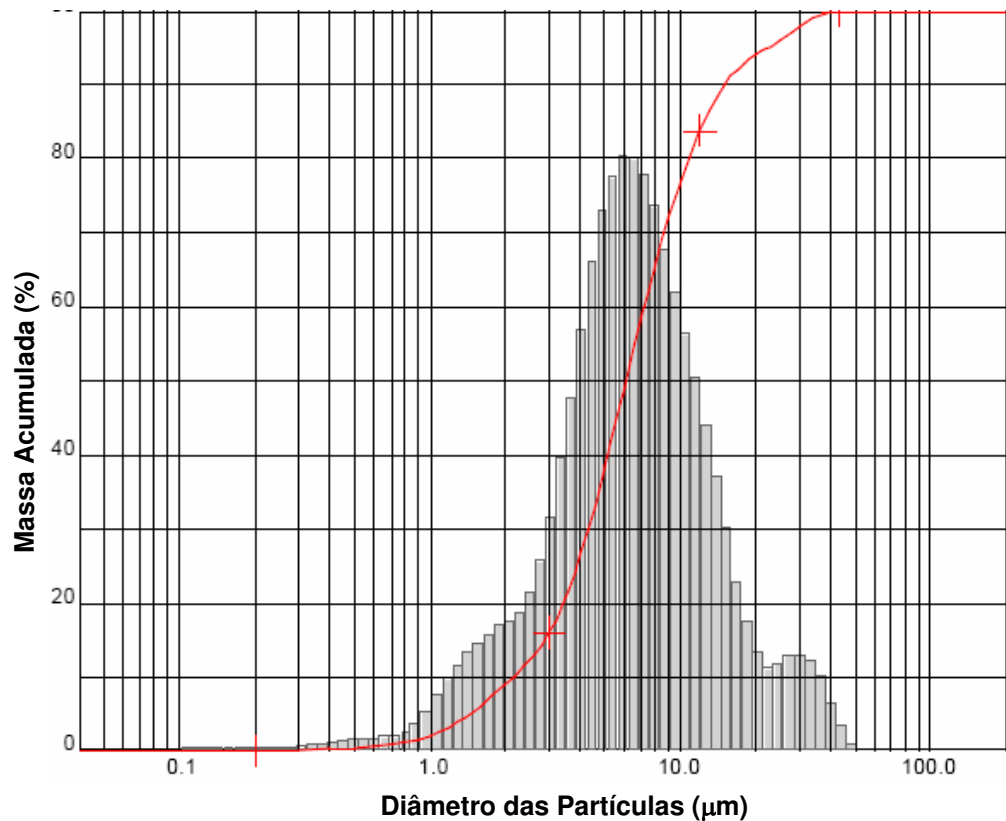


Figura 24 – Distribuição granulométrica das partículas em suspensão no efluente sintético permeado pelo suporte S2.

Fluxo dos suportes utilizando o efluente sintético

Os resultados de fluxo do efluente sintético permeado pelos suportes S1 e S2 estão mostrados nos gráficos das Figuras 25 e 26, respectivamente. A Figura 27 apresenta o gráfico comparativo dos fluxos permeados dos suportes.

O suporte S1 apresentou um fluxo permeado estabilizado em torno de 5,0 $\text{m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{dia} \cdot \text{bar}$, e o do suporte S2 estabilizado em torno de 220,0 $\text{m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{dia} \cdot \text{bar}$, sendo o fluxo permeado do suporte S2 aproximadamente 40 vezes maior.

Observa-se que o comportamento do fluxo dos suportes utilizando o efluente sintético é diferente do fluxo permeado com água destilada, isto porque, as partículas que estão em suspensão no efluente provocam entupimento em

parte dos poros, ou ficam depositadas na superfície do suporte diminuindo assim, o fluxo.

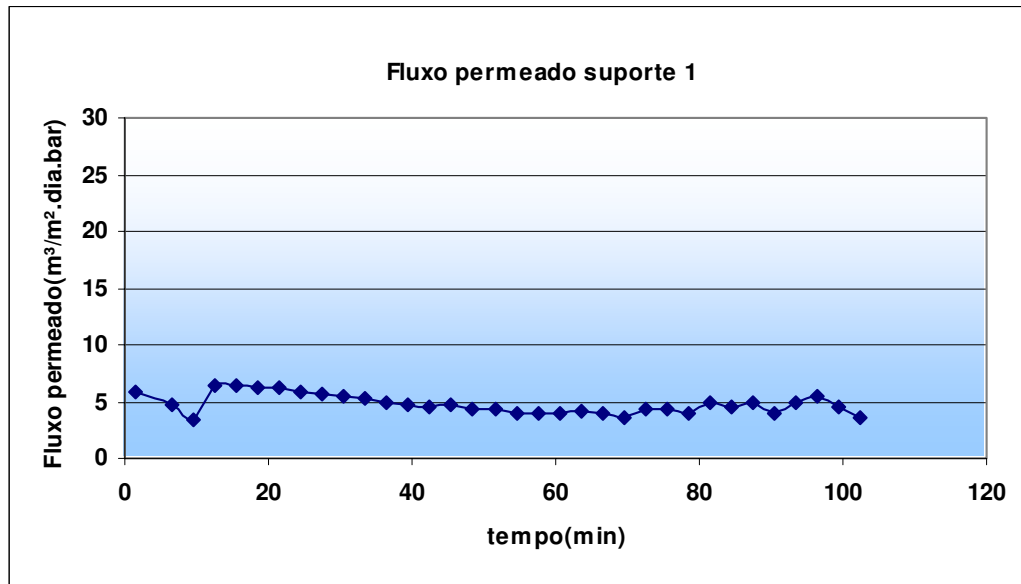


Figura 25 – Gráfico do fluxo do efluente sintético permeado pelo suporte S1.

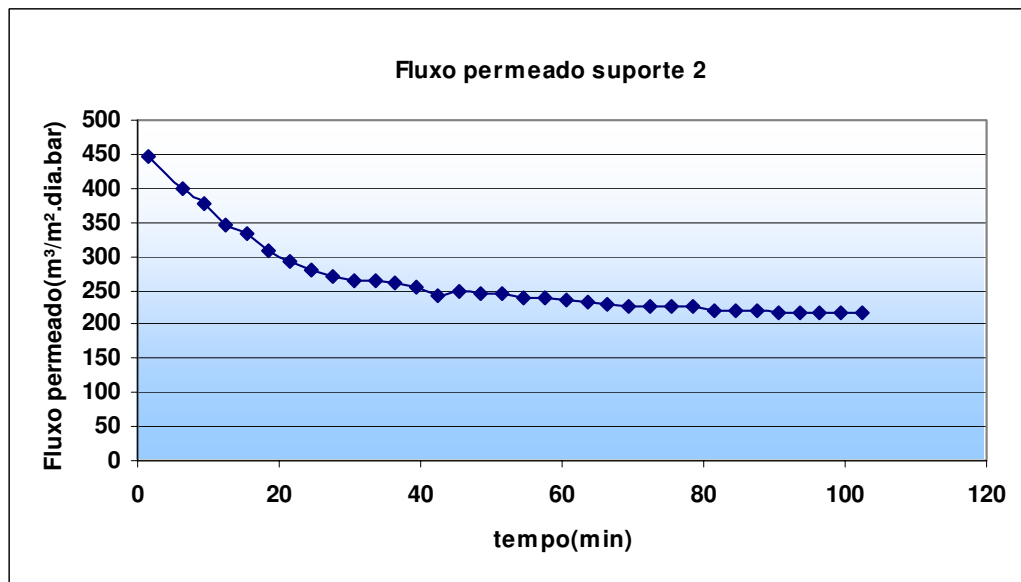


Figura 26 – Gráfico do fluxo do efluente sintético permeado pelo suporte S2.

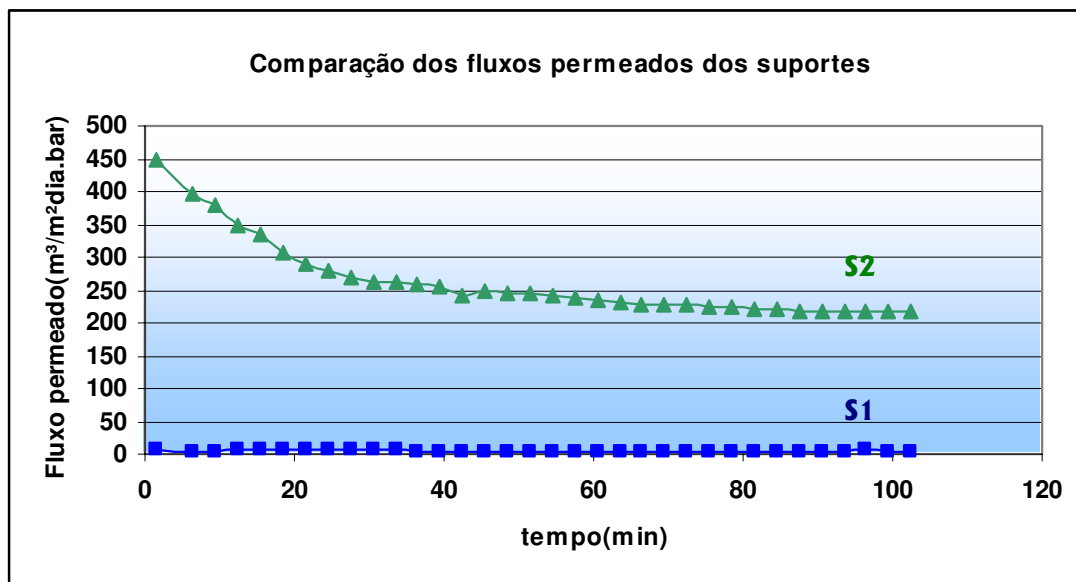


Figura 27 – Gráfico comparativo dos fluxos do efluente sintético permeado pelos suportes cerâmicos.

Fluxo relativo dos suportes (J/J_0)

Os resultados dos fluxos relativos permeados pelos suportes S1 e S2 estão mostrados nos gráficos das Figuras 28 e 29, respectivamente. A Figura 30 apresenta o gráfico comparativo dos fluxos relativos permeados pelos suportes.

O suporte S1 na presença do efluente sintético operou em torno de 30% da sua capacidade de permeação, enquanto o suporte S2 em torno de 55%. A diminuição acentuada na capacidade de permeação do suporte S1, provavelmente ocorre devido à deposição de partículas em suspensão na superfície do suporte, ocorrendo um entupimento superficial e impedindo uma melhor permeação. No suporte S2 o entupimento ocorre mais internamente, devido ao maior tamanho de poros, não acarretando uma queda tão acentuada na permeação.

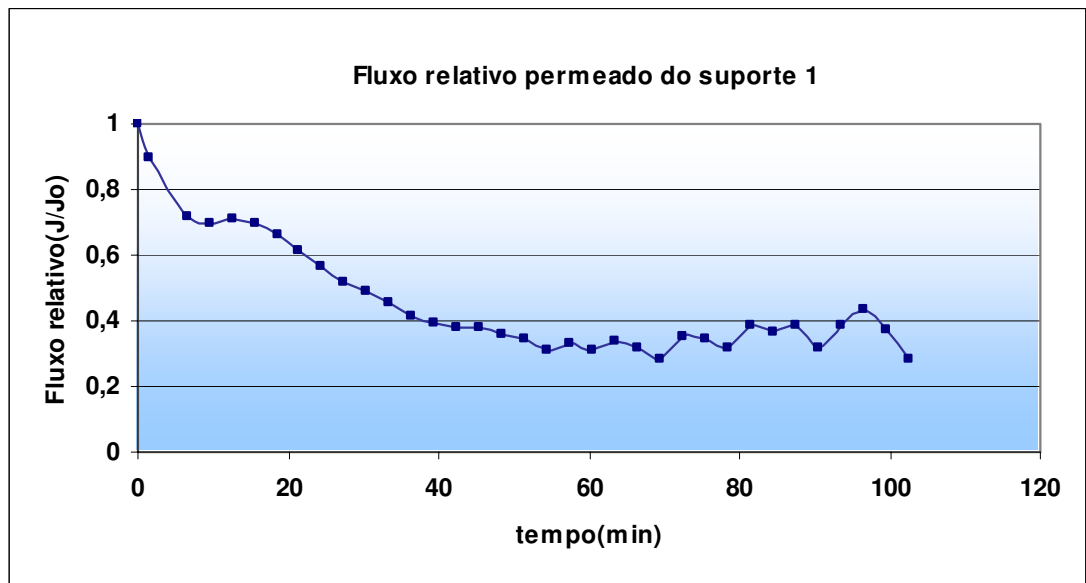


Figura 28 – Gráfico do fluxo relativo permeado pelo suporte S1.

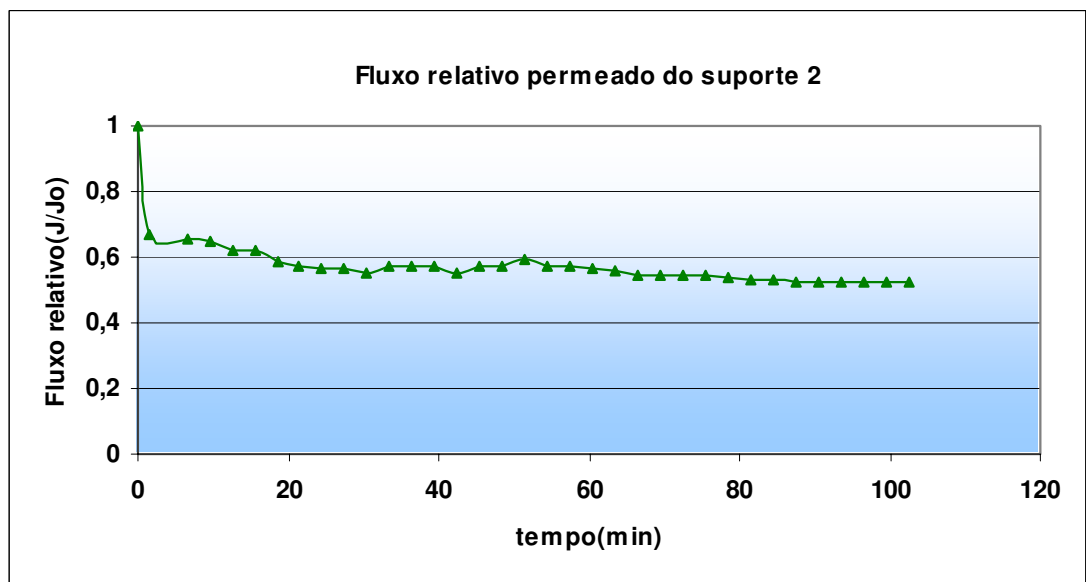


Figura 29 – Gráfico do fluxo relativo permeado pelo suporte S2.

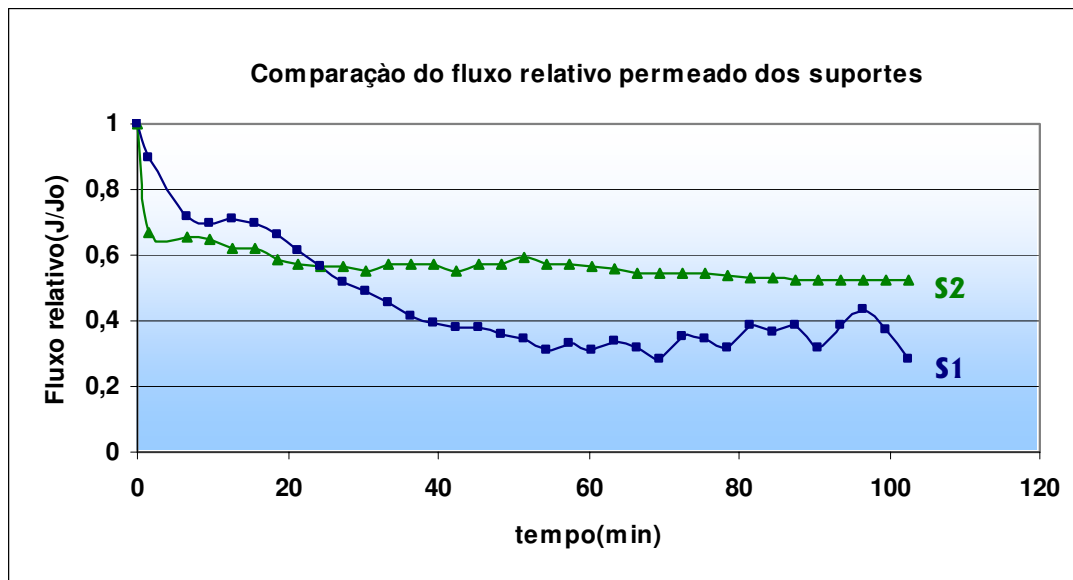


Figura 30 – Gráfico comparativo dos fluxos relativos dos suportes cerâmicos.

Ensaio de Turbidez e Rendimento dos suportes

Foi realizado o ensaio de turbidez na água permeada pelos suportes. Os resultados podem ser vistos na Tabela 5. Percebe-se no suporte S1 uma diminuição nos valores da turbidez para valores próximos de zero, indicando que grande parte do material sólido que estava em suspensão no efluente sintético foi retido pelo suporte, apresentando assim uma grande seletividade. O suporte S2 apresentou uma diminuição na turbidez da água, mas não tão eficiente quanto ao suporte S1, isso ocorre devido aos maiores tamanhos de poros presentes no suporte S2, não retendo boa parte das partículas, presentes no efluente, com tamanhos menores do que os poros do suporte.

Tabela 5 – Valores dos ensaios de turbidez do efluente sintético para os suportes.

Tipo de suporte	Turbidez inicial do efluente sintético (NTU)	Turbidez média da permeação (NTU)	Turbidez final da permeação (NTU)
S1	15,3	0,78	0,61
S2	33,1	14,57	9,2

Os resultados dos rendimentos do suporte S1 e S2 podem ser vistos nos gráficos das Figuras 31 e 32, respectivamente. Observa-se que o S1 teve rendimento alto desde o início do ensaio, retendo praticamente todo material em suspensão, comprovando assim a sua alta seletividade. O suporte S2 teve um baixo rendimento no início, elevando esse rendimento ao longo do ensaio e estabilizando em torno de 70%, esse aumento do rendimento pode ser atribuído ao entupimento de alguns poros ou pela deposição de partículas em suspensão sobre a superfície do suporte, atuando assim na retenção das próprias partículas em suspensão do efluente. Esse fenômeno é conhecido como “fouling”, acarretando também na queda do fluxo permeado.

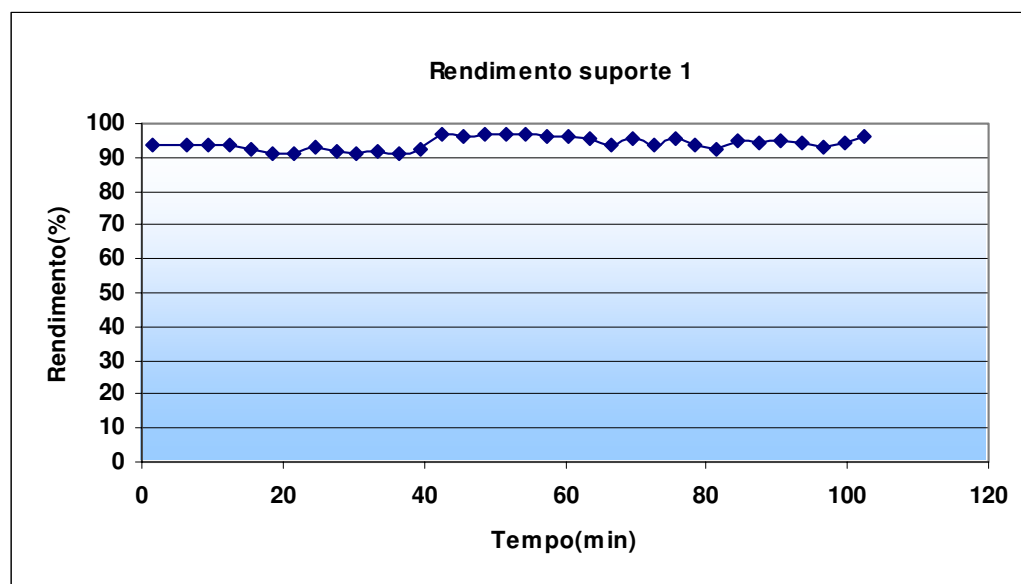


Figura 31 – Gráfico do rendimento do suporte S1.

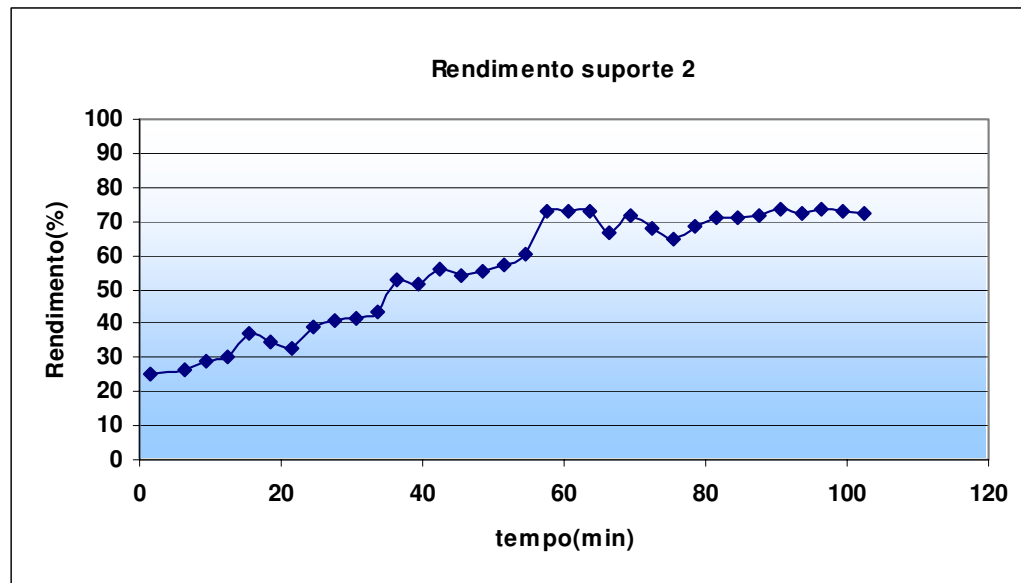


Figura 32 – Gráfico do rendimento do suporte S2.

A análise conjunta dos resultados nos permite concluir que o suporte S1, preparado com a alumina APC 2011 SG, possui uma alta seletividade para reter as partículas em suspensão do efluente sintético, característica desejável para compor a camada ativa de uma membrana de microfiltração, enquanto o suporte S2, preparado com a alumina APC não moída, possui alta permeabilidade. Assim, com o intuito de se combinar as características de seletividade e permeabilidade, optou-se por usar o suporte S2 como suporte da membrana assimétrica e como camada ativa a alumina APC 2011 SG moída em laboratório. A camada ativa foi depositada na superfície interna do suporte S2. Os resultados de caracterização desta membrana são apresentados na segunda etapa.

5.2 Segunda etapa: Membranas cerâmicas assimétricas

5.2.1 Membranas cerâmicas assimétricas

Análise granulométrica das aluminas estudadas

As Figuras 33 e 34 apresentam os gráficos referentes às análises granulométricas da alumina APC e da alumina APC 2011 SG, respectivamente.

Na Figura 33, verifica-se um maior percentual de aglomerados de partículas com dimensões variando entre 90 e 105 μm , tendo aglomerados com diâmetro médio de 86,51 μm . A presença de aglomerados nessa faixa de diâmetro conduz a formação de poros grandes e, conseqüentemente, alta permeabilidade, características desejáveis para um suporte cerâmico.

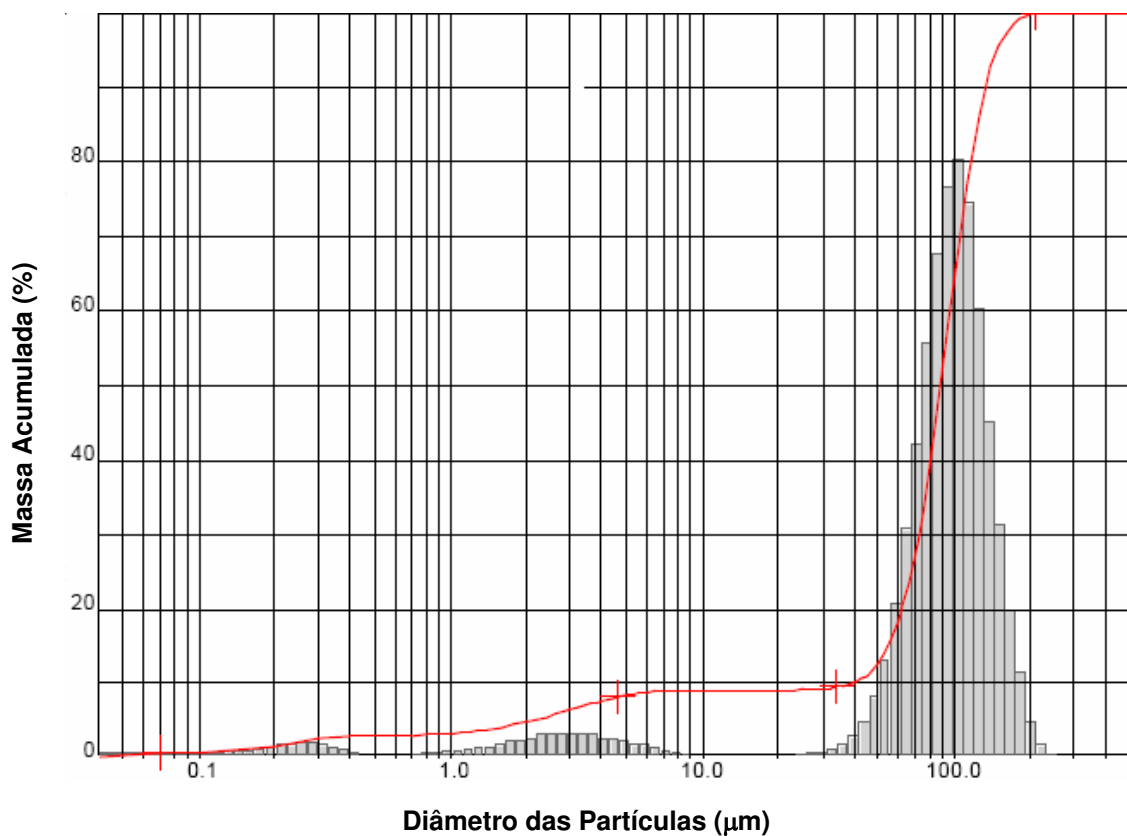


Figura 33 – Distribuição granulométrica das partículas da alumina APC.

A análise granulométrica da alumina APC 2011 SG, apresentada na Figura 34, mostra um maior percentual de aglomerados com dimensões variando entre 4 e 7 μm , tendo aglomerados com um diâmetro médio de 4,45 μm . Esse resultado confirma os apresentados na primeira etapa para o suporte S1, evidenciando a alta seletividade resultante da formação de poros pequenos. Como mencionado anteriormente, a alumina APC 2011 SG apresenta característica desejável para confecção da camada ativa da membrana de microfiltração.

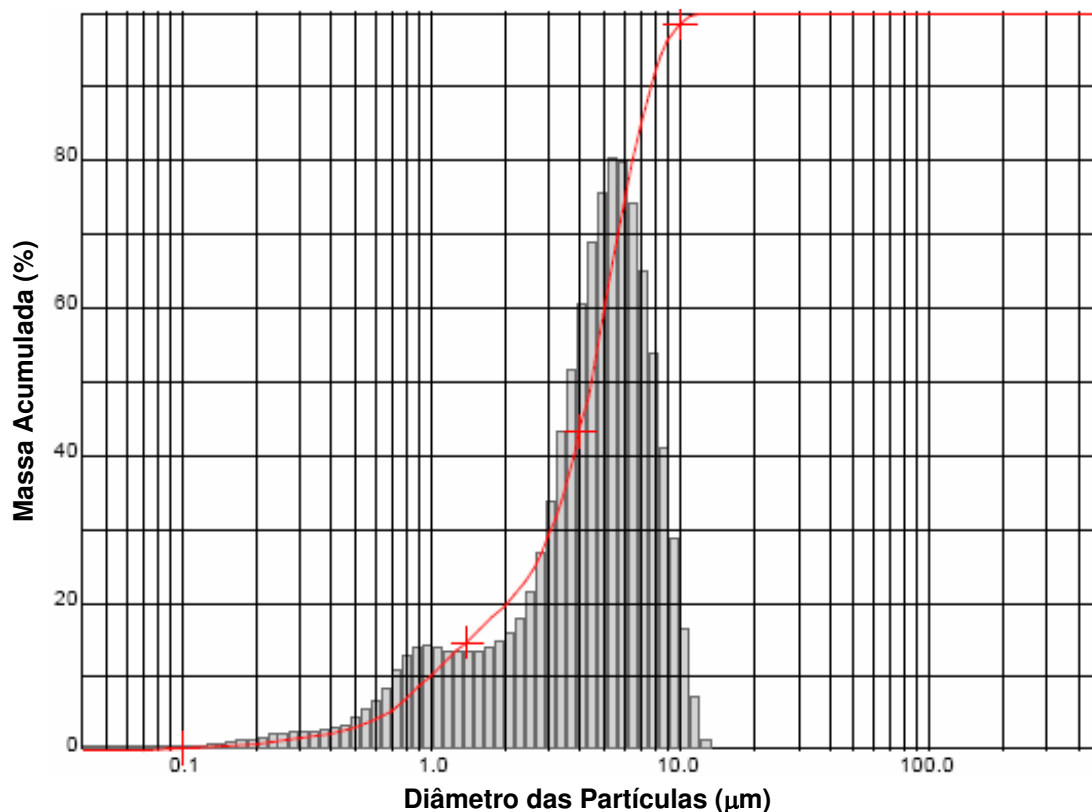


Figura 34 – Distribuição granulométrica das partículas da alumina APC 2011 SG.

Para reduzir o tamanho de poros e, assim, aumentar a seletividade da membrana, a alumina APC 2011 SG foi moída durante 10 min, 20 min, 30 min, 60 min e 24 h em água e durante 24 horas em álcool etílico.

Pode-se observar na Figura 35 que as moagens de 10, 20, 30 e 60 min em água, não apresentaram mudanças significativas em relação a alumina APC 2011 SG, apresentando todas aglomerados de partículas com diâmetro médio na ordem de $4,45\mu\text{m}$.

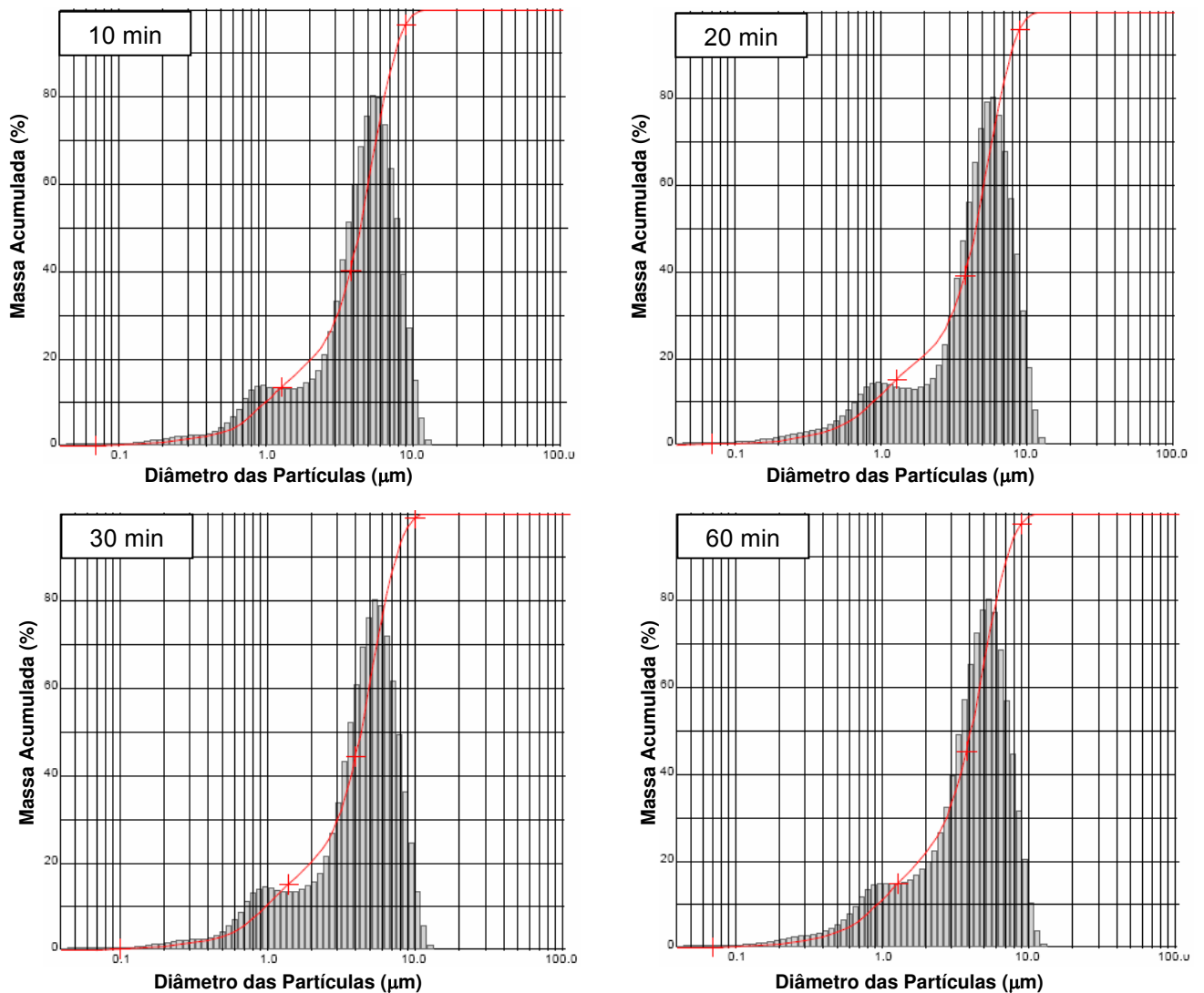


Figura 35 – Distribuição granulométrica das partículas da alumina APC 2011 SG moída em água durante 10, 20, 30 e 60 min.

Pode-se observar na figura 36 que a alumina APC 2011 SG moída em água durante 24 h, teve suas partículas reduzidas em maior percentual para diâmetros variando entre 3 e 5 μm , tendo aglomerados com um diâmetro médio de 2,61 μm , resultados semelhantes foram obtidos para a alumina APC 2011 SG moída em álcool etílico durante 24 h, como mostrado na figura 37, onde observa-se partículas em maior percentual com diâmetros variando entre 3 e 5 μm , tendo aglomerados com um diâmetro médio de 2,79 μm . Os resultados evidenciam que não ocorreram mudanças significativas entre os dois tipos de moagem, mas houve diminuição no tamanho das partículas em relação a alumina APC 2011 SG, sendo assim estas as selecionadas para compor a camada ativa da membrana.

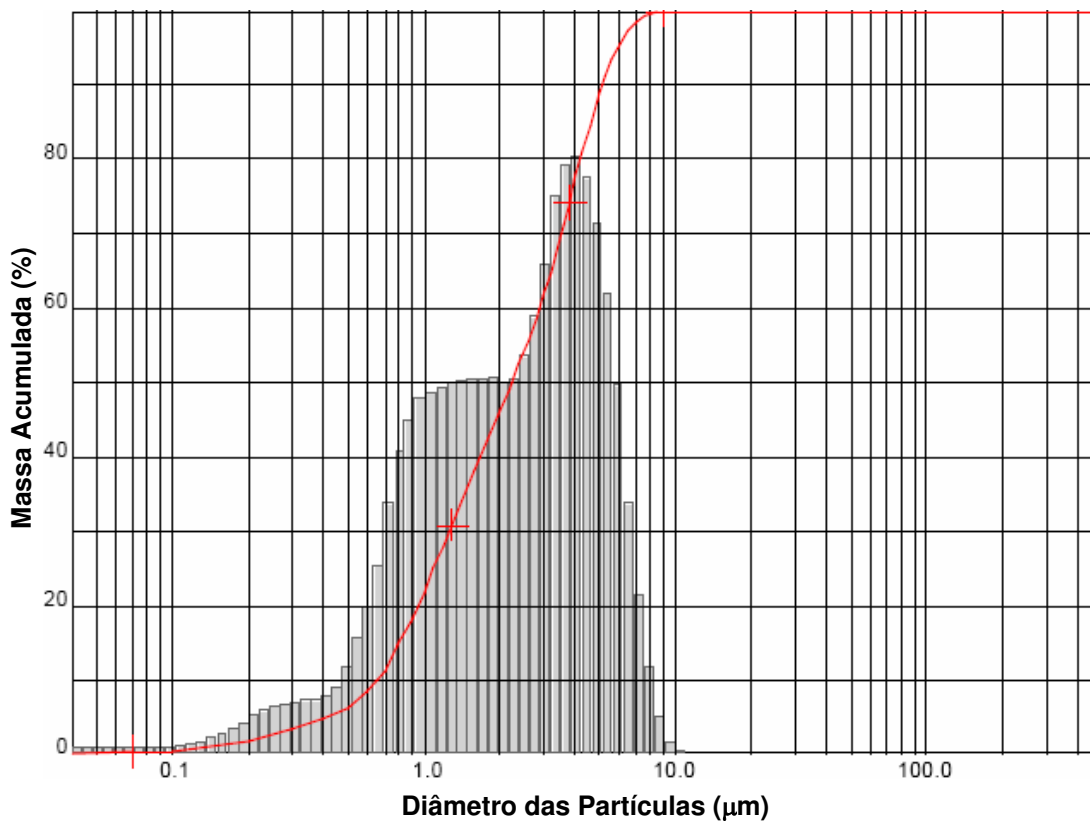


Figura 36 – Distribuição granulométrica das partículas da alumina APC 2011 SG moída em água por 24h.

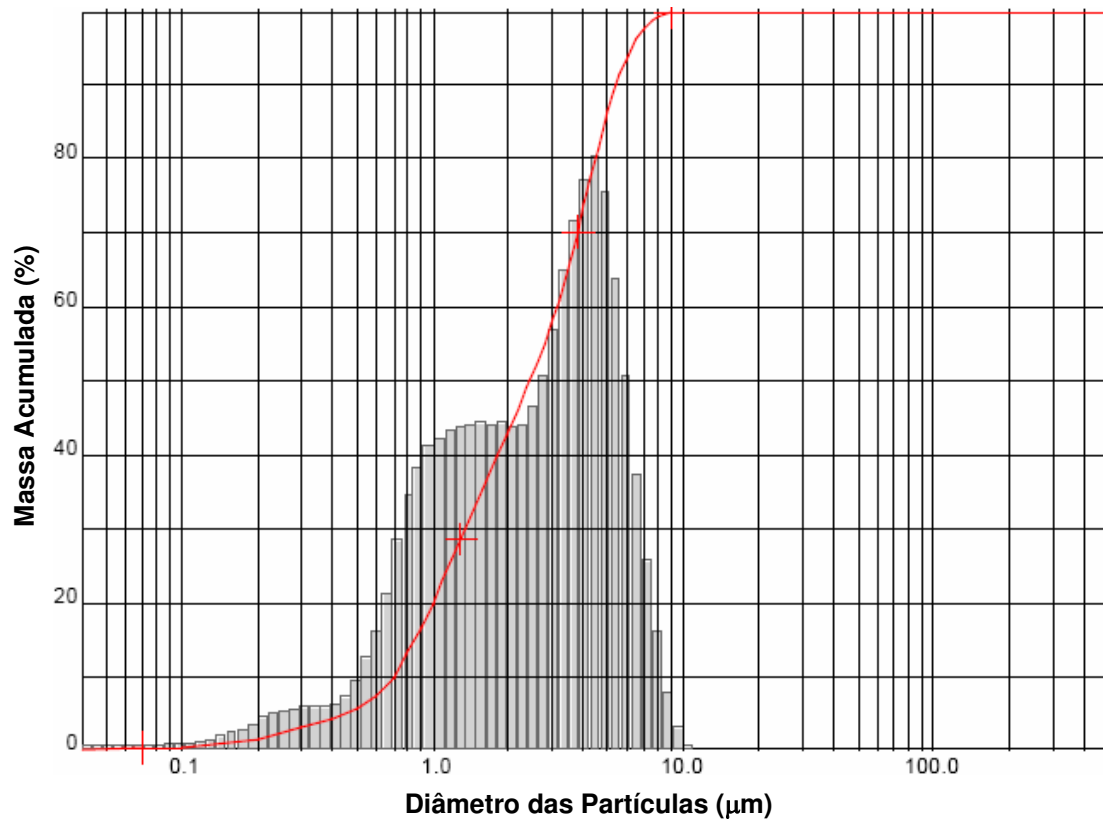


Figura 37 – Distribuição granulométrica das partículas da alumina APC 2011 SG moída em álcool etílico por 24h.

Microscopia Eletrônica

As Figuras 38(a), 39(a), 40(a) e 41(a) apresentam as micrografias da superfície interna (camada ativa) das membranas cerâmicas A, B, C e D, respectivamente. Nas Figuras 38(b), 39(b), 40(b) e 41(b) são apresentadas as micrografias do corte longitudinal mostrando a interface entre o suporte e a camada ativa, bem como a espessura da mesma. De acordo com os resultados percebe-se a formação de membranas assimétricas, com superfícies homogêneas, com poros distribuídos, interfaces regulares e a ausência de trincas ou defeitos superficiais. Verificou-se nas membranas A e B (Figuras 38 e 39), a presença de aglomerados de partículas variando na ordem de 2µm-10µm,

contendo poros na ordem de $0,5\mu\text{m}$ - $1\mu\text{m}$, porém essas observações não são conclusivas. Pode-se observar que o tempo de deposição influenciou na espessura da camada ativa, possuindo a membrana B uma camada ativa quatro vezes mais espessa que a membrana A, devendo influenciar assim na permeabilidade da mesma. As membranas C e D (Figuras 40 e 41) apresentam aglomerados de partículas variando na ordem de $1\mu\text{m}$ - $9\mu\text{m}$, contendo poros na ordem de $0,5\mu\text{m}$ - $1\mu\text{m}$, porém essas observações não são conclusivas. A camada ativa da membrana D é três vezes mais espessa que a da membrana C, devido à diferença no tempo de deposição da camada. As membranas C e D apresentam superfícies mais uniformes e homogêneas, tendo aglomerados de partículas com tamanhos mais regulares que as membranas A e B.

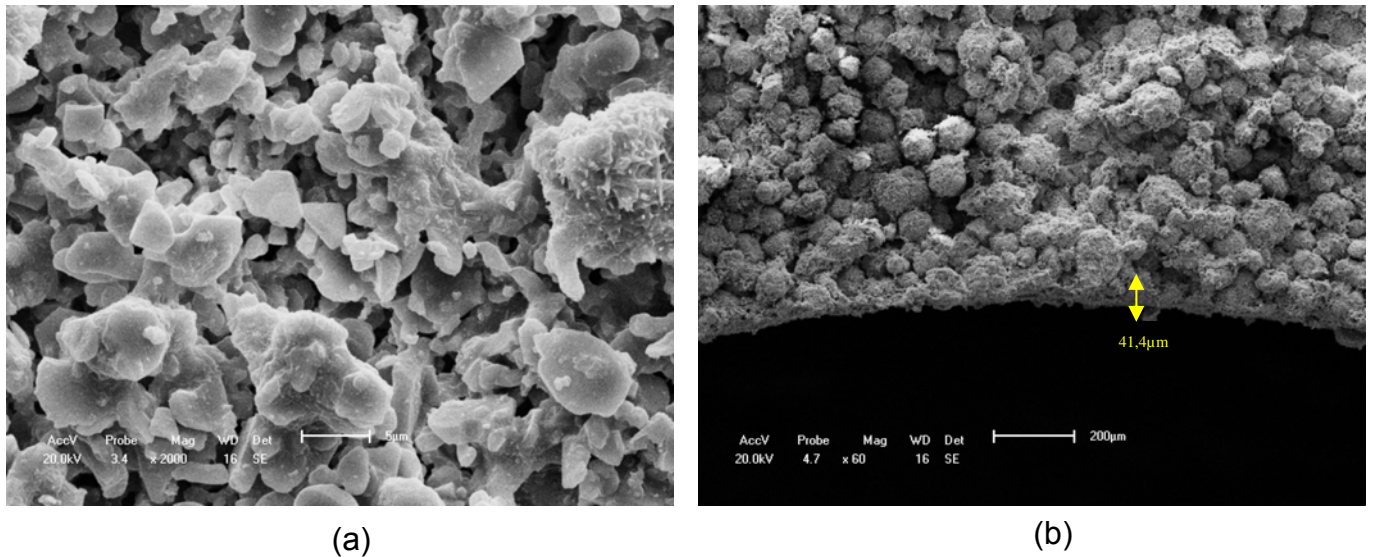


Figura 38 – (a) micrografia da superfície interna (camada ativa) e (b) micrografia do corte longitudinal, para membrana cerâmica A.

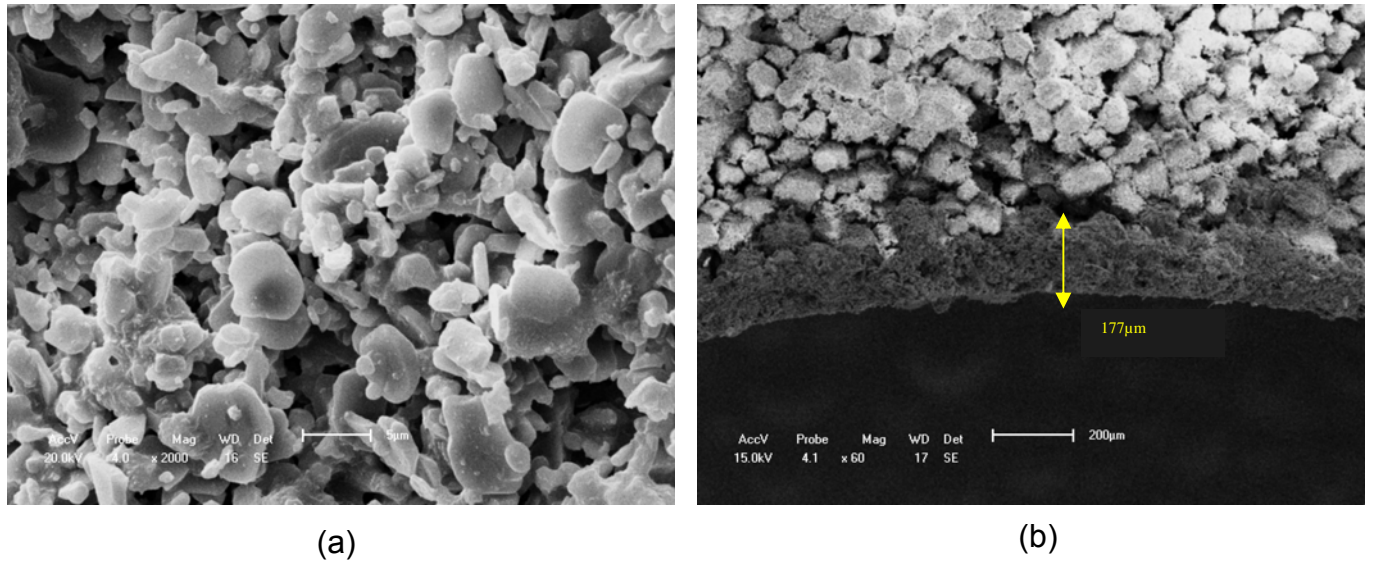


Figura 39 – (a) micrografia da superfície interna (camada ativa) e (b) micrografia do corte longitudinal, para membrana cerâmica B.

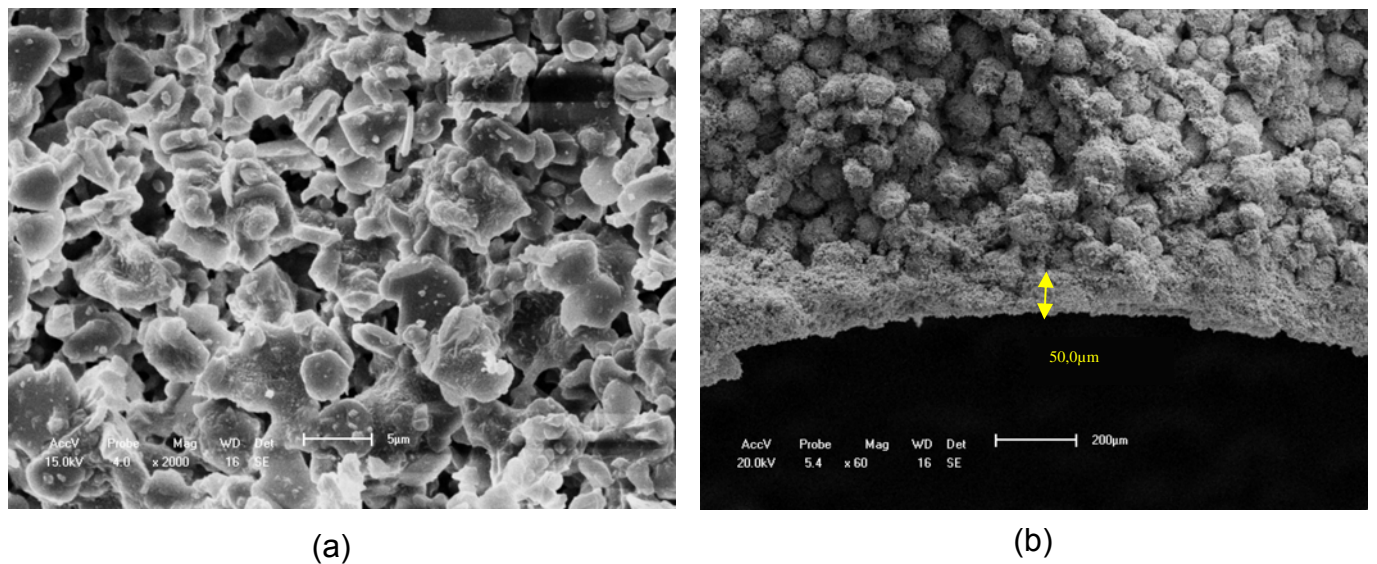


Figura 40 – (a) micrografia da superfície interna (camada ativa) e (b) micrografia do corte longitudinal, para membrana cerâmica C.

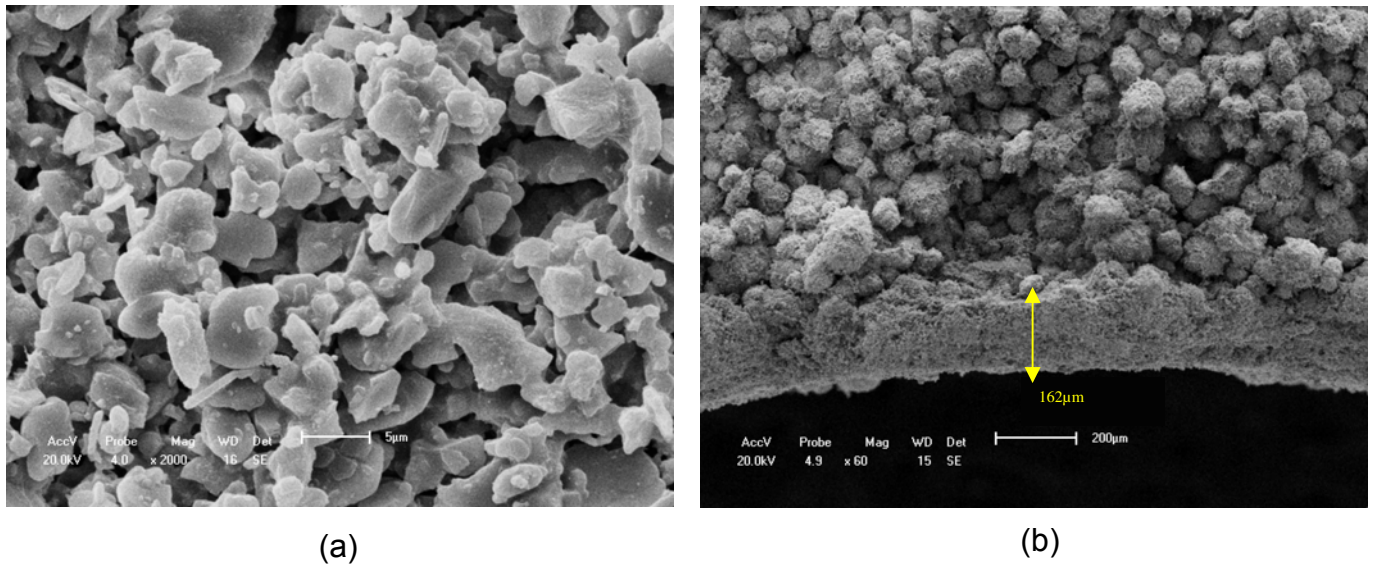


Figura 41 – (a) micrografia da superfície interna (camada ativa) e (b) micrografia do corte longitudinal, para membrana cerâmica D.

Para os ensaios de porosimetria de mercúrio, embora tenham sido realizados, os resultados não foram publicados neste trabalho por não apresentarem valores confiáveis, isto devido as membranas serem assimétricas e a camada ativa possuir uma espessura muito fina. Desta forma o volume total de poros nesta camada se torna pequeno, principalmente em comparação com o volume de poros do suporte (S2), ficando desta maneira mascarado os resultados de porosimetria de mercúrio para a camada ativa.

Medidas de Fluxo

Os resultados dos fluxos de água destilada que permeiam através das membranas A, B, C e D estão apresentados nos gráficos das Figuras 42, 43 e 44 e 45, respectivamente. A Figura 46 expõe o gráfico comparativo dos fluxos medidos nas membranas.

A Membrana A apresentou um fluxo permeado estabilizado em torno de 15,0 m³/m².dia.bar, a membrana C estabilizado em torno de 35,0 m³/m².dia.bar, e as membranas B e D fluxos estabilizados em torno de 7,0 m³/m².dia.bar. Os resultados de fluxos superiores das membranas A e C, em relação as membranas B e D, se deve ao fato dessas ultimas possuírem uma camada ativa com maior espessura, devido ao tempo de 1 minuto de deposição.

A Tabela 6 mostra os valores médios dos fluxos permeados, além de dados comparativos em relação à membrana de maior fluxo. A maior permeabilidade foi apresentada pela membrana C, este fato pode ocorrer devido a uma estrutura assimétrica com menor espessura da camada ativa ao longo da membrana, e uma homogeneidade do tamanho das partículas como pode ser observado nos ensaios de microscopia. Os valores mostram que a membrana A apresenta 43,05% do fluxo da membrana da C, a membrana B apresenta 20,6% e a membrana D apresenta apenas 16,8% do fluxo da membrana C.

Tabela 6 – Valores médios dos fluxos permeados com água destilada no estado estacionário das membranas.

Membrana	Fluxo permeado (m ³ /m ² .dia.bar)
A	15,07
B	7,21
C	35,18
D	5,88

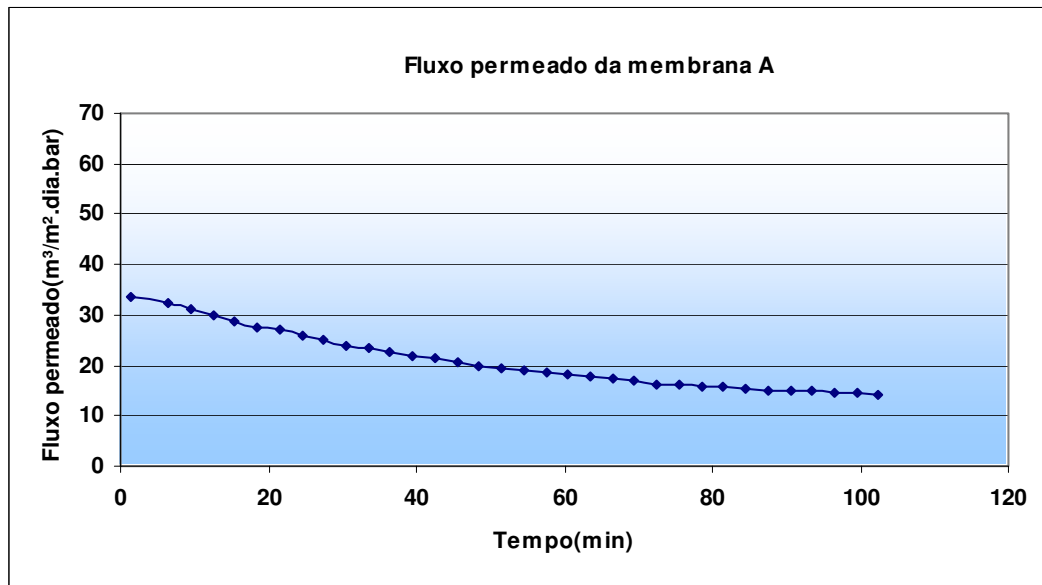


Figura 42 – Gráfico do fluxo de água destilada permeada através da membrana A.

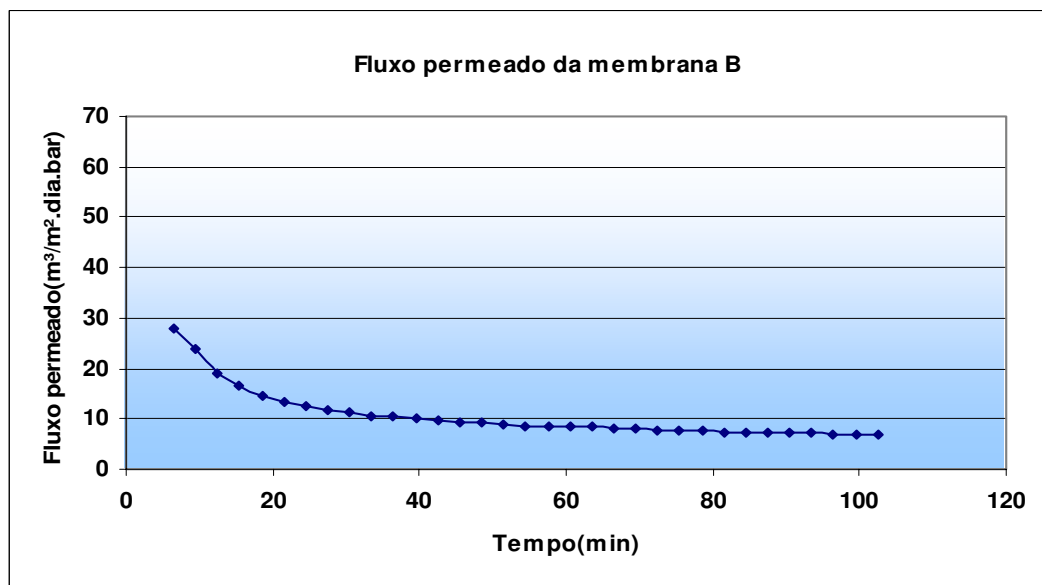


Figura 43 – Gráfico do fluxo de água destilada permeada através da membrana B.

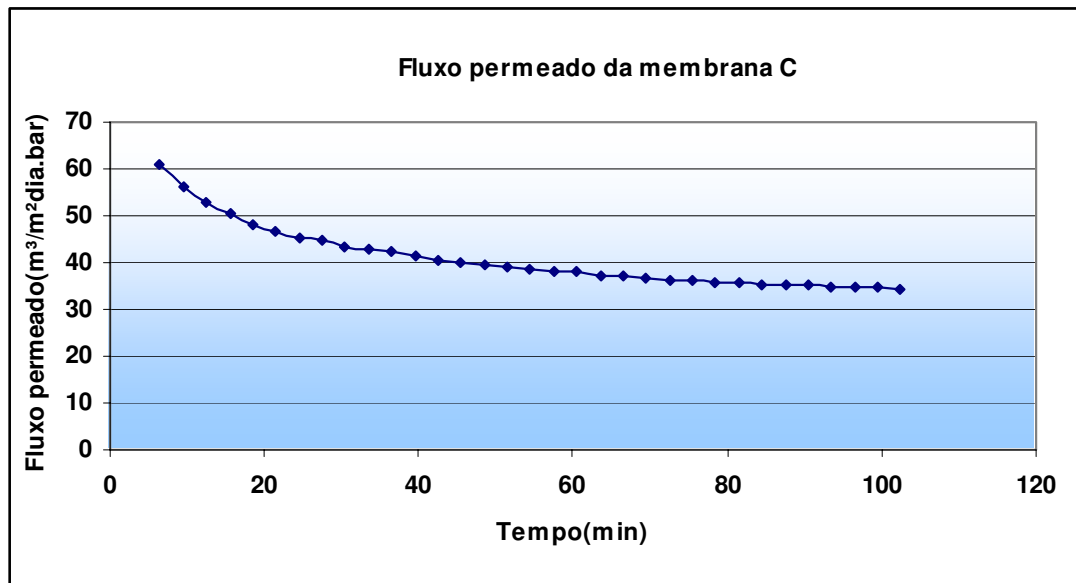


Figura 44 – Gráfico do fluxo de água destilada permeada através da membrana C.

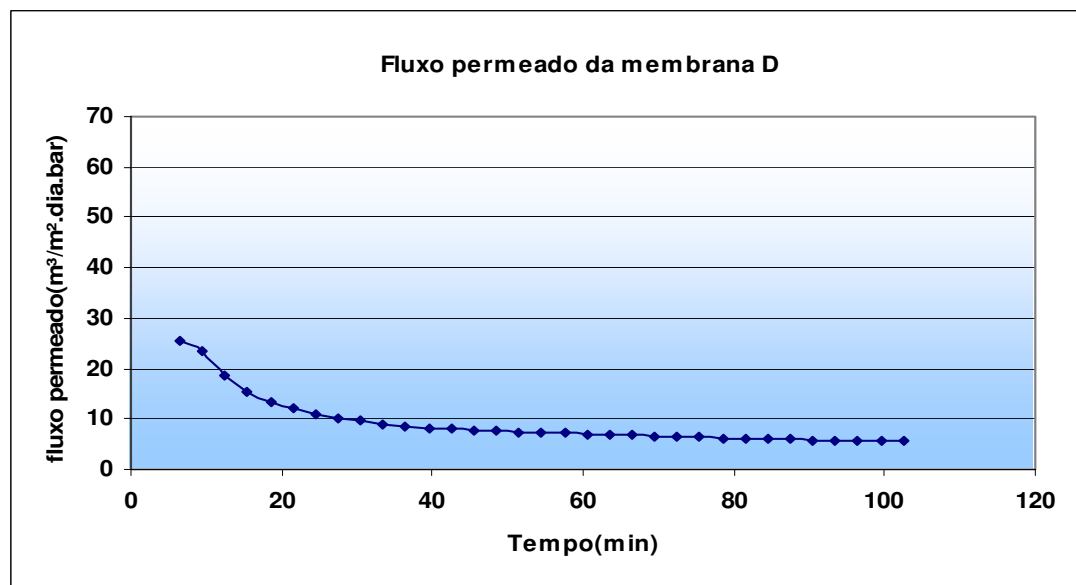


Figura 45 – Gráfico do fluxo de água destilada permeada através da membrana D.

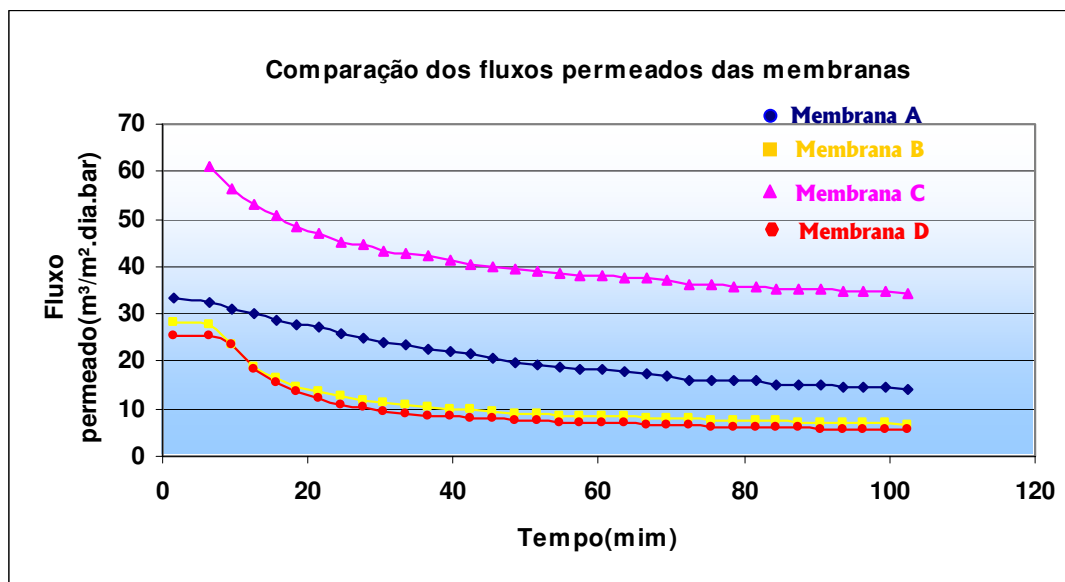


Figura 46 – Gráfico comparativo dos fluxos de água destilada permeada pelas membranas.

5.2.2 Avaliação das membranas no pré-tratamento de água

Análise granulométrica das partículas em suspensão no permeado do efluente sintético das membranas cerâmicas

O efluente sintético utilizado para avaliar a eficiência das membranas no pré-tratamento de água foi o mesmo utilizado na avaliação dos suportes. O ensaio de análise granulométrica, para determinar o tamanho das partículas dos sólidos em suspensão, não foi possível ser realizado para a água permeada pelas membranas, pois a água não apresentou a concentração mínima de sólidos em suspensão necessária para a leitura do equipamento, isto é devido ao fato das membranas apresentarem alta seletividade na faixa de microfiltração e reter praticamente todos os sólidos em suspensão presentes no efluente sintético.

Fluxo das membranas utilizando o efluente sintético

Os resultados dos fluxos de efluente sintético permeada pelas membranas A, B, C e D são mostrados nos gráficos das figuras 47, 48, 49 e 50, respectivamente. A Figura 51 apresenta o gráfico comparativo dos fluxos permeados das membranas.

A membrana A apresentou um fluxo permeado estabilizado em torno de $8,0 \text{ m}^3/\text{m}^2.\text{dia}.\text{bar}$, a membrana B apresentou um fluxo em torno de $6,0 \text{ m}^3/\text{m}^2.\text{dia}.\text{bar}$, a membrana C apresentou um fluxo em torno de $10,0 \text{ m}^3/\text{m}^2.\text{dia}.\text{bar}$ e a membrana D apresentou um fluxo estabilizado em torno de $4,5 \text{ m}^3/\text{m}^2.\text{dia}.\text{bar}$. Observa-se que o comportamento do fluxo dos suportes utilizando o efluente sintético é diferente do fluxo permeado com água destilada, isto porque, as partículas que estão em suspensão no efluente provocam entupimento dos poros, ou ficam depositados na superfície da camada ativa, reduzindo a permeabilidade da membrana. Verifica-se que a membrana mais susceptível por este processo de entupimento foi a membrana C. O comportamento similar de todas as membranas demonstra a uniformidade no processamento das mesmas e comprova a ausência de trincas e defeitos superficiais.

A tabela 7 mostra os valores médios dos fluxos permeados, verifica-se que a membrana C apresentou o maior valor de fluxo permeado, devido a fatos discutidos anteriormente. A membrana A apresenta 80,92% do fluxo da membrana da C, a membrana B apresenta 59,38% e a membrana D apresenta 44,76% do fluxo da membrana C.

Tabela 7 – Valores médios dos fluxos permeados com o efluente sintético no estado estacionário das membranas.

Membrana	Fluxo permeado (m ³ /m ² .dia.bar)
A	8,19
B	6,01
C	10,12
D	4,53

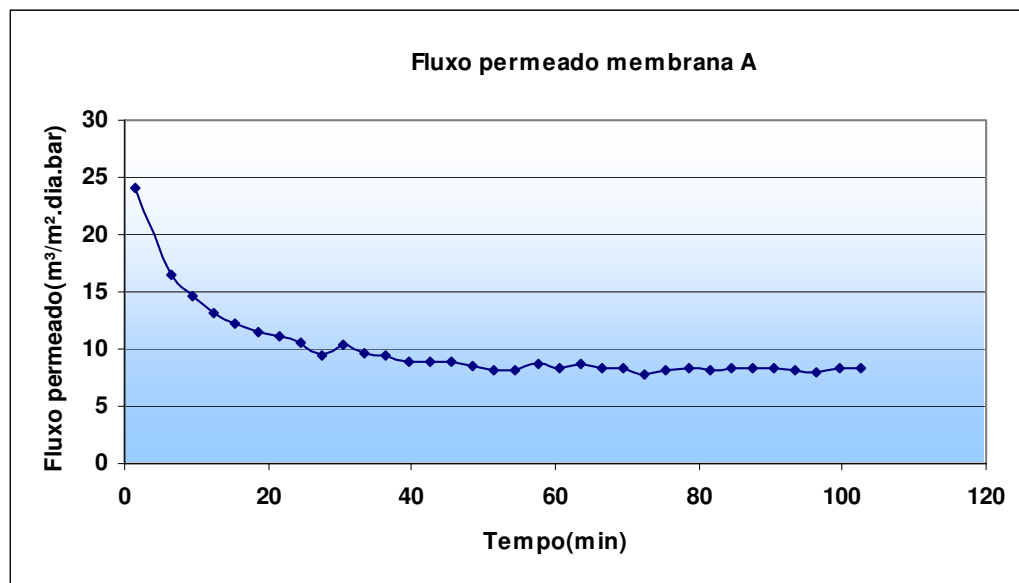


Figura 47 – Gráfico do fluxo do efluente sintético permeado pela membrana A.

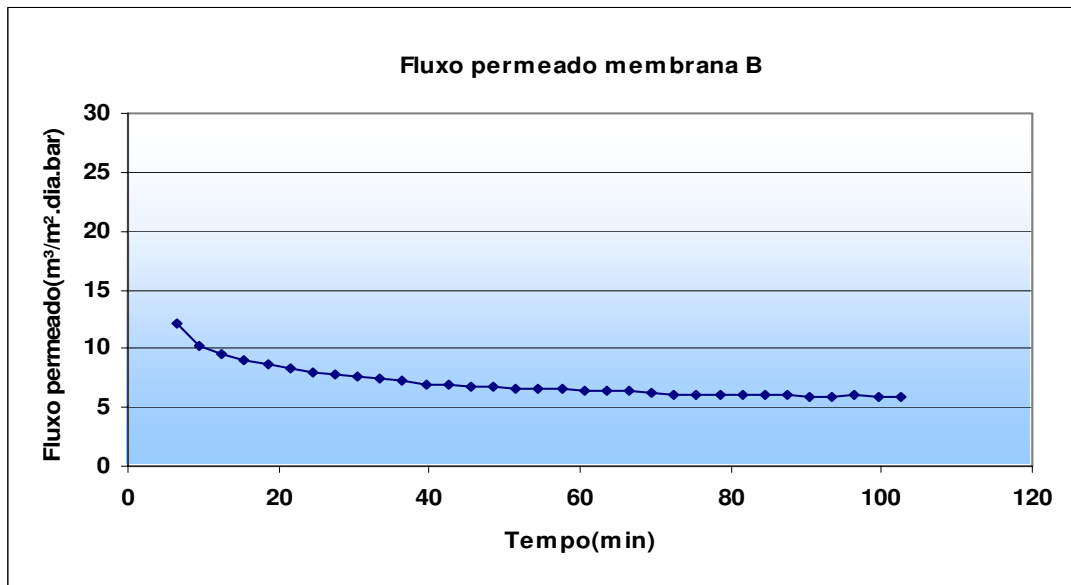


Figura 48 – Gráfico do fluxo do efluente sintético permeado pela membrana B.

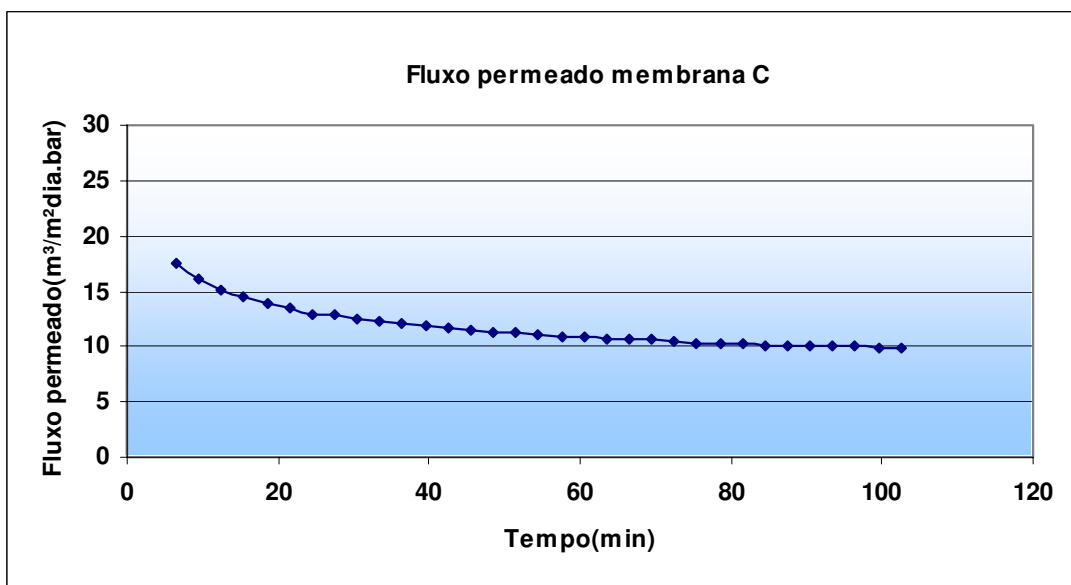


Figura 49 – Gráfico do fluxo do efluente sintético permeado pela membrana C.

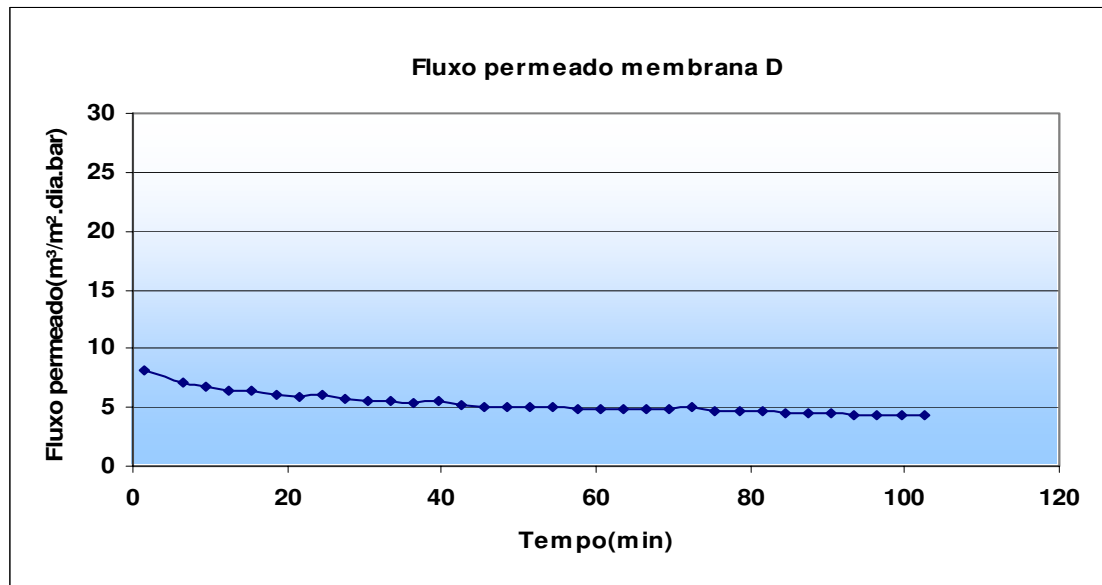


Figura 50 – Gráfico do fluxo do efluente sintético permeado pela membrana D.

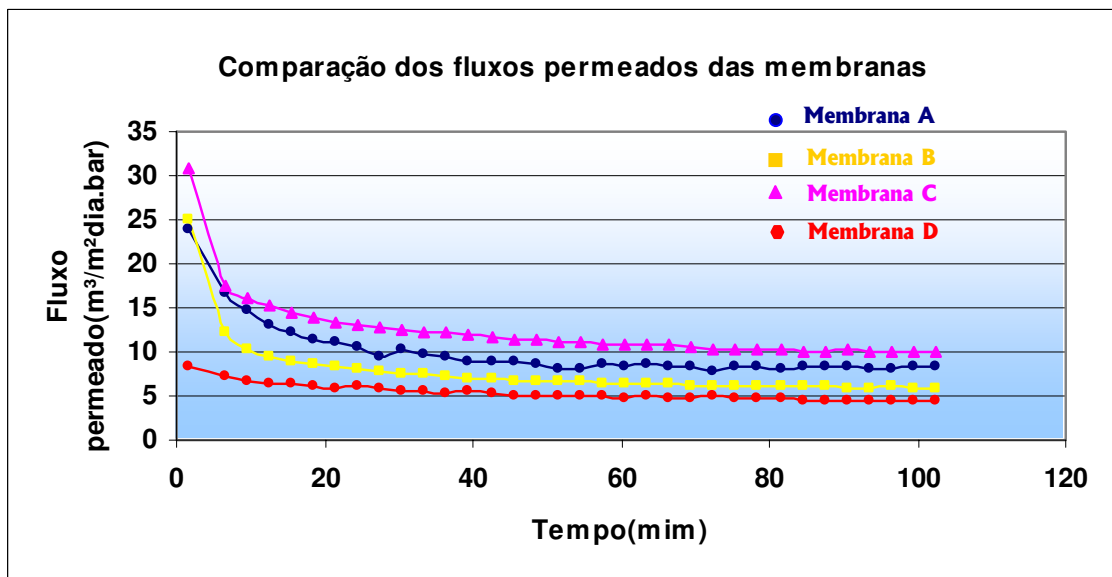


Figura 51 – Gráfico comparativo dos fluxos do efluente sintético permeado pelas membranas.

Fluxo Relativo das Membranas (J/J₀)

Os resultados dos fluxos relativos permeados pelas membranas A, B, C e D estão mostrados nos gráficos das Figuras 52, 53, 54 e 55, respectivamente. A Figura 56 apresenta o gráfico comparativo dos fluxos relativos permeados pelas membranas.

Observa-se que todas as membranas operaram em torno de 20% da sua capacidade de permeação. A diminuição acentuada na capacidade de permeação das membranas ocorre devido aos mesmos motivos descritos anteriormente, ou seja, o entupimento de parte dos poros por partículas da suspensão e devido ao acúmulo de partículas na superfície interna da membrana, mas elas devem estar mais propícias a ultima opção, isso devido às mesmas possuírem poros pequenos e não permitirem a passagem das partículas em suspensão no efluente.

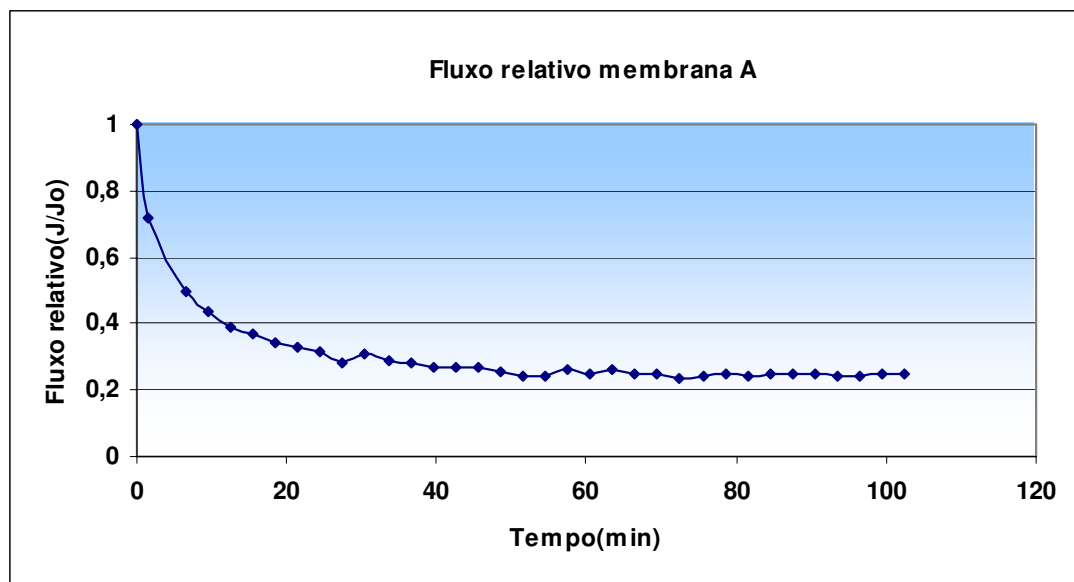


Figura 52 – Gráfico do fluxo relativo permeado pela membrana A.

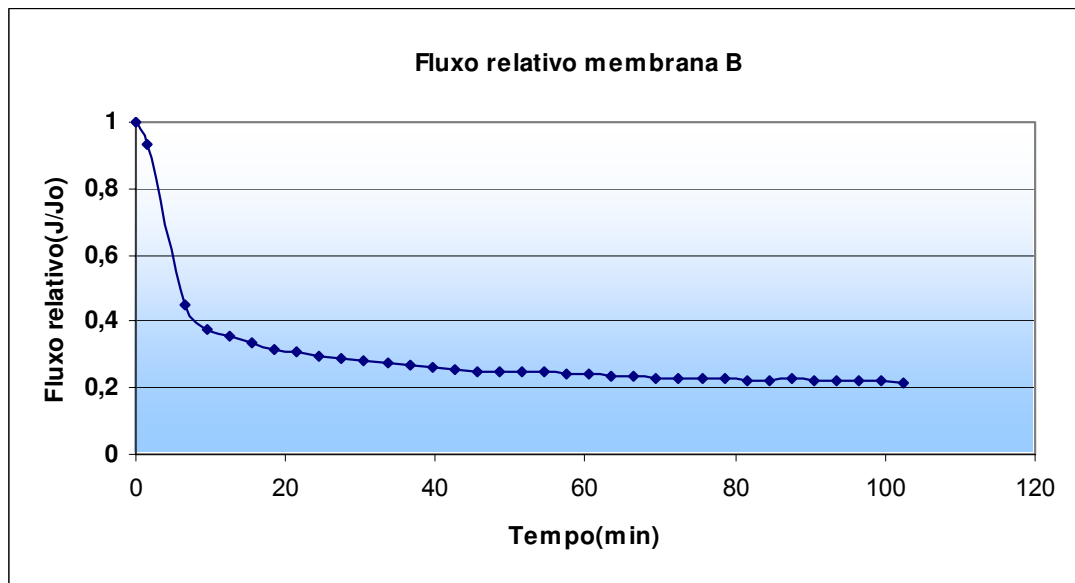


Figura 53 – Gráfico do fluxo relativo permeado pela membrana B.

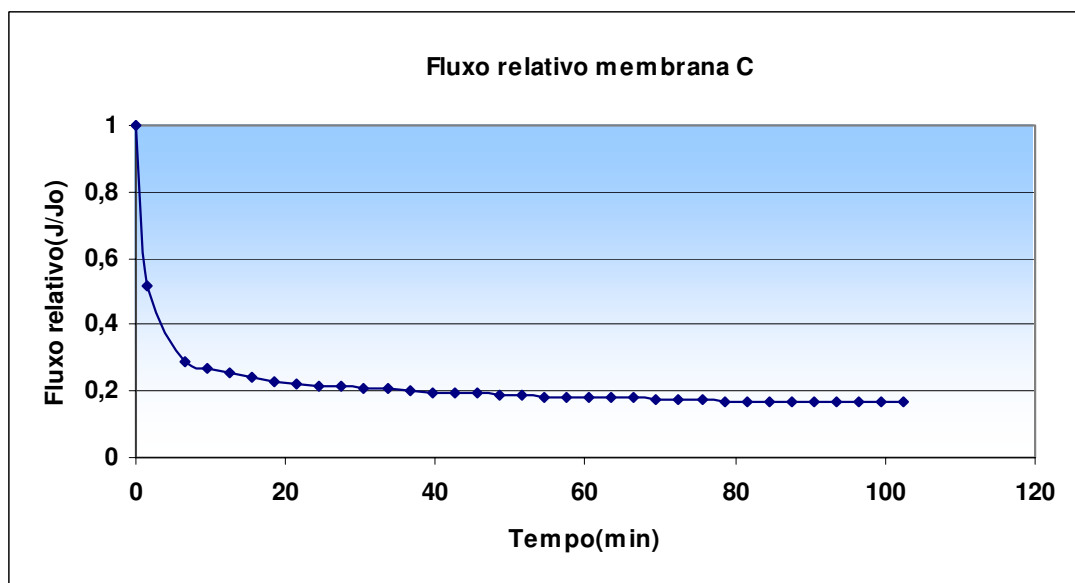


Figura 54 – Gráfico do fluxo relativo permeado pela membrana C.

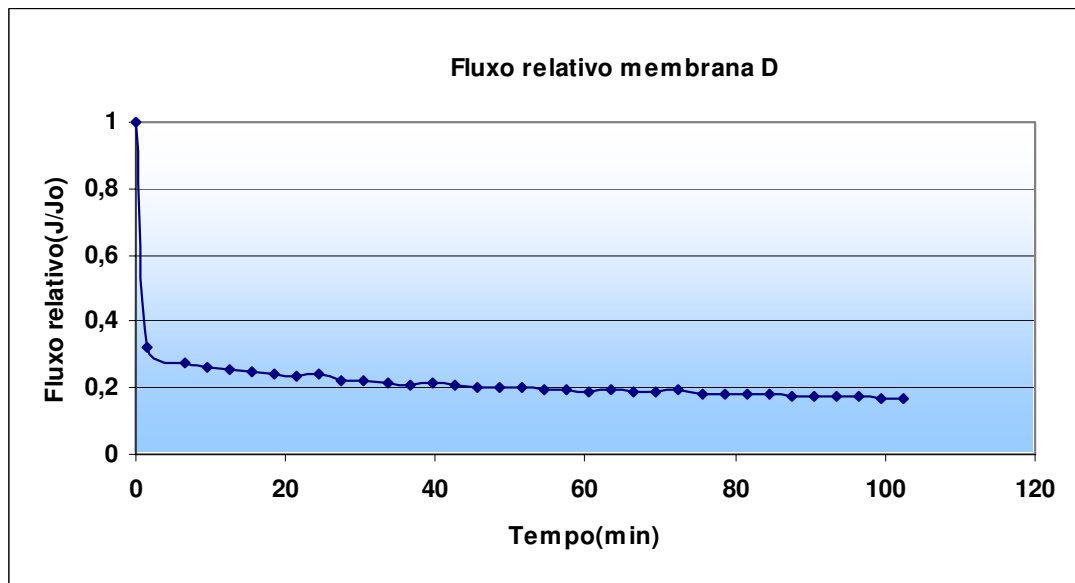


Figura 55 – Gráfico do fluxo relativo permeado pela membrana D.

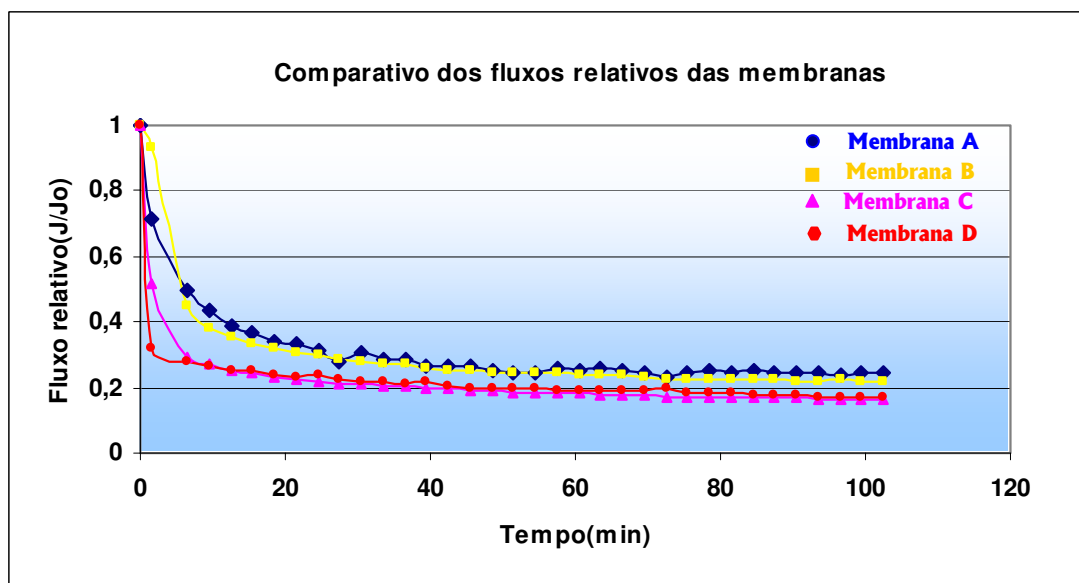


Figura 56 – Gráfico comparativo dos fluxos relativos das membranas.

Ensaio de turbidez e Rendimento das Membranas

Foi realizado o ensaio de turbidez na água permeada pelas membranas. Os resultados podem ser vistos na Tabela 8. Percebe-se que todas as membranas apresentaram uma redução dos valores de turbidez para próximos de zero, indicando que grande parte do material sólido que estava em suspensão no efluente sintético foi retido pelas membranas. Pode-se então afirmar que todas as membranas assimétricas confeccionadas e avaliadas são eficientes para a faixa de tamanho de partículas do efluente sintético estudado e que estão na faixa de microfiltração, tendo a camada ativa depositada alta seletividade para a faixa citada.

Tabela 8 – Valores dos ensaios de turbidez do efluente sintético.

Membrana	Turbidez inicial da efluente sintético (NTU)	Turbidez média da água permeada pela membrana (NTU)	Turbidez final da água permeada pela membrana (NTU)
A	31,3	0,77	0,73
B	28,5	0,51	0,06
C	27,9	0,39	0,07
D	29,4	0,66	0,09

Os resultados dos rendimentos das membranas A, B, C e D podem ser observados nos gráficos das Figuras 57, 58, 59 e 60, respectivamente. Observa-se que todas as membranas apresentam alto rendimento desde o início do ensaio, apresentando valores próximos a 100%, retendo praticamente todo material em suspensão do efluente, comprovando assim a alta eficiência das mesmas. O entupimento de alguns poros, ou a deposição de partículas sobre a superfície da camada ativa contribuem de certa maneira para aumentar o rendimento das membranas, pois esses fenômenos atuam na retenção das próprias partículas em suspensão do efluente, embora isto implique também em

uma diminuição do fluxo permeado. Uma maneira de minimizar estes problemas é a aplicação de uma retrolavagem da membrana, após certo tempo de operação.

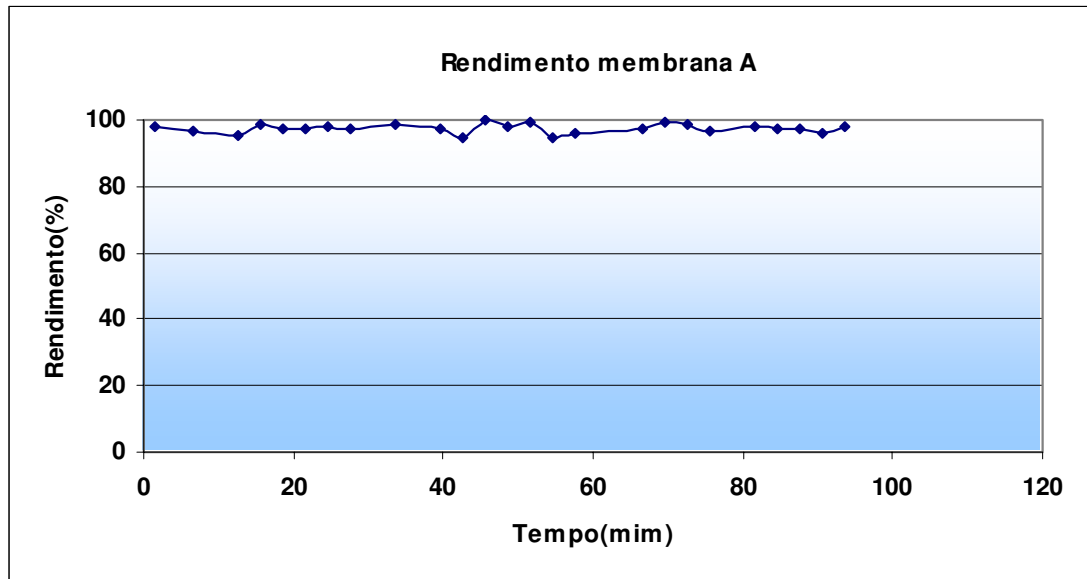


Figura 57 – Gráfico do rendimento da membrana A.

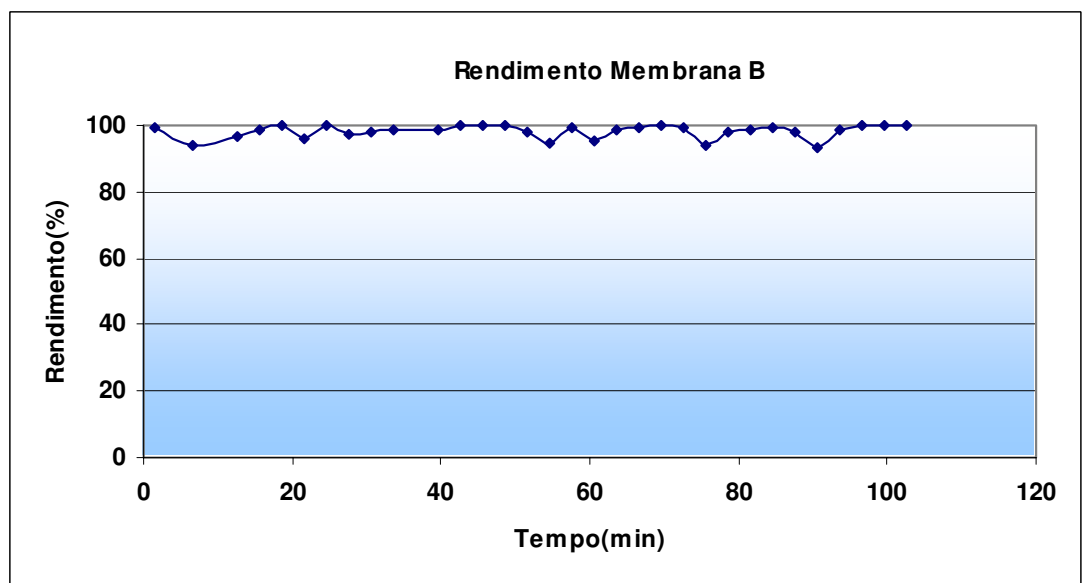


Figura 58 – Gráfico do rendimento da membrana B.

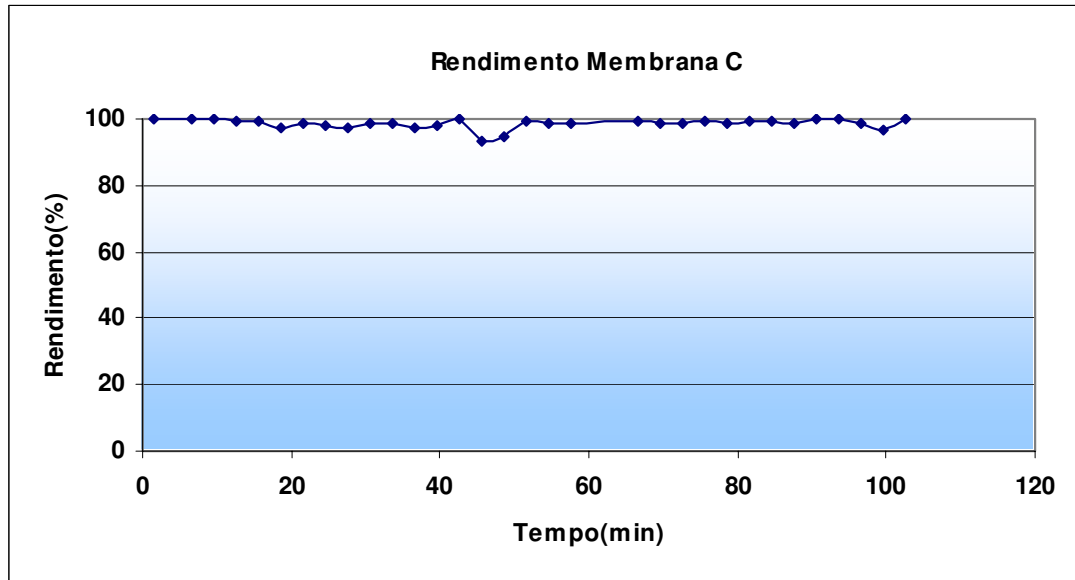


Figura 59 – Gráfico do rendimento da membrana C.

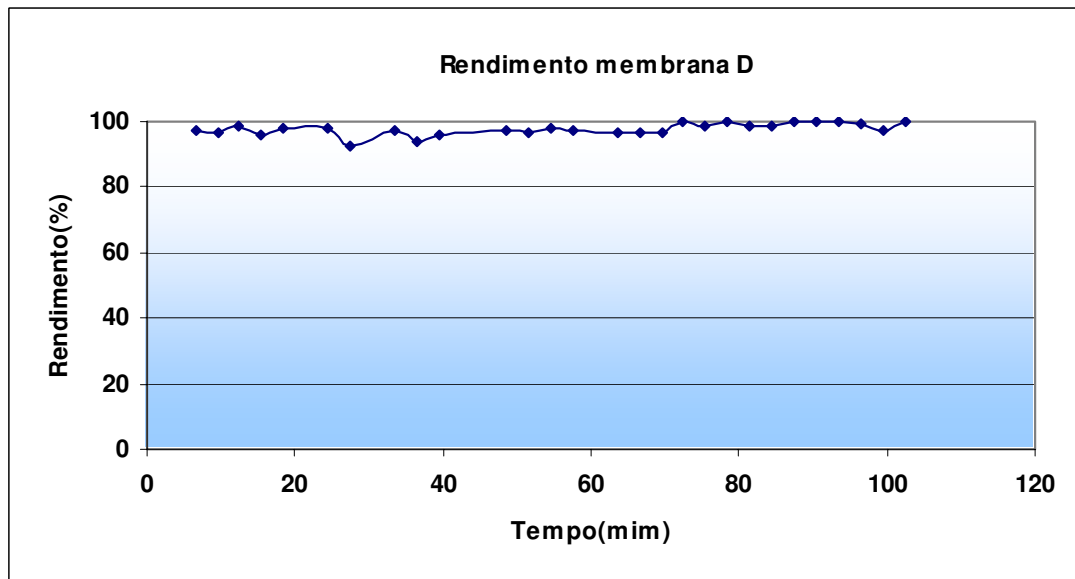


Figura 60 – Gráfico do rendimento da membrana D.

A análise conjunta dos resultados mostra que a membrana assimétrica C foi a que apresentou melhores resultados combinados de permeação e eficiência, para a separação das partículas em suspensão no efluente sintético. Pode-se classificar a membrana C como sendo uma membrana assimétrica de microfiltração com uma boa permeseletividade, apresentando resultados satisfatórios para o pré-tratamento de água, no caso do efluente sintético estudado.

6. CONCLUSÕES

Com o objetivo de desenvolver membranas cerâmicas assimétricas de alumina, visando verificar sua aplicabilidade no pré-tratamento de água, conclui-se que:

- a) suportes porosos tubulares de alumina foram obtidos com sucesso;
- b) a caracterização dos suportes porosos mostram que o suporte S1, preparado com a alumina APC 2011 SG, possui uma alta eficiência para reter as partículas em suspensão do efluente sintético e baixa permeabilidade, enquanto o suporte S2, preparado com a alumina APC, possui alta permeabilidade e baixa eficiência para o efluente em estudo;
- c) a alumina APC, utilizada no preparo do suporte S2, apresenta características favoráveis ao uso como suporte poroso de uma membrana assimétrica de microfiltração;
- d) entre os tempos de moagem estudados para a alumina APC 2011 SG, os melhores resultados foram obtidos para o tempo de 24h de moagem e com álcool etílico;
- e) as membranas assimétricas de microfiltração foram obtidas com sucesso. Dentre as membranas estudadas, as membranas preparadas com alumina moída em álcool etílico (C e D) apresentam estruturas mais uniformes e com partículas mais homogêneas do que as membranas preparadas com alumina moída em água (A e B);
- f) os diferentes tempos de deposição estudados permitiram verificar a sua influência na espessura da camada ativa. Os melhores resultados foram obtidos para as membranas A e C, cujo tempo de deposição da camada ativa foi de 10s,

apresentando valores de permeabilidade para água destilada superiores as membranas B e D, cujo tempo de deposição da camada ativa foi de 1 min;

- g) todas as membranas se mostraram eficientes no tratamento do efluente sintético, reduzindo os valores de turbidez para valores próximos de zero, sendo todas susceptíveis ao entupimento de poros, pelas partículas em suspensão no efluente estudado, ocorrendo assim a queda do fluxo permeado;
- h) a membrana C, com menor espessura da camada ativa e maior uniformidade, apresentou desempenho superior as demais, combinando alta eficiência e permeabilidade, o que permitiu caracterizá-la como uma membrana de microfiltração permeseletiva para o efluente estudado.

7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com o intuito de aprimorar os estudos iniciados nesta pesquisa, sugere-se o aprofundamento dos seguintes itens:

1. Realizar a moagem da alumina APC SG 2011, em tempos diferentes e superiores aos estudados nesta pesquisa, além de usar outros meios de moagem, como por exemplo, outros solventes orgânicos, com o intuito de diminuir e tornar mais homogêneo os tamanhos de partículas da mesma.
2. Realizar a moagem da alumina APC SG 2011, em diferentes tipos de moinhos de alta energia.
3. Estudar o comportamento reológico das barbotinas de alumina, usadas no recobrimento dos suportes.
4. Estudar diferentes tempos de recobrimento, com o intuito de se otimizar a espessura da camada ativa da membrana e conseqüentemente aumentar o fluxo permeado.
5. Submeter as membranas assimétricas a diferentes tempos de sinterização.
6. Aplicar as membranas assimétricas na separação de água e óleo e em outros efluentes.
7. Aplicar e estudar o processo de retrolavagem durante a permeação das membranas assimétricas.

-
8. Realizar estudos em escala piloto com as membranas assimétricas.

BIBLIOGRAFIA

ANÔNIMO, Technical Report, SC 10178-C(EDB), Montpellier/Glasgow/ Languedoc, 1991. *Preparation and Characterization of Ceramic Membranes and Calcined Oxide Powders*, SC 10178-C(EDB), Final Report- September 1991.

BALAN, S. e MORELLI, M. R., *Cerâmicas porosas: Caracterização e obtenção*, anais do 9º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciências de Materiais-CBECIMAT, Águas de São Pedro - SP, p. 65-67, dezembro 1990.

BHAVE, R. R., *Inorganic Membranes. Synthesis Characteristics and Applications*, Van Nostrand Reinhold, New York-NY, 1991.

BIRNIE, D. P., III. "*Spin Coating Science*", Professor University of Arizona. P.h.D., Massachusetts Institute of Technology, 1986.

BLENDEL, J. E.; BOWEN, H. K.; COBLE, R. L., *Controlled precipitation of high purity alumina precursors*, J. Am Ceram Soc Bull, 63 (6) 797 – 799, 1984.

BODDEKER, K. W., *Commentary: tracing membrane science*. Journal of Membrane Science, v.100, p. 65, 1995.

BORNSIDE, D.E., et al., *On the Modeling of Spin Coating*, *Journal of Imaging Technology*, vol. 13, No. 4, Aug. 1987, pp. 122-130, © 1987, SPSE— The Society for Imaging Science and Technology.1

BRINKER, C.J. e SCHERER, G.W., *Sol-Gel Science, The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*; by Academic Press, Inc, 1990.

BURGGRAAF, A. J.; LEENAARS, A. F. M.; KEIZER, K., *The Preparation and Characterization of Alumina Membranes with Ultrafine Pores. The Formation of Supported Membranes*. J. Coll. Inter. Sci., v. 105, p. 27-40, 1985.

BURGGRAAF, A. J.; COT, L., *Fundamentals of Inorganic Membranes, Science and Technology*. Elsevier Science and Technology Series 4, Elsevier. Amsterdam, 1996.

CHEN, Y. D.; YANG, R. T., *Preparation of carbon molecular sieve membrane and diffusion of binary mixtures in the membrane*, Ind. Eng. Chem. Res., v. 33, 3146-3153, 1994.

CONSTANTINO, V. R. L.; ARAKI, K.; SILVA, D. O., *Preparation of aluminum compounds from bauxite: considerations about some aspects involved in a didactic experiment*. Química. Nova. [online]. Maio 2002, vol.25, n^o.3 [cited 10 August 2005], p.490-498. Disponível em: <http://www.scielo.br/>

COT, L., *Les Membranes Inorganique: Une Nouvelle Classe de Materiaux Céramique*, J. Chim Phys, v. 88, p. 2083 – 2095, 1991.

COT, L., *“Inorganic Membranes: Prerparation Characterization, Specific Applicatioons”*, Ind.Cer., v. 8, n^o 1, 1988.

DIAS, L.L.; MARIANO, W.A.; BOSCHI, A.O., *Cerâmicas porosas obtidas pela combinação de matérias-primas com diferentes tamanhos de partículas*, Anais do 39^o Congresso Brasileiro de Cerâmica, p. 858-862, Águas de Lindóia, SP, 10 a 13 de junho de 1995.

FRANÇA, R. V., *Desenvolvimento de membranas cerâmicas para tratamento de águas contaminadas por óleo e resíduos sólidos*. Campina Grande: UFCG / Departamento de Engenharia de Materiais, 2004. Trabalho de Conclusão de Curso.

HABERT, A. C.; BORGES C. P.; NOBREGA R., *Processos de separação com membranas*. Escola piloto de engenharia Química, COPPE/UFRJ - Programa de Engenharia Química, março de 1997.

HENCH, L. L.; ULRICH, D. L., *Ultrastructure processing of ceramics, glasses and composites* - Florida, J.W.Sons, p. 148 a 151, 1984.

KLEIN, L. C.; GALLAGHER, D. *Pore structures of sol-gel silica membranes*. Journal of Membrane Science, v. 39, p. 213-220, 1988.

LANGER, P.; LINTENER, B.; ARFSEN, N.; and SCHNABEL, R., Proceeding 2nd International Conference on Inorganic Membranes, Montpellier, Key Engineering Materials, 61/62, p.33, 1991.

LARBOT, A.; JULBE, A.; RANDON, J.; GUIZARD, C.; COT, L., *Preparation and characterization of inorganic membranes*. In: First International Conference on Inorganic Membrane, Montpellier, France, 1989.

LABORT, A.; YOUNG, D.; GUIZARD, C.; PATERSON, R.; COT, L., *Alumina nanofiltration membranes from sol-gel process*, Key Engineering Materials, nº 61 e 62, p. 395 - 398, 1991.

LEENAARS, A. F. M.; KEIZER, K.; BURGGRAAF, A. J., *The preparation and characterization of alumina membranes with ultrafine pores*, J of Mat. Sci, 19, p. 1077-1088, 1994.

LIRA, H. L.; PATERSON, R., *New and modified anodic alumina membranes Part III. Preparation and characterisation by gas diffusion of 5 nm pore size anodic alumina membranes*. Journal of Membrane Science, v. 206, p. 375-387, 2002.

MOADDEB, M.; KOROS, W., *Occlusion of pores of polymeric membranes with silica colloidal*. Journal of Membrane Science, v. 136, 1997, p.273-277.

MORAIS, M. R.; NETO, A. S.; FOSCHINI, C. R.; SANTOS, I. M. G.; PASKOCIMAS, C. A.; LEITE, E. R.; LONGO, E.; VARELA, J. A., *Desenvolvimento de Filtro Cerâmico à Base de Zircônia para aplicações em processos siderúrgicos*. Trabalho apresentado no 12º CBECIMAT, Águas de Lindóia - SP, 8 a 11 de dezembro de 1996.

MULDER, M. *Basic Principles of Membrane Technology*. Kluwer Academic Publishers, Netherlands, 1991.

NASSAR, E.J.; CIUFFI, K.J.; GONÇALVES, R.R.; MESSADDEQ, Y.; RIBEIRO, S.J.L. *Filmes de titânio-silício preparados por "spin" e "dip-coating"* Química. Nova. [online] <http://www.scielo.br/scielo>, São Paulo Sept./Oct. 2003.

PATERSON, R., *Present Applications and Future Prospects for Ceramic Membrane Technology*, Colloid and Membrane Research Group, Department of Chemistry University of Glasgow G12 8QQ, Scotland, U. K., 1995.

PATERSON, R., *Presente Application and Future prospects for Ceramic Membrane Technology*, Workshop CEE-BRAZIL, on Membrane Separation Processes, Rio de Janeiro, RJ, 3 a 8 de maio, 1992.

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, Águas de Lindóia-SP, junho de 1995.

SANTOS, L. R. B.; SANTILLI, C.V.; PULCINELLI, S. H., *Preparação e caracterização de membranas suportadas de SnO₂*, Anais do 38º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Blumenau - SC, 18 a 21 de junho de 1994.

SANTOS, E. P.; SANTOS, L. R. B.; SANTILLI, C. V.; PULCINELLI, S. H., *Análise da cinética de formação de membranas suportadas de SnO₂*. In: Anais do 12º Congresso Brasileiro de Ciência e Engenharia de Materiais (CBECIMAT), Águas de Lindóia-SP, dezembro de 1996.

SEYMOUR, R.; HAROLD, M. P.; VENKATARAMAN, K., *Preparation and characterization of supported silica-alumina membranes*, Key Engineering Materials, nº 61 e 62, p. 415-420, 1991

SCHNEIDER, R. P.; TSUTIYA, M. T., *Membranas filtrantes: para o tratamento de água, esgoto e água de reuso*, Editora da Abes, São Paulo-SP, 2001.

SILVA, F. A., *Desenvolvimento e caracterização de membranas cerâmicas de cordieirita*, Dissertação de mestrado, UAEMA/CCT/UFMG, Campina Grande, março de 2006.

SILVA, F. A.; AMMANN, J.; NAZAR, A. M. M., *Caracterização de poros em cerâmicas avançadas através de um método automático de análise de imagem*, 39º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Águas de Lindóia-SP, vol. 2, p. 912-917, junho, 1995.

SUN, D.; DUAN, X.; LI, W.; ZHOU, D., *Demulsification of water-in-oil emulsion by using porous glass membrane*, Journal of Membrane Science 146 , 65-72, 1998.

UHLHORN, R. J. R.; KEIZER, K.; BURGGRAAF, A. J. Gas transport and separation with ceramic membranes, Part II. Synthesis and separation properties of microporous membranes. Journal of Membrane Science, v. 66, p. 271-287, 1992.

WEBER,R.; CHMIEL, H.; MARVROV, V., *Characteristics and application of new ceramic nanofiltration membranes*, Desalination, 113-125(2003).

ZELINSKI, B.J.J. e UHLMANN, D.R., *Gel Technology in Ceramics*, by Academic Press, Inc, 1990.

ANEXOS

Tabela 9 – Fluxos de água destilada permeados pelo suporte S1.

Horário		Tempo de Coleta		Peso do Becker c/ Água Permeada (g)	Peso da Água (g)	Volume (m³)	Fluxo Permeado (m³/m²diabar)
Inicial	Final	Unitário(h)	Acumulado				
03:20:00	03:21:00	0,016667	00:00:00	32,89	0	0	0
03:21:00	03:22:00	0,016667	00:01:30	35,34	2,45	2,45E-06	6,538564
03:26:00	03:27:00	0,016667	00:06:30	35,87	2,98	2,98E-06	7,953029
03:29:00	03:30:00	0,016667	00:09:30	36,03	3,14	3,14E-06	8,380037
03:32:00	03:33:00	0,016667	00:12:30	36,22	3,33	3,33E-06	8,88711
03:35:00	03:36:00	0,016667	00:15:30	36,33	3,44	3,44E-06	9,180678
03:38:00	03:39:00	0,016667	00:18:30	36,47	3,58	3,58E-06	9,55431
03:41:00	03:42:00	0,016667	00:21:30	36,66	3,77	3,77E-06	10,06138
03:44:00	03:45:00	0,016667	00:24:30	36,80	3,91	3,91E-06	10,43501
03:47:00	03:48:00	0,016667	00:27:30	37,00	4,11	4,11E-06	10,96878
03:50:00	03:51:00	0,016667	00:30:30	37,10	4,21	4,21E-06	11,23566
03:53:00	03:54:00	0,016667	00:33:30	37,28	4,39	4,39E-06	11,71604
03:56:00	03:57:00	0,016667	00:36:30	37,32	4,43	4,43E-06	11,82279
03:59:00	04:00:00	0,016667	00:39:30	37,38	4,49	4,49E-06	11,98292
04:02:00	04:03:00	0,016667	00:42:30	37,40	4,51	4,51E-06	12,0363
04:05:00	04:06:00	0,016667	00:45:30	37,56	4,67	4,67E-06	12,4633
04:08:00	04:09:00	0,016667	00:48:30	37,52	4,63	4,63E-06	12,35655
04:11:00	04:12:00	0,016667	00:51:30	37,53	4,64	4,64E-06	12,38324
04:14:00	04:15:00	0,016667	00:54:30	37,58	4,69	4,69E-06	12,51668
04:17:00	04:18:00	0,016667	00:57:30	37,43	4,54	4,54E-06	12,11636
04:20:00	04:21:00	0,016667	01:00:30	37,58	4,69	4,69E-06	12,51668
04:23:00	04:24:00	0,016667	01:03:30	37,52	4,63	4,63E-06	12,35655
04:26:00	04:27:00	0,016667	01:06:30	37,59	4,7	4,7E-06	12,54337
04:29:00	04:30:00	0,016667	01:09:30	37,62	4,73	4,73E-06	12,62343
04:32:00	04:33:00	0,016667	01:12:30	37,56	4,67	4,67E-06	12,4633
04:35:00	04:36:00	0,016667	01:15:30	37,60	4,71	4,71E-06	12,57006
04:38:00	04:39:00	0,016667	01:18:30	37,54	4,65	4,65E-06	12,40993
04:41:00	04:42:00	0,016667	01:21:30	37,58	4,69	4,69E-06	12,51668
04:44:00	04:45:00	0,016667	01:24:30	37,56	4,67	4,67E-06	12,4633
04:47:00	04:48:00	0,016667	01:27:30	37,60	4,71	4,71E-06	12,57006
04:50:00	04:51:00	0,016667	01:30:30	37,59	4,7	4,7E-06	12,54337
04:53:00	04:54:00	0,016667	01:33:30	37,57	4,68	4,68E-06	12,48999
04:56:00	04:57:00	0,016667	01:36:30	37,55	4,66	4,66E-06	12,43662
04:59:00	05:00:00	0,016667	01:39:30	37,53	4,64	4,64E-06	12,38324
05:02:00	05:03:00	0,016667	01:42:30	37,58	4,69	4,69E-06	12,51668

Tabela 10 – Fluxos de água destilada permeados pelo suporte S2.

Horário		Tempo de Coleta		Peso do Becker c/ Água Permeada (g)	Peso da Água (g)	Volume (m ³)	Fluxo Permeado (m ³ /m ² diabar)
Inicial	Final	Unitário(h)	Acumulado				
03:20:00	03:21:00	0,016667	00:00:00	181,22	0	0	0
03:21:00	03:22:00	0,016667	00:01:30	1060,24	879,02	0,000879	671,0076
03:26:00	03:27:00	0,016667	00:06:30	977,29	796,07	0,000796	607,687
03:29:00	03:30:00	0,016667	00:09:30	943,62	762,4	0,000762	581,9847
03:32:00	03:33:00	0,016667	00:12:30	909,67	728,45	0,000728	556,0687
03:35:00	03:36:00	0,016667	00:15:30	885,95	704,73	0,000705	537,9618
03:38:00	03:39:00	0,016667	00:18:30	866,12	684,9	0,000685	522,8244
03:41:00	03:42:00	0,016667	00:21:30	851,01	669,79	0,00067	511,2901
03:44:00	03:45:00	0,016667	00:24:30	833,68	652,46	0,000652	498,0611
03:47:00	03:48:00	0,016667	00:27:30	807,23	626,01	0,000626	477,8702
03:50:00	03:51:00	0,016667	00:30:30	808,72	627,5	0,000628	479,0076
03:53:00	03:54:00	0,016667	00:33:30	785,61	604,39	0,000604	461,3664
03:56:00	03:57:00	0,016667	00:36:30	774,79	593,57	0,000594	453,1069
03:59:00	04:00:00	0,016667	00:39:30	767,19	585,97	0,000586	447,3053
04:02:00	04:03:00	0,016667	00:42:30	759,45	578,23	0,000578	441,3969
04:05:00	04:06:00	0,016667	00:45:30	744,72	563,5	0,000564	430,1527
04:08:00	04:09:00	0,016667	00:48:30	737,75	556,53	0,000557	424,8321
04:11:00	04:12:00	0,016667	00:51:30	720,15	538,93	0,000539	411,3969
04:14:00	04:15:00	0,016667	00:54:30	727,19	545,97	0,000546	416,771
04:17:00	04:18:00	0,016667	00:57:30	729,58	548,36	0,000548	418,5954
04:20:00	04:21:00	0,016667	01:00:30	726,87	545,65	0,000546	416,5267
04:23:00	04:24:00	0,016667	01:03:30	723,45	542,23	0,000542	413,916
04:26:00	04:27:00	0,016667	01:06:30	729,98	548,76	0,000549	418,9008
04:29:00	04:30:00	0,016667	01:09:30	726,98	545,76	0,000546	416,6107
04:32:00	04:33:00	0,016667	01:12:30	726,45	545,23	0,000545	416,2061
04:35:00	04:36:00	0,016667	01:15:30	725,65	544,43	0,000544	415,5954
04:38:00	04:39:00	0,016667	01:18:30	728,95	547,73	0,000548	418,1145
04:41:00	04:42:00	0,016667	01:21:30	727,21	545,99	0,000546	416,7863
04:44:00	04:45:00	0,016667	01:24:30	725,87	544,65	0,000545	415,7634
04:47:00	04:48:00	0,016667	01:27:30	724,49	543,27	0,000543	414,7099
04:50:00	04:51:00	0,016667	01:30:30	723,64	542,42	0,000542	414,0611
04:53:00	04:54:00	0,016667	01:33:30	724,54	543,32	0,000543	414,7481
04:56:00	04:57:00	0,016667	01:36:30	722,56	541,34	0,000541	413,2366
04:59:00	05:00:00	0,016667	01:39:30	722,98	541,76	0,000542	413,5573
05:02:00	05:03:00	0,016667	01:42:30	723,87	542,65	0,000543	414,2366

Tabela 11 – Fluxos e turbidez do efluente sintético permeados pelo suporte S1.

Horário		Tempo de Coleta		Peso do Becker c/ Água Permeada (g)	Turbidez (NTU)	Volume (m³)	Fluxo Permeado (m³/m²diabar)
Inicial	Final	Unitário(h)	Acumulado				
03:20:00	03:21:00	0,016667	00:00:00	32,95	0	0	0
03:21:00	03:22:00	0,016667	00:01:30	35,15	0,96	2,2E-06	5,871364
03:26:00	03:27:00	0,016667	00:06:30	34,72	0,98	1,77E-06	4,723779
03:29:00	03:30:00	0,016667	00:09:30	34,23	0,95	1,28E-06	3,416066
03:32:00	03:33:00	0,016667	00:12:30	35,32	0,99	2,37E-06	6,32506
03:35:00	03:36:00	0,016667	00:15:30	35,35	1,21	2,4E-06	6,405124
03:38:00	03:39:00	0,016667	00:18:30	35,31	1,32	2,36E-06	6,298372
03:41:00	03:42:00	0,016667	00:21:30	35,27	1,39	2,32E-06	6,19162
03:44:00	03:45:00	0,016667	00:24:30	35,15	1,11	2,2E-06	5,871364
03:47:00	03:48:00	0,016667	00:27:30	35,08	1,22	2,13E-06	5,684548
03:50:00	03:51:00	0,016667	00:30:30	35,01	1,32	2,06E-06	5,497732
03:53:00	03:54:00	0,016667	00:33:30	34,95	1,28	0,000002	5,337603
03:56:00	03:57:00	0,016667	00:36:30	34,79	1,35	1,84E-06	4,910595
03:59:00	04:00:00	0,016667	00:39:30	34,71	1,18	1,76E-06	4,697091
04:02:00	04:03:00	0,016667	00:42:30	34,65	0,52	1,7E-06	4,536963
04:05:00	04:06:00	0,016667	00:45:30	34,71	0,54	1,76E-06	4,697091
04:08:00	04:09:00	0,016667	00:48:30	34,60	0,46	1,65E-06	4,403523
04:11:00	04:12:00	0,016667	00:51:30	34,55	0,53	1,6E-06	4,270083
04:14:00	04:15:00	0,016667	00:54:30	34,41	0,48	1,46E-06	3,89645
04:17:00	04:18:00	0,016667	00:57:30	34,46	0,56	1,51E-06	4,029891
04:20:00	04:21:00	0,016667	01:00:30	34,41	0,54	1,46E-06	3,89645
04:23:00	04:24:00	0,016667	01:03:30	34,50	0,67	1,55E-06	4,136643
04:26:00	04:27:00	0,016667	01:06:30	34,44	0,92	1,49E-06	3,976515
04:29:00	04:30:00	0,016667	01:09:30	34,30	0,64	1,35E-06	3,602882
04:32:00	04:33:00	0,016667	01:12:30	34,60	0,95	1,65E-06	4,403523
04:35:00	04:36:00	0,016667	01:15:30	34,56	0,67	1,61E-06	4,296771
04:38:00	04:39:00	0,016667	01:18:30	34,44	0,97	1,49E-06	3,976515
04:41:00	04:42:00	0,016667	01:21:30	34,76	1,2	1,81E-06	4,830531
04:44:00	04:45:00	0,016667	01:24:30	34,65	0,76	1,7E-06	4,536963
04:47:00	04:48:00	0,016667	01:27:30	34,78	0,86	1,83E-06	4,883907
04:50:00	04:51:00	0,016667	01:30:30	34,43	0,76	1,48E-06	3,949827
04:53:00	04:54:00	0,016667	01:33:30	34,76	0,87	1,81E-06	4,830531
04:56:00	04:57:00	0,016667	01:36:30	34,98	1,09	2,03E-06	5,417667
04:59:00	05:00:00	0,016667	01:39:30	34,67	0,87	1,72E-06	4,590339
05:02:00	05:03:00	0,016667	01:42:30	34,28	0,61	1,33E-06	3,549506

Tabela 12 – Fluxos e turbidez do efluente sintético permeados pelo suporte S2.

Horário		Tempo de Coleta		Peso do Becker c/ Água Permeada (g)	Turbidez (NTU)	Volume (m³)	Fluxo Permeado (m³/m²diabar)
Inicial	Final	Unitário(h)	Acumulado				
03:20:00	03:21:00	0,016667	00:00:00	181,22	0	0	0
03:21:00	03:22:00	0,016667	00:01:30	766,60	24,8	0,000585	446,855
03:26:00	03:27:00	0,016667	00:06:30	702,59	24,4	0,000521	397,9924
03:29:00	03:30:00	0,016667	00:09:30	676,27	23,5	0,000495	377,9008
03:32:00	03:33:00	0,016667	00:12:30	635,68	23,1	0,000454	346,916
03:35:00	03:36:00	0,016667	00:15:30	617,48	20,9	0,000436	333,0229
03:38:00	03:39:00	0,016667	00:18:30	583,17	21,6	0,000402	306,8321
03:41:00	03:42:00	0,016667	00:21:30	562,52	22,2	0,000381	291,0687
03:44:00	03:45:00	0,016667	00:24:30	547,95	20,1	0,000367	279,9466
03:47:00	03:48:00	0,016667	00:27:30	535,31	19,5	0,000354	270,2977
03:50:00	03:51:00	0,016667	00:30:30	525,52	19,4	0,000344	262,8244
03:53:00	03:54:00	0,016667	00:33:30	526,78	18,8	0,000346	263,7863
03:56:00	03:57:00	0,016667	00:36:30	521,43	15,7	0,00034	259,7023
03:59:00	04:00:00	0,016667	00:39:30	515,42	16,1	0,000334	255,1145
04:02:00	04:03:00	0,016667	00:42:30	498,44	14,6	0,000317	242,1527
04:05:00	04:06:00	0,016667	00:45:30	505,13	15,3	0,000324	247,2595
04:08:00	04:09:00	0,016667	00:48:30	501,58	14,8	0,00032	244,5496
04:11:00	04:12:00	0,016667	00:51:30	501,88	14,1	0,000321	244,7786
04:14:00	04:15:00	0,016667	00:54:30	495,23	13,2	0,000314	239,7023
04:17:00	04:18:00	0,016667	00:57:30	493,82	8,86	0,000313	238,626
04:20:00	04:21:00	0,016667	01:00:30	488,14	9,05	0,000307	234,2901
04:23:00	04:24:00	0,016667	01:03:30	485,63	9,05	0,000304	232,374
04:26:00	04:27:00	0,016667	01:06:30	480,83	11,0	0,0003	228,7099
04:29:00	04:30:00	0,016667	01:09:30	479,85	9,4	0,000299	227,9618
04:32:00	04:33:00	0,016667	01:12:30	478,85	10,6	0,000298	227,1985
04:35:00	04:36:00	0,016667	01:15:30	476,45	11,6	0,000295	225,3664
04:38:00	04:39:00	0,016667	01:18:30	475,97	10,4	0,000295	225
04:41:00	04:42:00	0,016667	01:21:30	469,63	9,6	0,000288	220,1603
04:44:00	04:45:00	0,016667	01:24:30	469,98	9,5	0,000289	220,4275
04:47:00	04:48:00	0,016667	01:27:30	467,56	9,4	0,000286	218,5802
04:50:00	04:51:00	0,016667	01:30:30	466,87	8,8	0,000286	218,0534
04:53:00	04:54:00	0,016667	01:33:30	465,65	9,2	0,000284	217,1221
04:56:00	04:57:00	0,016667	01:36:30	465,65	8,8	0,000284	217,1221
04:59:00	05:00:00	0,016667	01:39:30	464,56	8,9	0,000283	216,2901
05:02:00	05:03:00	0,016667	01:42:30	464,86	9,2	0,000284	216,5191

Tabela 13 – Fluxos de água destilada permeados pela membrana A.

Horário		Tempo de Coleta		Peso do Becker c/ Água Permeada (g)	Peso da Água (g)	Volume (m³)	Fluxo Permeado (m³/dia.m²)
Inicial	Final	Unitário(s)	Acumulado				
11:20:00	11:21:00	0,016667	00:00:00	32,82	0	0	0
11:21:00	11:22:00	0,016667	00:01:30	70,70	37,88	3,79E-05	33,49545
11:26:00	11:27:00	0,016667	00:06:30	69,47	36,65	3,67E-05	32,40782
11:29:00	11:30:00	0,016667	00:09:30	67,93	35,11	3,51E-05	31,04607
11:32:00	11:33:00	0,016667	00:12:30	66,68	33,86	3,39E-05	29,94076
11:35:00	11:36:00	0,016667	00:15:30	65,30	32,48	3,25E-05	28,72049
11:38:00	11:39:00	0,016667	00:18:30	64,00	31,18	3,12E-05	27,57096
11:41:00	11:42:00	0,016667	00:21:30	63,54	30,72	3,07E-05	27,16421
11:44:00	11:45:00	0,016667	00:24:30	62,01	29,19	2,92E-05	25,8113
11:47:00	11:48:00	0,016667	00:27:30	61,02	28,20	2,82E-05	24,93589
11:50:00	11:51:00	0,016667	00:30:30	59,82	27,00	0,000027	23,87479
11:53:00	11:54:00	0,016667	00:33:30	59,52	26,70	2,67E-05	23,60951
11:56:00	11:57:00	0,016667	00:36:30	58,50	25,68	2,57E-05	22,70758
11:59:00	12:00:00	0,016667	00:39:30	57,69	24,87	2,49E-05	21,99133
12:02:00	12:03:00	0,016667	00:42:30	57,06	24,24	2,42E-05	21,43426
12:05:00	12:06:00	0,016667	00:45:30	56,14	23,32	2,33E-05	20,62074
12:08:00	12:09:00	0,016667	00:48:30	55,38	22,56	2,26E-05	19,94871
12:11:00	12:12:00	0,016667	00:51:30	54,81	21,99	2,2E-05	19,44469
12:14:00	12:15:00	0,016667	00:54:30	54,33	21,51	2,15E-05	19,02025
12:17:00	12:18:00	0,016667	00:57:30	53,66	20,84	2,08E-05	18,4278
12:20:00	12:21:00	0,016667	01:00:30	53,30	20,48	2,05E-05	18,10947
12:23:00	12:24:00	0,016667	01:03:30	53,00	20,18	2,02E-05	17,84419
12:26:00	12:27:00	0,016667	01:06:30	52,33	19,51	1,95E-05	17,25175
12:29:00	12:30:00	0,016667	01:09:30	51,82	19,00	0,000019	16,80078
12:32:00	12:33:00	0,016667	01:12:30	50,96	18,14	1,81E-05	16,04032
12:35:00	12:36:00	0,016667	01:15:30	51,00	18,18	1,82E-05	16,07569
12:38:00	12:39:00	0,016667	01:18:30	50,71	17,89	1,79E-05	15,81926
12:41:00	12:42:00	0,016667	01:21:30	50,65	17,83	1,78E-05	15,7662
12:44:00	12:45:00	0,016667	01:24:30	50,00	17,18	1,72E-05	15,19144
12:47:00	12:48:00	0,016667	01:27:30	49,85	17,03	1,7E-05	15,0588
12:50:00	12:51:00	0,016667	01:30:30	49,64	16,82	1,68E-05	14,87311
12:53:00	12:54:00	0,016667	01:33:30	49,54	16,72	1,67E-05	14,78468
12:56:00	12:57:00	0,016667	01:36:30	49,25	16,43	1,64E-05	14,52825
12:59:00	01:00:00	0,016667	01:39:30	49,10	16,28	1,63E-05	14,39561
01:02:00	01:03:00	0,016667	01:42:30	48,94	16,12	1,61E-05	14,25413

Tabela 14 – Fluxos de água destilada permeados pela membrana B.

Horário		Tempo de Coleta		Peso do Becker c/ Água Permeada (g)	Peso da Água (g)	Volume (m ³)	Fluxo Permeado (m ³ /m ² .dia.bar)
Inicial	Final	Unitário(h)	Acumulado				
01:20:00	01:21:00	0,016667	00:00:00	32,82	0	0	0
01:21:00	01:22:00	0,016667	00:01:30	133,21	100,39	0,0001	82,15221
01:26:00	01:27:00	0,016667	00:06:30	66,97	34,15	3,42E-05	27,94599
01:29:00	01:30:00	0,016667	00:09:30	61,75	28,93	2,89E-05	23,6743
01:32:00	01:33:00	0,016667	00:12:30	56,03	23,21	2,32E-05	18,99345
01:35:00	01:36:00	0,016667	00:15:30	53,08	20,26	2,03E-05	16,57938
01:38:00	01:39:00	0,016667	00:18:30	50,77	17,95	1,8E-05	14,68903
01:41:00	01:42:00	0,016667	00:21:30	49,22	16,40	1,64E-05	13,42062
01:44:00	01:45:00	0,016667	00:24:30	48,08	15,26	1,53E-05	12,48773
01:47:00	01:48:00	0,016667	00:27:30	47,18	14,36	1,44E-05	11,75123
01:50:00	01:51:00	0,016667	00:30:30	46,46	13,64	1,36E-05	11,16203
01:53:00	01:54:00	0,016667	00:33:30	45,86	13,04	1,3E-05	10,67103
01:56:00	01:57:00	0,016667	00:36:30	45,50	12,68	1,27E-05	10,37643
01:59:00	02:00:00	0,016667	00:39:30	44,98	12,16	1,22E-05	9,9509
02:02:00	02:03:00	0,016667	00:42:30	44,62	11,80	1,18E-05	9,656301
02:05:00	02:06:00	0,016667	00:45:30	44,20	11,38	1,14E-05	9,312602
02:08:00	02:09:00	0,016667	00:48:30	43,96	11,14	1,11E-05	9,116203
02:11:00	02:12:00	0,016667	00:51:30	43,48	10,66	1,07E-05	8,723404
02:14:00	02:15:00	0,016667	00:54:30	43,40	10,58	1,06E-05	8,657938
02:17:00	02:18:00	0,016667	00:57:30	43,21	10,39	1,04E-05	8,502455
02:20:00	02:21:00	0,016667	01:00:30	43,10	10,28	1,03E-05	8,412439
02:23:00	02:24:00	0,016667	01:03:30	43,02	10,20	1,02E-05	8,346972
02:26:00	02:27:00	0,016667	01:06:30	42,82	10,00	0,00001	8,183306
02:29:00	02:30:00	0,016667	01:09:30	42,67	9,85	9,85E-06	8,060556
02:32:00	02:33:00	0,016667	01:12:30	42,30	9,48	9,48E-06	7,757774
02:35:00	02:36:00	0,016667	01:15:30	42,15	9,33	9,33E-06	7,635025
02:38:00	02:39:00	0,016667	01:18:30	42,05	9,23	9,23E-06	7,553191
02:41:00	02:42:00	0,016667	01:21:30	41,89	9,07	9,07E-06	7,422259
02:44:00	02:45:00	0,016667	01:24:30	41,77	8,95	8,95E-06	7,324059
02:47:00	02:48:00	0,016667	01:27:30	41,70	8,88	8,88E-06	7,266776
02:50:00	02:51:00	0,016667	01:30:30	41,64	8,82	8,82E-06	7,217676
02:53:00	02:54:00	0,016667	01:33:30	41,52	8,70	8,7E-06	7,119476
02:56:00	02:57:00	0,016667	01:36:30	41,32	8,50	8,5E-06	6,95581
02:59:00	03:00:00	0,016667	01:39:30	41,20	8,38	8,38E-06	6,85761
03:02:00	03:03:00	0,016667	01:42:30	41,11	8,29	8,29E-06	6,783961

Tabela 15 – Fluxos de água destilada permeados pela membrana C.

Horário		Tempo de Coleta		Peso do Becker c/ Água Permeada (g)	Peso da Água (g)	Volume (m³)	Fluxo Permeado (m³/m²diabar)
Inicial	Final	Unitário(h)	Acumulado				
03:20:00	03:21:00	0,016667	00:00:00	32,82	0	0	0
03:21:00	03:22:00	0,016667	00:01:30	39,61	6,79	6,79E-06	7,540988
03:26:00	03:27:00	0,016667	00:06:30	87,80	54,98	5,5E-05	61,02395
03:29:00	03:30:00	0,016667	00:09:30	83,44	50,62	5,06E-05	56,18999
03:32:00	03:33:00	0,016667	00:12:30	80,48	47,66	4,77E-05	52,9029
03:35:00	03:36:00	0,016667	00:15:30	78,46	45,64	4,56E-05	50,65993
03:38:00	03:39:00	0,016667	00:18:30	76,30	43,48	4,35E-05	48,26229
03:41:00	03:42:00	0,016667	00:21:30	74,94	42,12	4,21E-05	46,7541
03:44:00	03:45:00	0,016667	00:24:30	73,55	40,73	4,07E-05	45,20723
03:47:00	03:48:00	0,016667	00:27:30	73,02	40,20	4,02E-05	44,62715
03:50:00	03:51:00	0,016667	00:30:30	71,94	39,12	3,91E-05	43,42832
03:53:00	03:54:00	0,016667	00:33:30	71,42	38,60	3,86E-05	42,84825
03:56:00	03:57:00	0,016667	00:36:30	70,83	38,01	3,8E-05	42,19083
03:59:00	04:00:00	0,016667	00:39:30	70,03	37,21	3,72E-05	41,30138
04:02:00	04:03:00	0,016667	00:42:30	69,37	36,55	3,66E-05	40,56661
04:05:00	04:06:00	0,016667	00:45:30	68,91	36,09	3,61E-05	40,06388
04:08:00	04:09:00	0,016667	00:48:30	68,22	35,40	3,54E-05	39,29046
04:11:00	04:12:00	0,016667	00:51:30	67,90	35,08	3,51E-05	38,94241
04:14:00	04:15:00	0,016667	00:54:30	67,55	34,73	3,47E-05	38,55569
04:17:00	04:18:00	0,016667	00:57:30	67,10	34,28	3,43E-05	38,05295
04:20:00	04:21:00	0,016667	01:00:30	66,96	34,14	3,41E-05	37,89827
04:23:00	04:24:00	0,016667	01:03:30	66,47	33,65	3,37E-05	37,35687
04:26:00	04:27:00	0,016667	01:06:30	66,47	33,65	3,37E-05	37,35687
04:29:00	04:30:00	0,016667	01:09:30	66,06	33,24	3,32E-05	36,89281
04:32:00	04:33:00	0,016667	01:12:30	65,43	32,61	3,26E-05	36,19671
04:35:00	04:36:00	0,016667	01:15:30	65,36	32,54	3,25E-05	36,11937
04:38:00	04:39:00	0,016667	01:18:30	64,98	32,16	3,22E-05	35,69398
04:41:00	04:42:00	0,016667	01:21:30	64,80	31,98	3,2E-05	35,50062
04:44:00	04:45:00	0,016667	01:24:30	64,63	31,81	3,18E-05	35,30727
04:47:00	04:48:00	0,016667	01:27:30	64,52	31,70	3,17E-05	35,19125
04:50:00	04:51:00	0,016667	01:30:30	64,70	31,88	3,19E-05	35,38461
04:53:00	04:54:00	0,016667	01:33:30	64,21	31,39	3,14E-05	34,84321
04:56:00	04:57:00	0,016667	01:36:30	64,10	31,28	3,13E-05	34,72719
04:59:00	05:00:00	0,016667	01:39:30	64,03	31,21	3,12E-05	34,64984
05:02:00	05:03:00	0,016667	01:42:30	63,86	31,04	3,1E-05	34,45649

Tabela 16 – Fluxos de água destilada permeados pela membrana D.

Horário		Tempo de Coleta		Peso do Becker c/ Água Permeada (g)	Peso da Água (g)	Volume (m³)	Fluxo Permeado (m³/m²diabar)
Inicial	Final	Unitário(h)	Acumulado				
05:20:00	05:21:00	0,016667	00:00:00	32,82	0,00	0	0
05:21:00	05:22:00	0,016667	00:01:30	128,44	95,62	9,56E-05	80,69198
05:26:00	05:27:00	0,016667	00:06:30	69,92	30,17	3,02E-05	25,45992
05:29:00	05:30:00	0,016667	00:09:30	60,76	27,94	2,79E-05	23,57806
05:32:00	05:33:00	0,016667	00:12:30	54,66	21,84	2,18E-05	18,43038
05:35:00	05:36:00	0,016667	00:15:30	50,98	18,16	1,82E-05	15,32489
05:38:00	05:39:00	0,016667	00:18:30	48,78	15,96	1,6E-05	13,46835
05:41:00	05:42:00	0,016667	00:21:30	47,30	14,48	1,45E-05	12,21941
05:44:00	05:45:00	0,016667	00:24:30	45,89	13,07	1,31E-05	11,02954
05:47:00	05:48:00	0,016667	00:27:30	44,80	11,98	1,2E-05	10,1097
05:50:00	05:51:00	0,016667	00:30:30	44,15	11,33	1,13E-05	9,561181
05:53:00	05:54:00	0,016667	00:33:30	43,37	10,55	1,06E-05	8,902954
05:56:00	05:57:00	0,016667	00:36:30	43,11	10,29	1,03E-05	8,683544
05:59:00	06:00:00	0,016667	00:39:30	42,62	9,80	9,8E-06	8,270042
06:02:00	06:03:00	0,016667	00:42:30	42,43	9,61	9,61E-06	8,109705
06:05:00	06:06:00	0,016667	00:45:30	42,11	9,29	9,29E-06	7,839662
06:08:00	06:09:00	0,016667	00:48:30	41,81	8,99	8,99E-06	7,586498
06:11:00	06:12:00	0,016667	00:51:30	41,59	8,77	8,77E-06	7,400844
06:14:00	06:15:00	0,016667	00:54:30	41,29	8,47	8,47E-06	7,147679
06:17:00	06:18:00	0,016667	00:57:30	41,27	8,45	8,45E-06	7,130802
06:20:00	06:21:00	0,016667	01:00:30	41,15	8,33	8,33E-06	7,029536
06:23:00	06:24:00	0,016667	01:03:30	41,01	8,19	8,19E-06	6,911392
06:26:00	06:27:00	0,016667	01:06:30	40,78	7,96	7,96E-06	6,7173
06:29:00	06:30:00	0,016667	01:09:30	40,59	7,77	7,77E-06	6,556962
06:32:00	06:33:00	0,016667	01:12:30	40,48	7,66	7,66E-06	6,464135
06:35:00	06:36:00	0,016667	01:15:30	40,28	7,46	7,46E-06	6,295359
06:38:00	06:39:00	0,016667	01:18:30	40,12	7,30	7,3E-06	6,160338
06:41:00	06:42:00	0,016667	01:21:30	40,01	7,19	7,19E-06	6,067511
06:44:00	06:45:00	0,016667	01:24:30	39,92	7,10	7,1E-06	5,991561
06:47:00	06:48:00	0,016667	01:27:30	39,85	7,03	7,03E-06	5,932489
06:50:00	06:51:00	0,016667	01:30:30	39,73	6,91	6,91E-06	5,831224
06:53:00	06:54:00	0,016667	01:33:30	39,65	6,83	6,83E-06	5,763713
06:56:00	06:57:00	0,016667	01:36:30	39,55	6,73	6,73E-06	5,679325
06:59:00	07:00:00	0,016667	01:39:30	39,42	6,60	6,6E-06	5,56962
07:02:00	07:03:00	0,016667	01:42:30	39,36	6,54	6,54E-06	5,518987

Tabela 17 – Fluxos e turbidez do efluente sintético permeado pela membrana A.

Horário		Tempo de Coleta		Peso do Becker c/ Água Permeada (g)	Turbidez (NTU)	Volume (m³)	Fluxo Permeado (m³/dia.m²)
Inicial	Final	Unitário(s)	Acumulado				
11:20:00	11:21:00	0,016667	00:00:00	32,74	0	0	0
11:21:00	11:22:00	0,016667	00:01:30	59,87	0,70	2,71E-05	23,98974
11:26:00	11:27:00	0,016667	00:06:30	51,48	1,01	1,87E-05	16,57087
11:29:00	11:30:00	0,016667	00:09:30	49,29	-	1,66E-05	14,63436
11:32:00	11:33:00	0,016667	00:12:30	47,52	1,47	1,48E-05	13,06924
11:35:00	11:36:00	0,016667	00:15:30	46,63	0,42	1,39E-05	12,28225
11:38:00	11:39:00	0,016667	00:18:30	45,67	0,82	1,29E-05	11,43337
11:41:00	11:42:00	0,016667	00:21:30	45,26	0,74	1,25E-05	11,07083
11:44:00	11:45:00	0,016667	00:24:30	44,61	0,66	1,19E-05	10,49607
11:47:00	11:48:00	0,016667	00:27:30	43,33	0,77	1,06E-05	9,364223
11:50:00	11:51:00	0,016667	00:30:30	44,38	-	1,16E-05	10,29269
11:53:00	11:54:00	0,016667	00:33:30	43,67	0,48	1,09E-05	9,664869
11:56:00	11:57:00	0,016667	00:36:30	43,48	-	1,07E-05	9,496861
11:59:00	12:00:00	0,016667	00:39:30	42,81	0,85	1,01E-05	8,904412
12:02:00	12:03:00	0,016667	00:42:30	42,80	1,61	1,01E-05	8,89557
12:05:00	12:06:00	0,016667	00:45:30	42,80	0,03	1,01E-05	8,89557
12:08:00	12:09:00	0,016667	00:48:30	42,40	0,66	9,66E-06	8,541869
12:11:00	12:12:00	0,016667	00:51:30	42,00	0,23	9,26E-06	8,188169
12:14:00	12:15:00	0,016667	00:54:30	41,98	1,66	9,24E-06	8,170484
12:17:00	12:18:00	0,016667	00:57:30	42,54	1,17	9,8E-06	8,665665
12:20:00	12:21:00	0,016667	01:00:30	42,20	-	9,46E-06	8,365019
12:23:00	12:24:00	0,016667	01:03:30	42,54	-	9,8E-06	8,665665
12:26:00	12:27:00	0,016667	01:06:30	42,15	0,82	9,41E-06	8,320806
12:29:00	12:30:00	0,016667	01:09:30	42,12	0,31	9,38E-06	8,294279
12:32:00	12:33:00	0,016667	01:12:30	41,60	-	8,86E-06	7,834468
12:35:00	12:36:00	0,016667	01:15:30	42,01	0,44	9,27E-06	8,197011
12:38:00	12:39:00	0,016667	01:18:30	42,15	-	9,41E-06	8,320806
12:41:00	12:42:00	0,016667	01:21:30	41,95	0,98	9,21E-06	8,143956
12:44:00	12:45:00	0,016667	01:24:30	42,23	0,65	9,49E-06	8,391547
12:47:00	12:48:00	0,016667	01:27:30	42,09	0,85	9,35E-06	8,267751
12:50:00	12:51:00	0,016667	01:30:30	42,12	0,78	9,38E-06	8,294279
12:53:00	12:54:00	0,016667	01:33:30	41,90	1,23	9,16E-06	8,099744
12:56:00	12:57:00	0,016667	01:36:30	41,82	-	9,08E-06	8,029003
12:59:00	01:00:00	0,016667	01:39:30	42,10	-	9,36E-06	8,276594
01:02:00	01:03:00	0,016667	01:42:30	42,06	0,73	9,32E-06	8,241224

Tabela 18 – Fluxos e turbidez do efluente sintético permeado pela membrana B.

Horário		Tempo de Coleta		Peso do Becker c/ Água Permeada (g)	Turbidez (NTU)	Volume (m³)	Fluxo Permeado (m³/dia.m²)
Inicial	Final	Unitário(h)	Acumulado				
01:20:00	01:21:00	0,016667	00:00:00	32,74	0	0	0
01:21:00	01:22:00	0,016667	00:01:30	63,45	0,18	3,07E-05	25,13093
01:26:00	01:27:00	0,016667	00:06:30	47,51	1,76	1,48E-05	12,08674
01:29:00	01:30:00	0,016667	00:09:30	45,20	-	1,25E-05	10,1964
01:32:00	01:33:00	0,016667	00:12:30	44,38	0,98	1,16E-05	9,525368
01:35:00	01:36:00	0,016667	00:15:30	43,71	0,29	1,1E-05	8,977087
01:38:00	01:39:00	0,016667	00:18:30	43,24	0,02	1,05E-05	8,592471
01:41:00	01:42:00	0,016667	00:21:30	42,84	1,1	1,01E-05	8,265139
01:44:00	01:45:00	0,016667	00:24:30	42,53	0,04	9,79E-06	8,011457
01:47:00	01:48:00	0,016667	00:27:30	42,27	0,69	9,53E-06	7,798691
01:50:00	01:51:00	0,016667	00:30:30	42,03	0,66	9,29E-06	7,602291
01:53:00	01:54:00	0,016667	00:33:30	41,82	0,39	9,08E-06	7,430442
01:56:00	01:57:00	0,016667	00:36:30	41,61	-	8,87E-06	7,258592
01:59:00	02:00:00	0,016667	00:39:30	41,31	0,42	8,57E-06	7,013093
02:02:00	02:03:00	0,016667	00:42:30	41,14	0,01	8,4E-06	6,873977
02:05:00	02:06:00	0,016667	00:45:30	41,02	0	8,28E-06	6,775777
02:08:00	02:09:00	0,016667	00:48:30	40,93	0,03	8,19E-06	6,702128
02:11:00	02:12:00	0,016667	00:51:30	40,85	0,65	8,11E-06	6,636661
02:14:00	02:15:00	0,016667	00:54:30	40,86	1,52	8,12E-06	6,644845
02:17:00	02:18:00	0,016667	00:57:30	40,71	0,27	7,97E-06	6,522095
02:20:00	02:21:00	0,016667	01:00:30	40,62	1,26	7,88E-06	6,448445
02:23:00	02:24:00	0,016667	01:03:30	40,51	0,29	7,77E-06	6,358429
02:26:00	02:27:00	0,016667	01:06:30	40,49	0,27	7,75E-06	6,342062
02:29:00	02:30:00	0,016667	01:09:30	40,34	0,04	7,6E-06	6,219313
02:32:00	02:33:00	0,016667	01:12:30	40,24	0,15	7,5E-06	6,13748
02:35:00	02:36:00	0,016667	01:15:30	40,23	1,7	7,49E-06	6,129296
02:38:00	02:39:00	0,016667	01:18:30	40,18	0,65	7,44E-06	6,08838
02:41:00	02:42:00	0,016667	01:21:30	40,14	0,32	7,4E-06	6,055646
02:44:00	02:45:00	0,016667	01:24:30	40,11	0,24	7,37E-06	6,031097
02:47:00	02:48:00	0,016667	01:27:30	40,24	0,63	7,5E-06	6,13748
02:50:00	02:51:00	0,016667	01:30:30	40,01	1,94	7,27E-06	5,949264
02:53:00	02:54:00	0,016667	01:33:30	39,96	0,37	7,22E-06	5,908347
02:56:00	02:57:00	0,016667	01:36:30	40,06	0,05	7,32E-06	5,99018
02:59:00	03:00:00	0,016667	01:39:30	39,94	0,08	7,2E-06	5,89198
03:02:00	03:03:00	0,016667	01:42:30	39,93	0,06	7,19E-06	5,883797

Tabela 19 – Fluxos e turbidez do efluente sintético permeado pela membrana C.

Horário		Tempo de Coleta		Peso do Becker c/ Água Permeada (g)	Turbidez (NTU)	Volume (m³)	Fluxo Permeado (m³/dia.m²)
Inicial	Final	Unitário(h)	Acumulado				
03:20:00	03:21:00	0,016667	00:00:00	32,74	0	0	0
03:21:00	03:22:00	0,016667	00:01:30	60,52	0,03	2,78E-05	30,83241
03:26:00	03:27:00	0,016667	00:06:30	48,52	0	1,58E-05	17,51387
03:29:00	03:30:00	0,016667	00:09:30	47,27	0	1,45E-05	16,12653
03:32:00	03:33:00	0,016667	00:12:30	46,42	0,21	1,37E-05	15,18313
03:35:00	03:36:00	0,016667	00:15:30	45,84	0,21	1,31E-05	14,5394
03:38:00	03:39:00	0,016667	00:18:30	45,22	0,66	1,25E-05	13,85128
03:41:00	03:42:00	0,016667	00:21:30	44,83	0,34	1,21E-05	13,41842
03:44:00	03:45:00	0,016667	00:24:30	44,43	0,51	1,17E-05	12,97447
03:47:00	03:48:00	0,016667	00:27:30	44,28	0,75	1,15E-05	12,80799
03:50:00	03:51:00	0,016667	00:30:30	43,97	0,35	1,12E-05	12,46393
03:53:00	03:54:00	0,016667	00:33:30	43,82	0,31	1,11E-05	12,29745
03:56:00	03:57:00	0,016667	00:36:30	43,65	0,68	1,09E-05	12,10877
03:59:00	04:00:00	0,016667	00:39:30	43,42	0,5	1,07E-05	11,8535
04:02:00	04:03:00	0,016667	00:42:30	43,23	0,09	1,05E-05	11,64262
04:05:00	04:06:00	0,016667	00:45:30	43,1	1,96	1,04E-05	11,49834
04:08:00	04:09:00	0,016667	00:48:30	42,9	1,43	1,02E-05	11,27636
04:11:00	04:12:00	0,016667	00:51:30	42,81	0,18	1,01E-05	11,17647
04:14:00	04:15:00	0,016667	00:54:30	42,71	0,36	9,97E-06	11,06548
04:17:00	04:18:00	0,016667	00:57:30	42,58	0,45	9,84E-06	10,9212
04:20:00	04:21:00	0,016667	01:00:30	42,54	-	9,8E-06	10,8768
04:23:00	04:24:00	0,016667	01:03:30	42,4	-	9,66E-06	10,72142
04:26:00	04:27:00	0,016667	01:06:30	42,4	0,27	9,66E-06	10,72142
04:29:00	04:30:00	0,016667	01:09:30	42,28	0,34	9,54E-06	10,58824
04:32:00	04:33:00	0,016667	01:12:30	42,1	0,34	9,36E-06	10,38846
04:35:00	04:36:00	0,016667	01:15:30	42,08	0,28	9,34E-06	10,36626
04:38:00	04:39:00	0,016667	01:18:30	41,97	0,32	9,23E-06	10,24417
04:41:00	04:42:00	0,016667	01:21:30	41,92	0,25	9,18E-06	10,18868
04:44:00	04:45:00	0,016667	01:24:30	41,87	0,18	9,13E-06	10,13319
04:47:00	04:48:00	0,016667	01:27:30	41,84	0,43	9,1E-06	10,09989
04:50:00	04:51:00	0,016667	01:30:30	41,89	0,09	9,15E-06	10,15538
04:53:00	04:54:00	0,016667	01:33:30	41,75	0,08	9,01E-06	10
04:56:00	04:57:00	0,016667	01:36:30	41,72	0,32	8,98E-06	9,966704
04:59:00	05:00:00	0,016667	01:39:30	41,7	0,92	8,96E-06	9,944506
05:02:00	05:03:00	0,016667	01:42:30	41,65	0,07	8,91E-06	9,889012

Tabela 20 – Fluxos e turbidez do efluente sintético permeado pela membrana D.

Horário		Tempo de Coleta		Peso do Becker c/ Água Permeada (g)	Turbidez (NTU)	Volume (m³)	Fluxo Permeado (m³/dia.m²)
Inicial	Final	Unitário(h)	Acumulado				
05:20:00	05:21:00	0,016667	00:00:00	32,74	0	0	0
05:21:00	05:22:00	0,016667	00:01:30	42,48	-	9,74E-06	8,219409
05:26:00	05:27:00	0,016667	00:06:30	41,15	0,83	8,41E-06	7,097046
05:29:00	05:30:00	0,016667	00:09:30	40,66	0,97	7,92E-06	6,683544
05:32:00	05:33:00	0,016667	00:12:30	40,35	0,48	7,61E-06	6,421941
05:35:00	05:36:00	0,016667	00:15:30	40,25	1,1	7,51E-06	6,337553
05:38:00	05:39:00	0,016667	00:18:30	39,98	0,54	7,24E-06	6,109705
05:41:00	05:42:00	0,016667	00:21:30	39,77	-	7,03E-06	5,932489
05:44:00	05:45:00	0,016667	00:24:30	40,00	0,55	7,26E-06	6,126582
05:47:00	05:48:00	0,016667	00:27:30	39,50	2,2	6,76E-06	5,704641
05:50:00	05:51:00	0,016667	00:30:30	39,39	-	6,65E-06	5,611814
05:53:00	05:54:00	0,016667	00:33:30	39,26	0,85	6,52E-06	5,50211
05:56:00	05:57:00	0,016667	00:36:30	39,09	1,8	6,35E-06	5,35865
05:59:00	06:00:00	0,016667	00:39:30	39,22	1,12	6,48E-06	5,468354
06:02:00	06:03:00	0,016667	00:42:30	38,96	-	6,22E-06	5,248945
06:05:00	06:06:00	0,016667	00:45:30	38,78	-	6,04E-06	5,097046
06:08:00	06:09:00	0,016667	00:48:30	38,80	0,82	6,06E-06	5,113924
06:11:00	06:12:00	0,016667	00:51:30	38,76	0,93	6,02E-06	5,080169
06:14:00	06:15:00	0,016667	00:54:30	38,72	0,57	5,98E-06	5,046414
06:17:00	06:18:00	0,016667	00:57:30	38,59	0,82	5,85E-06	4,936709
06:20:00	06:21:00	0,016667	01:00:30	38,47	-	5,73E-06	4,835443
06:23:00	06:24:00	0,016667	01:03:30	38,56	1,07	5,82E-06	4,911392
06:26:00	06:27:00	0,016667	01:06:30	38,45	1,09	5,71E-06	4,818565
06:29:00	06:30:00	0,016667	01:09:30	38,40	1,09	5,66E-06	4,776371
06:32:00	06:33:00	0,016667	01:12:30	38,60	0	5,86E-06	4,945148
06:35:00	06:36:00	0,016667	01:15:30	38,27	0,5	5,53E-06	4,666667
06:38:00	06:39:00	0,016667	01:18:30	38,24	0	5,5E-06	4,64135
06:41:00	06:42:00	0,016667	01:21:30	38,22	0,35	5,48E-06	4,624473
06:44:00	06:45:00	0,016667	01:24:30	38,16	0,46	5,42E-06	4,57384
06:47:00	06:48:00	0,016667	01:27:30	38,02	0	5,28E-06	4,455696
06:50:00	06:51:00	0,016667	01:30:30	38,09	0	5,35E-06	4,514768
06:53:00	06:54:00	0,016667	01:33:30	37,96	0	5,22E-06	4,405063
06:56:00	06:57:00	0,016667	01:36:30	37,94	0,24	5,2E-06	4,388186
06:59:00	07:00:00	0,016667	01:39:30	37,89	0,89	5,15E-06	4,345992
07:02:00	07:03:00	0,016667	01:42:30	37,85	0,09	5,11E-06	4,312236