

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RECÔNCAVO DA BAHIA

CENRTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIAS EM ENERGIA E SUSTENTABILIDADE

BACHARELADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

**MEMBRANAS MICROPOROSAS HÍBRIDAS DE
POLIAMIDA OBTIDAS COM DIFERENTES SOLVENTES
PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES CONTENDO
CORANTES TÊXTEIS**

AIRAN MAGALHÃES MOURA

FEIRA DE SANTANA, 2023.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RECÔNCAVO DA BAHIA

CENRTO DE CIÊNCIAECNOLOGIAS EM ENERGIA E SUSTENTABILIDADE

BACHARELADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

**MEMBRANAS MICROPOROSAS HÍBRIDAS DE POLIAMIDA OBTIDAS
COM DIFERENTES SOLVENTES PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES
CONTENDO CORANTES TÊXTEIS**

Trabalho de conclusão de curso apresentado à
Universidade Federal do Recôncavo da Bahia
como parte dos requisitos para obtenção do título
de Bacharel em Engenharia de Materiais.

ORIENTADORA: Prof^ª. Dr^ª. Keila Machado de Medeiros

AIRAN MAGALHÃES MOURA

FEIRA DE SANTANA, 2023

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RECÔNCAVO DA BAHIA

CENRTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIAS EM ENERGIA E
SUSTENTABILIDADE

BACHARELADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS


**MEMBRANAS MICROPOROSAS HÍBRIDAS DE
POLIAMIDA OBTIDAS COM DIFERENTES
SOLVENTES PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES
CONTENDO CORANTES TÊXTEIS**

APROVADO EM: 19/10/2023

EXAMINADORES:

Profª. Dra. Keila Machado de Medeiros

ASS: _____

Documento assinado digitalmente
 KEILA MACHADO DE MEDEIROS
Data: 19/10/2023 21:25:21-0300
Verifique em <https://validar.itl.gov.br>


Prof. Dr. Adillys Marcelo da Cunha Santos

ASS: _____

Documento assinado digitalmente
 ADILLYS MARCELO DA CUNHA SANTOS
Data: 19/10/2023 21:54:26-0300
Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

Profª. Dra. Imarally V. de S. R. Nascimento

ASS: _____

Documento assinado digitalmente
 IMARALLY VITOR DE SOUZA RIBEIRO NASCIMENTO
Data: 20/10/2023 20:13:05-0300
Verifique em <https://validar.itl.gov.br>

AIRAN MAGALHÃES MOURA

FEIRA DE SANTANA, 2023.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente quero agradecer a **Deus** por toda graça concedida.

Ao **Prof^a. Dr^a. Keila Machado de Medeiros** pelos valerosos conhecimentos transmitidos, as oportunidades, amizade e orientação.

Aos docentes do curso de Engenharia de Materiais pelo conhecimento passado.

Agradeço ao Laboratório de Caracterização de Materiais da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (LCM/UAEMa/UFCG) e ao Laboratório de Pesquisa em Ciências Ambientais do Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental do Centro de Ciências e Tecnologia da Universidade Estadual da Paraíba (LAPECA/DESA/CCT/UEPB). Devido as valerosas caracterizações.

Aos companheiros universitários **Clenilton, Jonas, João Pedro, Itamara, Elias, Edielcio Junior, Natália, Joanne** e muitos outros pelo relacionamento cultivado no ambiente universitário.

Agradeço a toda minha grande **Família** pelo imenso apoio e incentivo.

Aos meus avós **Maria de Lourdes, Maria Nilce e Silvestre** que são essenciais na minha vida.

Ao meu cunhado **Jailton** pelo seu suporte e incentivo.

À minha irmã **Carla Camili** por ser a responsável pela orientação ao caminho da educação.

À minha sobrinha **Lara Maria** por ser minha super companheira.

Aos meus pais **Maria Ivone e Alcides** que são o alicerce fundamental da minha vida.

À minha amada noiva **Ludimilla**, que em todos os momentos está ao meu lado com seu mais fidedigno e simples amor.

Por fim, a todos que estão relacionados com tamanha conquista, obrigado!

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RECÔNCAVO DA BAHIA

CENRTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIAS EM ENERGIA E SUSTENTABILIDADE

BACHARELADO ENGENHARIA DE MATERIAIS

MEMBRANAS MICROPOROSAS HÍBRIDAS DE POLIAMIDA OBTIDAS COM
DIFERENTES SOLVENTES PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES CONTENDO
CORANTES TÊXTEIS

RESUMO

A necessidade de aplicar tecnologias mais limpas no tratamento de efluentes é de extrema importância para minimizar os impactos negativos sobre o meio ambiente. Dentre essas tecnologias, o Processo de Separação por Membranas (PSM) destaca-se devido às vantagens que oferece, tais como economia de energia, facilidade de operação e sua capacidade de substituir ou auxiliar processos convencionais. Esta pesquisa explorou uma nova abordagem que utiliza um material de descarte, a poliamida 66 (PA66), como matéria-prima na fabricação de membranas para tratamento de efluentes têxteis. Membranas microporosas foram produzidas através da combinação de poliamida 66 (PA66) com carbetto de silício (SiC) por meio da técnica de inversão de fases, com a presença de cloreto de magnésio ($MgCl_2$), usando diferentes solventes, como ácido fórmico (AF) e ácido clorídrico (HCl). O carbetto de silício foi caracterizado por meio de difração de raios-X (DRX) e a granulometria da amostra foi medida. As membranas foram caracterizadas através de várias técnicas, incluindo estresse termooxidativo, microscopia ótica (MO), absorção de água, porosidade, ponto de bolha, raio médio de poros, ângulo de contato, resistência química, fluxo de água e fluxo de efluente. O efluente resultante da filtração também foi submetido a testes de concentração. Os resultados mostraram que as membranas preparadas com HCl apresentaram maior absorção de água e porosidade em comparação com as membranas obtidas com ácido fórmico. A membrana de AF apresentou o maior raio máximo de poros, o que pode ser atribuído à reação do ácido com o cloreto de magnésio. Em relação ao fluxo de água, as membranas preparadas com HCl inicialmente mostraram uma diminuição, seguida de estabilidade ao longo de 60 minutos, devido a compactação ou inchaço nas membranas. Já as membranas obtidas com AF apresentaram um aumento no fluxo devido à dilatação dos poros, que pode ser explicada pelo aumento da temperatura da água. Os testes de fluxo com corante indicaram que a relação J/J_0 tende a ser semelhante para as membranas puras e apresenta crescimento para as membranas híbridas. Os testes de separação água-corante revelaram uma redução significativa na concentração de corante no permeado. Todas as membranas apresentaram um rendimento superior a 90%, o que demonstra o potencial dessas membranas para esta aplicação. Os resultados desta pesquisa indicam que as membranas híbridas de PA66-SiC têm um grande potencial para o tratamento de efluentes têxteis, oferecendo uma solução promissora e eficiente.

Palavras-chave: híbrido; corante; membrana; poliamida.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RECÔNCAVO DA BAHIA

CENRTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIAS EM ENERGIA E
SUSTENTABILIDADE

BACHARELADO ENGENHARIA DE MATERIAIS

MEMBRANAS MICROPOROSAS HÍBRIDAS DE POLIAMIDA OBTIDAS COM
DIFERENTES SOLVENTES PARA TRATAMENTO DE EFLUENTES CONTENDO
CORANTES TÊXTEIS

ABSTRACT

The need to apply cleaner technologies in effluent treatment is extremely important to minimize negative impacts on the environment. Among these technologies, the Membrane Separation Process (PSM) stands out due to the advantages it offers, such as energy savings, ease of operation and its ability to replace or assist conventional processes. This research explored a new approach that uses a waste material, polyamide 66 (PA66), as a raw material in the manufacture of membranes for treating textile effluents. Microporous membranes were produced by combining polyamide 66 (PA66) with silicon carbide (SiC) using the phase inversion technique, with the presence of magnesium chloride (MgCl₂), using different solvents, such as formic acid (FA) and hydrochloric acid (HCl). The silicon carbide was characterized using X-ray diffraction (XRD) and the particle size of the sample was measured. The membranes were characterized using several techniques, including thermooxidative stress, optical microscopy (OM), water absorption, porosity, bubble point, average pore radius, contact angle, chemical resistance, water flow and effluent flow. The effluent resulting from filtration was also subjected to concentration tests. The results showed that membranes prepared with HCl presented greater water absorption and porosity compared to membranes prepared with formic acid. The AF membrane presented the largest maximum pore radius, which can be attributed to the reaction of the acid with magnesium chloride. Regarding water flow, membranes prepared with HCl initially showed a decrease, followed by stability over 60 minutes, due to compaction or swelling in the membranes. The membranes obtained with AF showed an increase in flux due to the dilation of the pores, which can be explained by the increase in water temperature. Dye flow tests indicated that the J/J₀ ratio tends to be similar for pure membranes and shows growth for hybrid membranes. Water-dye separation tests revealed a significant reduction in dye concentration in the permeate. All membranes showed a yield greater than 90%, which demonstrates the potential of these membranes for this application. The results of this research indicate that PA66-SiC hybrid membranes have great potential for the treatment of textile effluents, offering a promising and efficient solution.

Keywords: hybrid; dye; membrane; polyamide.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	13
2 OBJETIVOS.....	15
2.1 Objetivo Geral.....	15
2.2 Objetivos Específicos	15
3 REVISÃO DA LITERATURA.....	16
3.1 Nanocompósitos Poliméricos	16
3.2 Carbetto de Silício (SiC).....	18
3.3 Poliamida	20
3.3.1 Poliamida 6,6.....	20
3.4 Processos de Separação por Membranas (PSM)	21
3.4.1 Morfologia da Membrana	23
3.4.2 Inversão de Fase.....	23
3.5 Corante Têxtil.....	24
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	27
4.1 Materiais	27
4.1.1 Carbetto de Silício (SiC)	27
4.1.2 Fibra Sintética Residual de Poliamida	27
4.1.3 Solventes	27
4.1.4 Sal Inorgânico	27
4.1.5 Preparação das Membranas.....	28
4.2 Caracterizações dos Materiais e das Membranas	30
4.2.1 Difração de raios X	30
4.2.2 Distribuição granulométrica.....	30
4.2.3 Envelhecimento termooxidativo	30
4.2.4. Ponto de Bolha	31
4.3.5 Absorção de água	31
4.3.6 Porosidade	32

4.3.7 Ângulo de Contato	32
4.3.8 Medidas de Fluxo	33
4.3.9 Raio Médio de Poros	34
4.3.10 Corante Têxtil.....	30
4.3.12 Retrolavagem das Membranas	34
4.3.12 Concentração do Corante Têxtil.....	35
4.3.13 Seletividade das Membranas	35
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	36
5.1 Distribuição granulométrica	36
5.2 Difração de Raio – X	36
5.3 Envelhecimento termooxidativo	37
5.4 Ângulo de contato.....	40
5.5 Absorção de água.....	41
5.6 Porosidade.....	42
5.7 Ponto de bolha	44
5.8 Raio Médio de Poros.....	45
5.9 Fluxo Permeado com Água.....	46
5.10 Fluxo Permeado com Efluente Contendo o Corante	48
5.11 Retrolavagem das Membranas	51
5.12 Concentração do Corante Têxtil no Permeado	52
6 CONCLUSÕES	56
7 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS.....	57
8 REFERÊNCIAS	58
APÊNDICE	64

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Notações sugeridas para o SiC	19
Tabela 2. Composição das membranas de poliamidas seus híbridos.	29
Tabela 3. Valores dos fluxos iniciais, intermediários e finais das membranas para água.	48
Tabela 4. Valores dos fluxos iniciais, intermediários e finais das membranas para efluente. .	50
Tabela 5. Volume água utilizado e de eficiência da retrolavagem nas membranas.	52
Tabela 6. Concentração do corante restante no permeado após 60 min no ensaio de fluxo com corante.	54
Tabela 7. Concentração do corante restante no permeado após 30 min no ensaio de fluxo com corante e retrolavagem.....	54

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Possíveis estruturas obtidas na formação de compósitos:.....	17
Figura 2. Classificação das diferentes estruturas possíveis para a formação de compósitos poliméricos: a) particulados, b) fibrosos, e c) lamelares.	17
Figura 3. Esquema dos principais politipos de SiC.	18
Figura 4. Estrutura química da poliamida 6,6.	20
Figura 5. Representação do fluxo no processo de separação por membranas.....	22
Figura 6. Diferentes regimes de separação de membranas.....	22
Figura 7. Diferentes tipos de morfologia das membranas.	23
Figura 8. Esquema de uma membrana obtida pelo processo de imersão-precipitação.	24
Figura 9. Fluxograma de preparação das membranas	28
Figura 10. Preparação das soluções de PA66 pura e seus híbridos com a adição de MgCl ₂ para obtenção das membranas: a) PA66-AC, b) PA66-AC H c) PA66-AF, d) PA66-AF H	29
Figura 11. Sistema de medidas de fluxo de água.	33
Figura 12. Distribuição granulométrica do carvão de silício.	36
Figura 13. Difração de Raio-X do SiC	37
Figura 14. Teste de envelhecimento termooxidativo 140 °C a) PA66-AC, b) PA66-AC H c) PA66-AF, d) PA66-AF H.	37
Figura 15. MO das membranas em 0 h: a) PA66-AC, b) PA66-AC H c) PA66-AF, d) PA66-AF H. Aumento de 1000x.....	39
Figura 16. MO das membranas em 360 h de estresse térmico: a) PA66-AC, b) PA66-AC H c) PA66-AF, d) PA66-AF H. Aumento de 1000x.	39
Figura 17. MO das membranas em 720 h de estresse térmico: a) PA66-AC, b) PA66-AC H c) PA66-AF, d) PA66-AF H. Aumento de 1000x.	40
Figura 18. Ângulo de contato das membranas a) PA66-AC, b) PA66-AC H c) PA66-AF, d) PA66-AF H.....	41
Figura 19. Absorção de água das membranas.	42
Figura 20. Porosidade das membranas	43
Figura 21. Raio máximo dos poros das membranas.....	45
Figura 22. Raio médio de poros das membranas.....	46
Figura 23. Fluxo permeado de água, na pressão de 1 bar.....	47
Figura 24. Fluxo permeado de efluente, na pressão de 1 bar.	49
Figura 25. Superfície das membranas PA66 após fluxo com efluente a) PA66 – AC, b) PA66 – AC H, c) PA66 – AF, d) PA66 – AF H.	49
Figura 26. Influência da concentração do corante no fator de fluxo (J/J_0) das membranas.	50
Figura 27. Influência da retrolavagem no fluxo das membranas na concentração de 500 mg.L ⁻¹ e pressão de 1 bar; lado esquerdo representa o momento antes da retrolavagem enquanto lado direito apos.	52
Figura 28. Espectros de absorção do corante vermelho nas concentrações de 50 mg.L ⁻¹ , 100 mg.L ⁻¹ , 200 mg.L ⁻¹ , 300 mg.L ⁻¹ , 400 mg.L ⁻¹ e 500 mg.L ⁻¹	53
Figura 29. Curva de calibração de absorbância do corante.	54
Figura 30. Comparação visual do permeado após fluxo com efluente a) Concentrado 500 mg.L ⁻¹ b) PA66 – AC, c) PA66 – AC H, d) PA66 – AF, e) PA66 – AF H.	55

ABREVIACOES

COD	Crystallography Open Database
DRX	Difraco de raios X.
MO	Microscopia tica.
PA66	Poliamida 6,6.
PA66 - AC	Membrana pura de poliamida 6,6 obtida com cido clordrico.
PA66 – AC H	Membrana hbrida de poliamida 6,6 obtida com cido clordrico.
PA66 - AF	Membrana pura de poliamida 6,6 obtida com cido frmico.
PA66 – AF H	Membrana hbrida de poliamida 6,6 obtida com cido frmico.
PDF	Powder Diffraction File.

1 INTRODUÇÃO

Um dos principais desafios enfrentados pela sociedade atual é a crescente poluição da água, um problema que abrange diversas facetas. A poluição da água ocorre quando uma ou mais substâncias prejudiciais são introduzidas no corpo hídrico, impactando negativamente sua qualidade. Essas substâncias podem acarretar sérias consequências para seres humanos, animais e o meio ambiente em geral. As causas da poluição da água são variadas, abrangendo resíduos industriais, atividades de mineração, descarga de esgoto residencial e águas residuais, resíduos radioativos, expansão do desenvolvimento urbano, entre outras. Nas últimas décadas, a preocupação com a poluição da água cresceu substancialmente, tornando-se uma prioridade tanto para a sociedade como para as autoridades públicas. Isso se torna ainda mais alarmante em regiões industrializadas ao redor do mundo (ANA, 2022).

Segundo Crini e Lichtfouse (2019) a implementação de tecnologias mais limpas em tratamento de águas são caminhos para minimizar os impactos causados ao meio ambiente, e prover melhoria dos recursos hídricos e, conseqüentemente, uma melhoria econômica e social de uma região. Então, a fim de conter a crescente degradação dos recursos hídricos e promover o desenvolvimento econômico sustentável, o foco deve ser dado a tais tecnologias sem negligenciá-las.

As tecnologias de tratamento de água atualmente se baseiam em uma série de operações e processos unitários que se organizam em etapas dentro de uma estação de tratamento: primária, secundária e terciária. Entre os métodos comuns de separação, incluem-se técnicas químicas, centrifugação, ultracentrifugação, tratamentos térmicos, entre outros. Cada um desses métodos tem suas próprias limitações (BERA; GODHANIYA; KOTHARI, 2022). Devido às restrições inerentes aos métodos convencionais, um enfoque que tem recebido crescente atenção é o uso de membranas como o componente central do processo. O processo de separação por membrana (PSM) emergiu como uma abordagem altamente promissora nos dias de hoje, destacando-se por apresentar algumas vantagens em comparação com os métodos tradicionais.

Os PSMs oferece uma série de benefícios, como maior eficiência na remoção de impurezas, menor consumo de energia, redução de resíduos e um menor impacto ambiental (BAKER, 2012). Além disso, ele proporciona maior flexibilidade e precisão no controle do processo de tratamento de água. A aplicação de membranas como parte integrante do tratamento de água representa um avanço significativo na busca por soluções mais eficazes e

sustentáveis para a purificação da água, tornando-se uma alternativa cada vez mais atrativa na atualidade (BERA, GODHANIYA e KOTHARI, 2022; CRINI e LICHTFOUSE, 2019).

A tecnologia envolvida nos PSMs utiliza-se da mimetização de uma membrana natural por meio de um material sintético, aplicando as suas características físicas de permeabilidade e seletividade para retenção de partículas indesejáveis. A separação por membrana envolve a separação de espécies químicas através da interfase da membrana pela diferença na taxa de transporte. Essa taxa de transporte depende da força motriz, mobilidade e concentração do componente individual dentro da interfase (BERA, GODHANIYA e KOTHARI, 2022).

As técnicas de tratamento de águas residuais estão na vanguarda em termos de eficiência. Neste contexto Al-Tohamy et al. (2022) relatam o grande interesse da indústria em compreender e baratear os custos de tais aplicações, com isso nota-se o crescente número de estudos usando os PSM no tratamento de efluentes com corantes têxteis.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Produzir membranas microporosas a partir de fios residuais de poliamida 6,6 (PA66) para serem aplicadas no tratamento de efluentes contendo corantes têxteis.

2.2 Objetivos Específicos

- Realizar um levantamento do estado da arte sobre membranas para obter na forma de filmes finos por meio da técnica de inversão de fases.
- Obter membranas de PA66 a partir da introdução do sal inorgânico cloreto de magnésio ($MgCl_2$) e híbridas com 3% em peso de carbetto de silício (SIC).
- Analisar a introdução de diferentes solventes ácidos (fórmico e clorídrico), na etapa de preparação das soluções.
- Selecionar os parâmetros mais adequados na obtenção das membranas para aplicação no tratamento de efluentes.
- Avaliar a eficiência das membranas obtidas em escala de bancada, através da permeabilidade de água destilada e de emulsões de óleo em água.
- Realizar uma retrolavagem e observar seus efeitos no fluxo das membranas.

3 REVISÃO DA LITERATURA

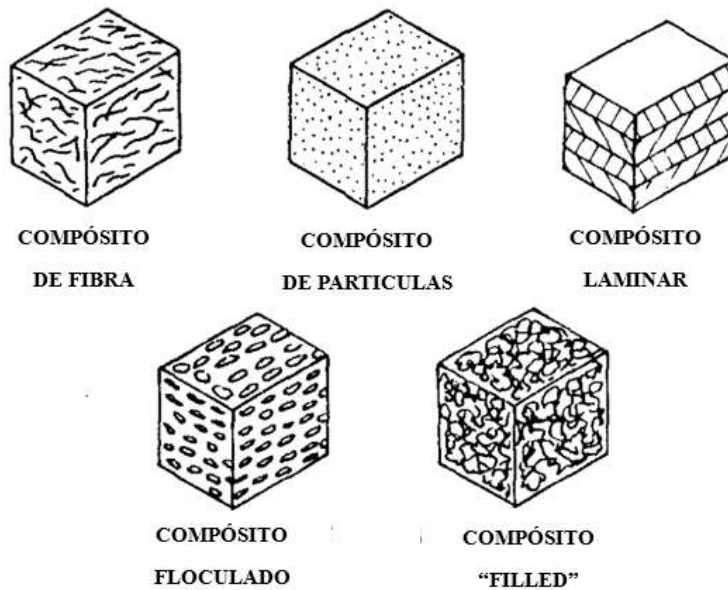
3.1 Compósitos Poliméricos

Atualmente é consenso entre os pesquisadores que inúmeras conquistas tecnológicas recentes, somente tornaram-se viáveis após os adventos dos compósitos. Esta especial classe de matérias possui um amplo campo de aplicação. Um compósito pode ser definido como uma mistura física entre duas ou mais fases. Por tanto entende-se que a característica básica dos compósitos é combinar pelo menos duas vezes distintas que recebem a denominação de matriz e reforço (NETO; PARDINI, 2006). As estruturas básicas de um compósito está presente na Figura 1.

As propriedades físicas, mecânicas e químicas da matriz, o tamanho, a morfologia e a distribuição do reforço e a interface entre os constituintes são fatores importantes nesse sentido. Com base nas matrizes sólidas bem conhecidas (polímeros, cerâmicas, metais e carbono), os materiais compósitos são, em geral, classificados nestas três categorias principais: compósitos de matriz polimérica, compósitos de matriz cerâmica e compósitos de matriz metálica (FITRIA, 2021; NETO; PARDINI, 2006).

Os polímeros atraem a produção industrial por serem materiais leves, com excelentes propriedades com resistência à corrosão e isolamento elétrico, além de outras vantagens. Os compósitos de matriz polimérica são os compósitos mais largamente utilizados, e podem ser confeccionados por diferentes tipos de polímeros contendo diferentes agentes de reforço (FITRIA, 2021; NETO; PARDINI, 2006). Isso melhora as propriedades como rigidez, tensão a ruptura e tenacidade à fratura de materiais compósitos. As fibras reforçadas dos polímeros suportam a carga mecânica. O objetivo da matriz é manter o reforço unidos, transferir cargas entre o reforço e proteger a fase dispersa de danos mecânicos e/ou ambientais. Os polímeros termoplásticos são muito comuns devido às suas boas propriedades mecânicas, excelente resistência a reações químicas e seu menor custo (FITRIA, 2021; SAJAN; PHILIP SELVARAJ, 2021).

Figura 1. Possíveis estruturas obtidas na formação de compósitos:



Fonte: Adaptado Rahman, Khan e Abser (2012)

Os materiais de reforço podem ser de qualquer formato, desde fibras simples e partículas até materiais de camadas complexas e aglomerados que são dispersos dentro de uma matriz polimérica como ilustra a Figura 2.

Figura 2. Classificação das diferentes estruturas possíveis para a formação de compósitos poliméricos: a) particulados, b) fibrosos, e c) lamelares.



Fonte: Martins et al. (2022).

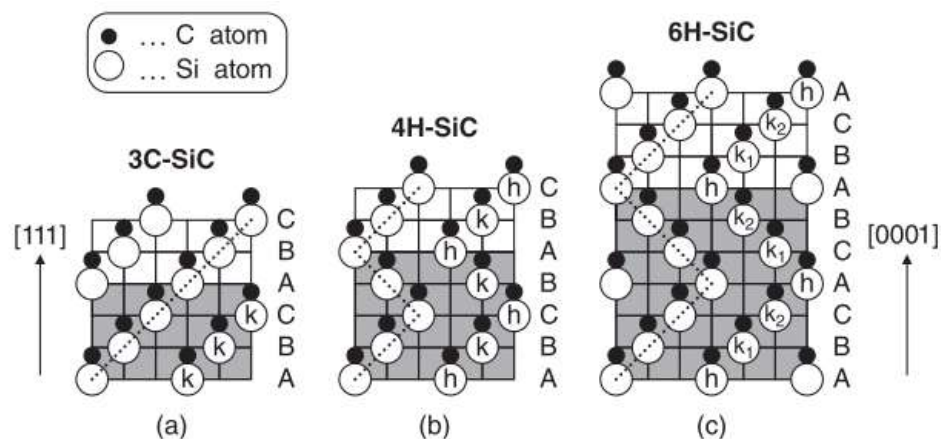
3.2 Carbeto de Silício (SiC)

Em 1982 um peculiar método de síntese foi reportado por um pesquisador, Edward G. Acheson era a primeira vez que um processo de síntese de carbeto de silício (SiC) era descrito e reconhecido; antes disso o SiC em quantidades pequenas já haviam sido produzidas em escala de laboratório, mas nem sempre reconhecido (PHILIP J. GUICHELAAAR, 1997). Raramente o SiC ocorre naturalmente, foi observado pela primeira vez de forma natural em um mineral denominado de Moissanite. O SiC é um dos mais relevantes tipos de carbetos, é reconhecido como um importante material estrutural cerâmico, se destacando perante as outras famílias das cerâmicas devido à combinação única das suas propriedades e aplicações tecnológicas, o mesmo pertence ao grupo das cerâmicas covalentes, com alta dureza e alto ponto de ebulição (KIMOTO e COOPER, 2014).

A principal característica estrutural, que chama atenção no carbeto de silício é o politipismo, em que a estrutura cristalina apresenta variação na sequência de empilhamento, sem variação na estequiometria. Os politipos em SiC são formados quando existem diferenças formadas em cristalografia, atualmente reporta-se mais de 200 politipos e alguns estudos afirmam que uma maior quantidade foi identificada, porém, apenas alguns são estudados (MOHD SOHOR; MUSTAPHA; CHANDRA KURNIA, 2017).

Contudo, embora exista uma grande variedade de estruturas, os principais politipos de SiC são α -SiC e β -SiC, que são descritos na literatura como politipos hexagonais e politipos cúbicos (Figura 1), respectivamente. As ocorrências mais comuns em α -SiC é o 2H-SiC, 4H-SiC e 6H-SiC. Enquanto isso, a estrutura de blenda de zinco do 3C-SiC é majoritariamente sintetizado em β -SiC (MOHD SOHOR; MUSTAPHA; CHANDRA KURNIA, 2017)(KIMOTO; COOPER, 2014; RIEDEL, 2000) .

Figura 3. Esquema dos principais politipos de SiC.



Fonte: Kimoto e Cooper (2014).

Em esforços para descrever o funcionamento dos politipos, pesquisadores em todo o mundo formularam notações; existem variadas notações que podem ser utilizadas para representar os politipos de SiC, porém os principais politipos são descritos usando as notações de Ramsdell, Zhdanov, e Jagodzinski como ilustra a Tabela 1 (KIMOTO e COOPER, 2014).

A notação mais comumente usada, foi introduzida por Ramsdell em 1947, tal notação consiste em: nS. O dígito n denota a menor periodicidade da ordem de empilhamento ao longo do c-eixo (para cristais uniaxiais) ou para carboneto de silício cúbico ao longo da direção cristalográfica [111] a letra S representa o tipo de rede da estrutura C = cúbico; H = hexagonal; R = romboédrico. Nesta nomenclatura, um cristal hexagonal com a ordem de empilhamento “ABC” é designado como 3C-SiC.

Uma alternativa a notação de Ramsdell foi formulada de Jagodzinski, fornecer a informação de hexagonalidade, nomeando o sub-camadas sucessivas hexagonais (h) ou cúbicas (k). Por exemplo: o 3C-SiC seria chamado (k) e 6H-SiC seria chamado de (hkk)₂ com duas sucessivas camadas “hkk”.

Outra notação foi sugerida por Zhdanov, que analisou as estruturas compactas, e determinou um padrão zig-zag ao longo da ordem de empilhamento. O único politipo sem mudança de direção dentro do padrão em zig-zag, torna-se o símbolo do infinito (∞) que é o β -SiC. A Tabela 1. Ilustra as notações sugeridas para o SiC.

Tabela 1. Notações sugeridas para o SiC

Notação Ramsdell	Notação Zhdanov	Notação Jagodzinski
2H	11	H
3C	∞	K
4H	22	Hk
6H	33	Hkk
15R	(32) ₃	Hkkhk

Fonte: Kimoto e Cooper (2014).

O carbeto de silício (SiC) cristaliza em uma grande variedade de estruturas, cada uma das quais apresenta propriedades elétricas, ópticas, térmicas e mecânicas únicas. As propriedades físicas do SiC são assuntos relevantes, que atraem a atenção de pesquisadores e da indústria. SiC é um material muito promissor para dispositivos semicondutores que têm de operar sob condições extremas como: altas temperaturas, altas potências e altas frequências. Devido à boa condutividade térmica, alta resistência à radiação e alta tensão de ruptura, o SiC é bem adequado para aplicações exigentes em ambientes agressivos (KIMOTO; COOPER, 2014; MOHD SOHOR; MUSTAPHA; CHANDRA KURNIA, 2017).

3.3 Poliamida

Desde o fim da segunda guerra mundial as indústrias de materiais se destacaram com a tecnologia dos polímeros sintéticos. As poliamidas são um grupo desses polímeros sintéticos com excelentes propriedades mecânicas. As poliamidas são polímeros que contém o grupo químico amida (-NH-CO-), podendo conter outros grupamentos. Dentre os polímeros de engenharia, as poliamidas são as mais utilizadas devido ao seu excelente equilíbrio entre custo e desempenho (KONDO et al., 2022; SCHOCH, 2005).

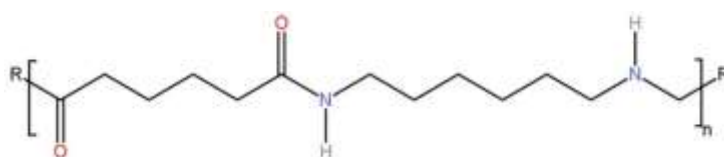
De acordo com Kondo et al. (2022) as principais características das poliamidas são:

- Alta resistência e rigidez;
- Alta fluidez;
- Boa ductilidade a baixa temperatura;
- Barreira alta ao oxigênio;
- Boa relação custo/desempenho;
- Boa resistência química;
- Resistência ao envelhecimento a temperaturas elevadas e longos períodos de tempo.

3.3.1 Poliamida 6,6

A poliamida 6,6 é um polímero semicristalino com alto grau de cristalinidade quando usada em aplicações de fibra. Devido ao seu alto desempenho, a poliamida 6,6 é um dos mais importantes termoplásticos de engenharia (conhecida comercialmente por nylon 6,6), é uma fibra polimérica que possui alto ponto de fusão, rigidez e elasticidade, é resistente ao desgaste, à abrasão e ao calor (KONDO et al., 2022; SCHOCH, 2005). A Figura 4 apresenta a estrutura química da poliamida 6,6.

Figura 4. Estrutura química da poliamida 6,6.



Fonte: Adaptado de Kondo et al. (2022).

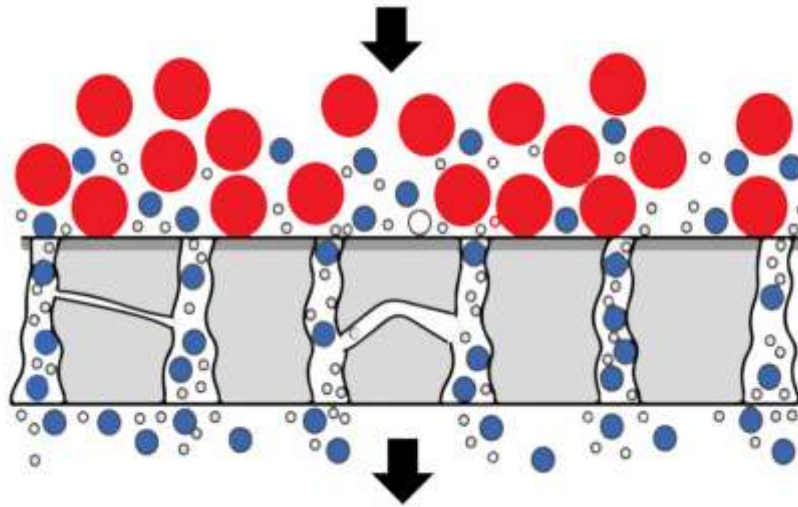
3.4 Processos de Separação por Membranas (PSM)

Atualmente é indiscutível que os processos de separação por membranas (PSM) ganharam um lugar importante na tecnologia química e são utilizadas em uma ampla gama de aplicações. A propriedade chave que é explorada é a capacidade de uma membrana controlar a taxa de permeação de uma espécie química. O conhecimento sobre os PSMs datam o século XVIII, rastreando estudos é possível verificar discussão de cientistas filósofos da época; por exemplo, Abbe Nolet designa a palavra "osmose" para descrever a permeação da água através de um diafragma em 1748. Dito isso, entende-se que o conhecimento sobre os PSM é antigo, mas só em meados da década de 1960 foi que os PSM passaram a ser amplamente estudados e aplicados, industrialmente as membranas sintéticas foram usadas como barreiras seletivas somados aos processos clássicos de separação, como destilação, filtração, centrifugação e outros (BAKER, 2012).

As membranas podem ser definidos como uma barreira seletiva entre duas fases, que restringe total ou parcialmente o transporte de espécies químicas presentes, sendo o termo seletivo inerente a uma membrana ou a um processo de membrana (HABERT, 2006). As membranas podem ser biológicas ou sintéticas, conforme a sua natureza química; as membranas sintéticas são classificadas em orgânicas e inorgânicas. A propriedade das membranas que permite o fracionamento de moléculas e a separação de substâncias como sendo um meio filtrante é a porosidade. Os PSM possuem diferentes seletividades sob diferentes condições operacionais, e são amplamente explorados para concentrar, fracionar e purificar soluções diluídas.

A separação ocorre porque a membrana tem habilidade de permitir a permeação de alguns componentes mais eficientemente do que de outros. Esse fenômeno dá-se por conta de diferenças em propriedades e características entre membrana e componentes a serem permeados. A permeação através da membrana é possível pela existência de uma força motriz que vai influenciar os componentes da mistura, resultando na permeação ou não permeação de componentes (BAKER, 2012). A Figura 5 ilustra um esquema de permeação através de membrana, onde a parte da corrente de alimentação que permeia a membrana é denominada como permeado, já a parcela que não atravessa é referida como concentrado ou não-permeado.

Figura 5. Representação do fluxo no processo de separação por membranas.

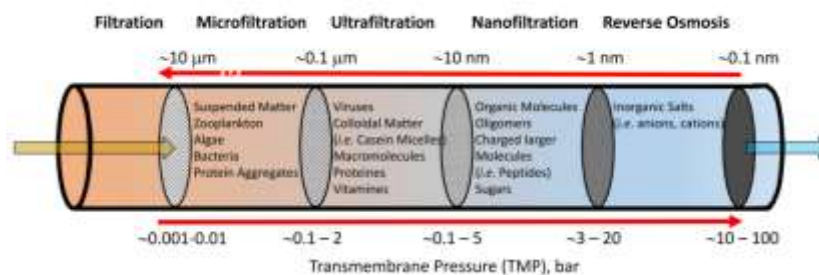


Fonte: Adaptado de Hydrogroup (2023).

Com a compreensão e evolução de técnicas no preparo de membranas sintéticas, foi possível obter PSM com diferentes seletividades. Segundo Baker (2012) para que um processo de separação por membranas ocorra é necessário a aplicação de uma força motriz (gradiente de pressão, concentração, potencial elétrico, entre outros).

A filtração é um processo que permite eliminar impurezas que tendem a se acumular em algum meio, seja ele líquido ou gasoso. Atualmente, entre os meios filtrantes mais utilizados estão as membranas; o processo de membrana acionada por pressão é o processo de separação de membranas mais desenvolvido e mais amplamente utilizado, podem ser divididos pelo tamanho dos poros das membranas que utilizam. O conjunto de processos que utilizam pressão como força motriz é: Microfiltração (MF), Ultrafiltração (UF), Nanofiltração (NF) e Osmose inversa (OI) (ABETZ, BRINKMANN e SOZBILIR, 2021; LI et al., 2021). A Figura 6 apresenta uma classificação da aplicabilidade dos diferentes processos de separação de membranas com base em suas partículas, tamanho dos poros e tamanhos moleculares.

Figura 6. Diferentes regimes de separação de membranas.

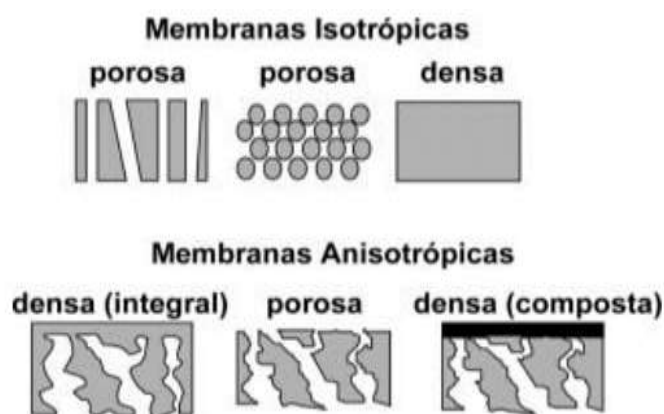


Fonte: Adaptado de Abetz, Brinkmann e Sozbilir (2021).

3.4.1 Morfologia da Membrana

Para produzir membranas, utiliza-se materiais poliméricos, cerâmicos e metálicos. As membranas podem ser classificadas em duas categorias: densas ou porosas; de acordo com as características da superfície da membrana. Em relação à morfologia, podem ou não apresentar as mesmas características morfológicas ao longo de sua espessura, no primeiro caso quando possuem a mesma característica morfológica são denominadas isotrópicas e no segundo anisotrópicas (BAKER, 2012). A Figura 7 apresenta um esquema dos diferentes tipos de morfologias das membranas.

Figura 7. Diferentes tipos de morfologia das membranas.



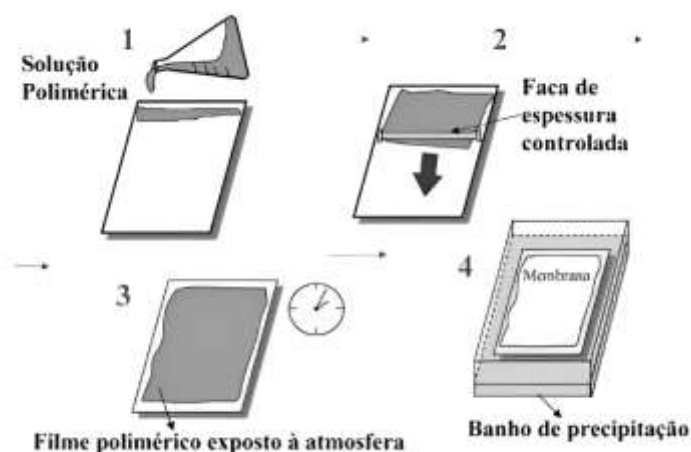
Fonte: Habert et al. (2006).

3.4.2 Inversão de Fase

A técnica de inversão de fase é a mais utilizada para produção de membranas poliméricas microporosas; tal técnica caracteriza-se pela desestabilização de uma solução polimérica obtida através da indução do estado de supersaturação na mesma, promovida por alterações, em sua natureza química, composição, temperatura ou pressão. Segundo Habert et al. (2006) a inversão de fase pode ser obtida de várias maneiras: precipitação térmica, precipitação por evaporação de solvente, precipitação na presença de vapores ou através de precipitação por imersão.

A técnica de precipitação por imersão, caracteriza-se por precipitar uma solução polimérica, na forma de filme espalhado ou de uma fina película oca extrusada, num banho de não-solvente (HABERT, 2006). A Figura 8 apresenta o esquema da obtenção de uma membrana plana pelo processo de imersão por precipitação.

Figura 8. Esquema de uma membrana obtida pelo processo de imersão-precipitação.



Fonte: Habert et al. (2006).

3.5 Corante Têxtil

A humanidade conhece o processo de pigmento a milênios, fontes históricas remontam a existência da indústria tingimento têxtil há mais de 4000 anos; os corantes podem ser definidos como um grupo de materiais chamados colorantes, que são compostos orgânicos capazes de colorir substratos têxteis ou não têxteis e são caracterizados por absorverem luz na região do UV visível. Mesmo com os recentes avanços na área de pigmentação que inclui o uso de líquidos iônicos, os corantes ainda representam a maioria das aplicações apresentando maior demanda de uso industrial e certas vantagens como acessibilidade, viabilidade econômica, afinidade com o material têxtil e coloração uniforme (BENKHAYA; M' RABET; EL HARFI, 2020; BIANCHINI et al., 2015).

A classificação dos corantes têxteis tornou-se essencial devido ao notável aumento no tipo e número de corantes. A classificação estrutural destes corantes pode ser determinada pelos seguintes grupos funcionais: Antraquinona, azo, ftalocianina, enxofre, índigo, nitro, nitroso, etc (BENKHAYA; M' RABET; EL HARFI, 2020).

As águas residuais têxteis são um dos piores poluidores das nossas valiosas e indispensáveis ecologias de água e solo. Além da maioria dos corantes apresentar toxicidade, os corantes causam inúmeros problemas aos seres vivos, tratando-se da saúde humana, a ingestão desses corantes pode causar câncer, alergia, dermatite e mutagênese, entre outros problemas de saúde. Assim, diversas técnicas são aplicadas para resolver este problema. Algumas dessas técnicas são floculação, tratamento biológico, processo de oxidação avançado, adsorção e processamento de separação por membrana (BERA; GODHANIYA; KOTHARI, 2022; CRINI; LICHTFOUSE, 2019; OYARCE et al., 2021).

3.6 Estado da Arte

Mo et al. (2008) em um estudo testou cinco tipos diferentes de corantes e três outros materiais, como PVA, NaCl e Na₂SO₄, que são mais frequentemente encontrados nas águas residuais de tingimento, os mesmos foram usados para produzir águas residuais de tingimento artificial. Foram usadas membranas compostas de poliamida e de nanofiltração obtidas por meio de uma técnica de polimerização interfacial. A água residual de tingimento artificial foi preparada dissolvendo 1000 ppm de Direct Red 75, 500 ppm de PVA, 250 ppm de NaCl e 750 ppm de Na₂SO₄ em água destilada em temperatura elevada. Os autores chegaram à conclusão que os corantes podem ser separados de suas soluções aquosas de forma eficaz pelo processo de separação por membrana usando membranas compostas de nanofiltração PA. As membranas nanofiltração são suficientemente boas para separar vários corantes diferentes, como Direct Red 75, 80 e 81, e Direct Yellow 8 e 27, cujo peso molecular é superior a 500 g/mol. A taxa de rejeição para todos os corantes usados neste estudo foi quase superior a 99,5%.

BASIRI et al. (2011) em seu artigo explora a construção de um novo tipo de membrana nanofibrosa para a purificação de corantes de resíduos têxteis. Uma membrana fibrosa de nylon que foi preparada e usada como material de membrana para o tratamento e filtragem de água devido à sua excelente resistência química e térmica e alta molhabilidade. Os resultados mostraram que a membrana continha nanofibras com um diâmetro médio de 211 nm. Os experimentos foram realizados com o corante Direct yellow 12 como um poluente típico. O efeito do tempo de revestimento, da pressão transmembrana e de dois métodos diferentes de pré-tratamento foi investigado, e observou-se que, com a aplicação de 150 ppm de material coagulante a 0,75 bar de pressão, foi obtida uma eficiência de filtragem de 98%.

EL-GENDI et al. (2016) concentraram-se no desenvolvimento da membrana de PA-6 para a remoção de cobre. A membrana adsorvente de PA-6 foi preparada usando o método de inversão de fase úmida. A solução de polímero dissolvida em 20 p% em ácido fórmico foi moldada em uma placa de vidro usando um aplicador de filme a $20 \pm 2^\circ\text{C}$ e o tempo de evaporação foi de 1 minuto. Os resultados obtidos no estudo mostraram que os íons de cobre que foram adsorvidos nas membranas de poliamida podem ser efetivamente dissolvidos em uma solução de sal de sódio Di-ácido etileno dinitrilotetra acético (Na₂EDTA) a partir da concentração inicial (até 92% de eficiência de dessorção) e as membranas de PA-6 podem ser reutilizadas (até 92% de eficiência de dessorção) e as membranas de PA-6 podem ser reutilizadas quase sem perda da capacidade de adsorção de íons de cobre. Os resultados

obtidos no estudo sugerem que as membranas de PA-6/H₂O podem ser aplicadas com eficácia para a remoção por adsorção de íons de cobre de soluções aquosas.

(Yalcinkaya, Yalcinkaya e Hruza (2019) estudaram uma membrana de de nanofibra de PA6 que foi preparada usando o método de eletrofiação. Com diferentes métodos de adesão foram usados para melhorar as propriedades mecânicas das membranas. As membranas foram caracterizadas com imagens de microscópio eletrônico de varredura, tamanho dos poros e medições de ângulo de contato. Em conclusão os autores relatam que a membrana híbrida de nanofibra PA6 parece promissora para o tratamento de águas residuais. Porém, parece ser necessário ajustar a propriedade anti-incrustante da membrana.

ELHADY et al. (2020) analisaram a filtração por osmose inversa (OI) cde uma membrana composta de filme fino (TFC) de poliamida (PA) que foi usada no tratamento de emulsão de águas residuais de óleo comestível. A membrana PA-TFC foi caracterizada por meio de testes mecânicos, térmicos, químicos e físicos. A morfologia da superfície e as seções transversais das TFCs foram caracterizadas por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os resultados obtidos mostraram que a membrana composta de filme fino dapresentou bons resultados no tratamento de águas residuais oleosas produzidas na indústria de óleo comestível. A remoção de turbidez e remoção de óleo em um fluxo fixo foi obtida usando OI e um sistema híbrido de unidade de adsorção. A filtração por membrana usando uma membrana de osmose reversa foi conduzida para remover óleo comestível e sólidos suspensos de águas residuais oleosas. Foi concluído que é possível obter um fluxo mais alto e um melhor desempenho da membrana usando uma filtragem de membrana de OI acoplada a uma unidade de carvão ativado. Uma concentração de óleo de até 6000 mg/L pode ser efetivamente melhorada para 99,9%.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

4.1.1 Carbetto de Silício (SiC)

O carbetto de silício (SiC) utilizado como partícula inorgânica para preparação das membranas híbridas, adquirido pela Treibacher Schleifmittel Brasil, segundo o fabricante o material possui o tamanho médio de partícula 0,4-0,6 μm e 96,0 % pureza.

4.1.2 Fibra Sintética Residual de Poliamida

A matriz polimérica utilizada foi obtida a partir da fibra sintética de poliamida (PA66), proveniente de resíduos descartados de uma indústria produtora de fios de *nylon* para reforço de pneus e produtos de borracha. O material polimérico foi disponibilizado por uma indústria localizada em Camaçari – BA.

4.1.3 Solventes

Foram utilizados dois solventes para solubilizar a poliamida e misturar os inorgânicos nas soluções híbridas durante o preparo das membranas:

- Ácido fórmico - AF (85%) é um ácido orgânico monocarboxílico, sua fórmula é CH_2O_2 , com massa molecular média de $46 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$, fabricado pela Vetec produtos para laboratório Ltda.
- Ácido clorídrico – HCl (37%) é um ácido inorgânico, sua fórmula é HCl, com massa molar média de $36,5 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$, fabricado pela Neon produtos para laboratório Ltda.

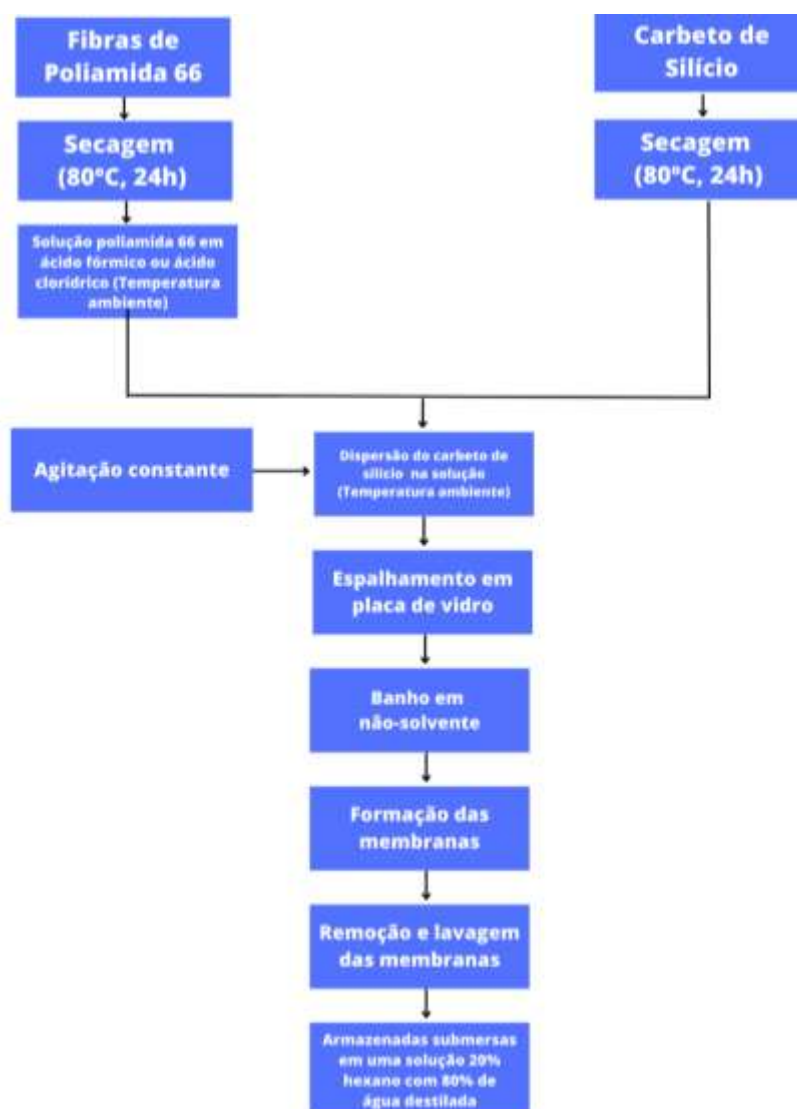
4.1.4 Sal Inorgânico

O composto inorgânico salino utilizado como aditivo foi o cloreto de magnésio, sólido cristalino incolor, de fórmula química MgCl_2 , com massa molar média de $95,211 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$, fabricado pela Dinâmica química contemporânea Ltda. O mesmo foi usado com o objetivo de atuar como agente porogênico, promovendo a formação e aumento dos poros das membranas microporosas.

4.1.5 Preparação das Membranas

O processo de preparação das membranas está sumarizado na Figura 9. As fibras sintéticas de PA66 e os aditivos utilizados SiC e MgCl₂, foram secos em uma estufa a 80 °C por 24 h antes de misturá-los em HCl e AF para iniciar a preparação das soluções. Conforme descrição na Tabela 2, as quantidades de cada material utilizados foram baseadas na literatura, estipulou-se o teor de 20% para os sólidos (SiC e PA66) e 80% do solvente, a fim de se obter a composição das suspensões para produzir as membranas híbridas. A dissolução das fibras sintéticas de PA66, o MgCl₂, e híbridos com 3% em peso de SiC em HCl e AF foi auxiliada por agitadores magnéticos por um período de aproximadamente 2 h na temperatura ambiente (32 ± 2 °C) e umidade relativa do ar a 50%, conforme visto na Figura 10.

Figura 9. Fluxograma de preparação das membranas



Fonte: Autor, 2023.

Tabela 2. Composição das membranas de poliamidas seus híbridos.

Membranas	PA66(g)	SiC(g)	HCl(g)	AF(g)	MgCl₂(g)
PA66-AC	10	-	40	-	1
PA66-AC H	9,4	0,6	40	-	1
PA66-AF	10	-	-	40	1
PA66-AF H	9,4	0,6	-	40	1

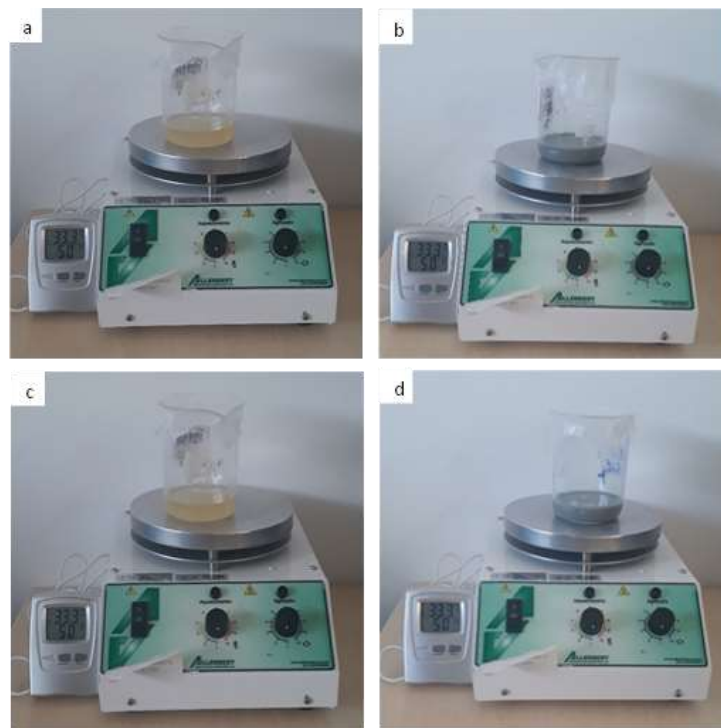
*PA66-AC = Poliamida 6,6 produzida com ácido clorídrico;

PA66-AF = Poliamida 6,6 produzida com ácido fórmico;

PA66 = Poliamida 6,6; H = Híbrido.

Fonte: Autor, 2023.

Figura 10. Preparação das soluções de PA66 pura e seus híbridos com a adição de MgCl₂ para obtenção das membranas: a) PA66-AC, b) PA66-AC|H c) PA66-AF, d) PA66-AF|H



Fonte: Autor, 2023.

As soluções preparadas foram espalhadas com o auxílio de bastões de vidro em placas de vidro, e logo em seguida foram colocadas imediatamente em um banho de água, de forma que as placas ficassem completamente submersas em água na temperatura ambiente (31 ± 2 °C), observada por medição realizada por um termômetro. Este procedimento foi realizado em uma capela de exaustão. As membranas permaneceram no banho até que sua precipitação fosse totalmente concluída. Logo após, foram removidas das placas, lavadas e posteriormente

submersas em uma mistura de 10% de hexano com 90% de água para evitar que houvesse o colapso dos poros das membranas.

4.1.6 Corante Têxtil

O corante têxtil utilizado para produção do efluente sintético é o corante comercial Tupy Vermelho 15, com coloração intensa vermelho brilhante. De acordo com fabricante Indústria e Comércio de Corante Tupy Ltda, o corante Vermelho 15 é um corante azo atóxico.

4.2 Caracterizações dos Materiais e das Membranas

4.2.1 Difração de raios X

A análise foi feita no carvão de silício. O equipamento utilizado foi um difratômetro de raios-X modelo XRD-6000 da Shimadzu com radiação α do cobre e varredura de 5 a 80°, localizado no Laboratório de Caracterização de Materiais da Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande (LCM/UAEMA/UFCG). Posteriormente o SiC foi analisado no *software HighScore Plus* e foi obtido o *Powder Diffraction File (PDF)* da amostra de SiC, retirado da base de dados da *Crystallography Open Database (COD)*.

4.2.2 Distribuição granulométrica

Para realização dessa análise foi utilizado um analisador de tamanho de partículas por difração a laser (granulômetro) da Mastersizer marca Malvern Instrumentns, modelo 2000. Neste método é combinada a relação proporcional entre a difração do laser e a concentração e tamanho de partículas. Esse ensaio foi feito para o carvão de silício, realizado no LCM/UAEMA/UFCG.

4.2.3 Envelhecimento termooxidativo

O envelhecimento termooxidativo foi realizado em uma estufa de secagem sem circulação de ar (Limatec) em 140°C, as características analisadas nas amostras foram perda de massa e aspecto superficial por Microscopia Ótica (MO), para isso foi utilizado um

Microscópio USB Ótico – *Hanz* para analisar a superfície das membranas. A coleta das amostras aconteceu em intervalos de tempo de 0, 360 e 720 h. A massa perdida foi calculada de acordo com a Equação 1; o ensaio foi realizado no Laboratório de Caracterização de Materiais de Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Recôncavo da Bahia (LACAM/CETENS/UFRB).

$$Massa\ perdida(\%) = \left[\frac{(M_i - M_f)}{M_i} \right] \times 100\% \quad (1)$$

Onde M_i e M_f são as massas das membranas inicial e após o tempo de teste, respectivamente.

4.2.4. Ponto de Bolha

O método do ponto de bolha foi utilizado para medir poros com tamanho acima de 50 nm e é padronizado pela ASTM INTERNATIONAL F316-03 (2014) e com isso obter o raio máximo dos poros presente na membrana. O método consiste na medida da pressão necessária para fazer escoar um gás (ar ou N_2) através de uma membrana cujos poros se encontram preenchidos por um líquido. Esse ensaio foi realizado no LACAM/CETENS/UFRB.

O raio máximo dos poros por meio do teste do ponto de bolha pode ser determinado através da Equação 2 (EBRAHIMI; KUJAWSKI; FATYEYEVA, 2022).

$$Rp_{m\acute{a}x} = \frac{2 \sigma \cos \theta}{\Delta P} \quad (2)$$

Onde, $Rp_{m\acute{a}x}$ é o raio do poro, admitido que possui forma cilíndrica; σ é a tensão superficial; θ é o ângulo de contato e ΔP é a diferença de pressão entre os dois lados da membrana.

4.3.5 Absorção de água

A capacidade de absorção de água foi realizada colocando as membranas com diferentes massas em contato com água. O sistema foi mantido a uma temperatura de $24\text{ }^\circ\text{C} \pm 1$. As membranas foram pesadas antes e após 24 h de absorção de água. O experimento foi realizado em triplicata. A porcentagem do conteúdo de água foi medida pela diferença de

peso entre as membranas secas e úmidas, expresso através da Equação 3 (BAGHERIPOUR; MOGHADASSI; HOSSEINI, 2016).

$$\text{Absorção de Água}(\%) = \left[\frac{(W_w - W_d)}{W_w} \right] \times 100\% \quad (3)$$

Onde W_w e W_d são as massas da membrana úmida e seca, respectivamente. As medições foram feitas e os valores médios foram relatados para minimizar os erros. Esse ensaio foi realizado no LACAM/CETENS/UFRB.

4.3.6 Porosidade

A porosidade foi determinada pela imersão das membranas em água durante 24 horas. Onde foi levado em consideração a massa inicial da membrana, a massa absorvida da água, o volume relativo da membrana e a densidade do líquido penetrante que é a água. O experimento foi realizado em triplicata, expresso pela Equação 4 (EBRAHIMI; KUJAWSKI; FATYEYEVA, 2022).

$$\varepsilon = \left[\frac{(W_w - W_d)}{V_m \rho_a} \right] \quad (4)$$

Onde W_w e W_d são as massas da membrana úmida e seca, respectivamente; $V_m (cm^3)$ é o volume da membrana e $\rho_a (gcm^{-3})$ a densidade da água em 25°C. Esse ensaio foi realizado no LACAM/CETENS/UFRB.

4.3.7 Ângulo de Contato

A análise do ângulo de contato (AC) das membranas foi realizada em um Medidor de Ângulo de Contato, fabricado pela Alcalitech Fabricação de Aparelhos e Equipamentos de Medida, Modelo AGC 001. A gota foi formada manualmente por meio de um dosador micrométrico, a imagem da gota foi captada pela câmera embutida no equipamento, onde foi analisada no software. O ângulo de contato foi definido como o ângulo formado entre a interface sólido/líquido. Os ângulos de contatos foram obtidos no Laboratório de Pesquisa em

Ciências Ambientais do Departamento de Engenharia Sanitária e Ambiental do Centro de Ciências e Tecnologia da Universidade Estadual da Paraíba (LAPECA/DESA/CCT/UEPB).

4.3.8 Medidas de Fluxo

Para os ensaios de medidas de fluxo contínuo da água, utilizou-se uma célula de filtração perpendicular, Figura 11, acoplada a um sistema de filtração, utilizado para medir o permeado. As membranas foram submetidas aos testes de permeabilidade na pressão de 1,0 bar. As coletas do permeado aconteceram num intervalo de 1 min, por um período total de 60 min para cada membrana totalizando 60 coletas. As medidas de fluxo dos efluentes foram realizadas na mesma célula de filtração perpendicular. As medidas de fluxo da água foram realizadas no LACAM/CETENS/UFRB.

A permeabilidade hidráulica está associada à característica intrínseca da membrana. A partir dos resultados obtidos foi possível traçar perfis reais das medidas de fluxo das membranas e, posteriormente, escolher os melhores resultados para testar a eficiência destas membranas na separação do contaminante presente no efluente

Figura 11. Sistema de medidas de fluxo de água.



Fonte: Autor, 2023.

O desempenho das membranas pode ser avaliado através do fluxo do permeado e da seletividade de um determinado soluto presente na solução de alimentação. O fluxo mássico (J) para as membranas com PA pura com diferentes ácidos e PA com 3% de SiC foi determinado através da Equação 5.

$$J = \frac{\text{Volume do permeado (L)}}{\text{Tempo (h)} \times \text{Área da membrana (m}^2\text{)}} \quad (5)$$

4.3.9 Raio Médio de Poros

A Equação utilizada para encontrar o Raio Médio dos Poros é a Guerout-Efford-Ferry (BAGHERIPOUR; MOGHADASSI; HOSSEINI, 2016), em que η é viscosidade da água ($8,9 \times 10^{-4}$ Pa.s); l é a espessura média de cada membrana (m), que foi mensurada usando um micrometro Asimetro Outside MIC; Q é o fluxo do permeado em ($m^3.s^{-1}$); ε é a porosidade (adimensional) determinada pela Equação 4 ; P é a pressão de operação transmembrana (Pa) e A se trata da área da membrana (m^2), podendo ser visualizada a Equação 6:

$$\text{Raio Médio dos Poros} = \sqrt{\frac{8\eta l Q (2,9 - 1,75\varepsilon)}{\varepsilon P A}} \quad (6)$$

4.3.10 Retrolavagem das Membranas

Cada experimento de retrolavagem consistiu em diferentes etapas que incluíram: fluxo inicial de água pura, enxágue com água para remover material residual e após o fluxo final de água pura. O processo foi realizado no sistema ilustrado na Figura 11. As membranas foram submetidas aos testes de permeabilidade na pressão de 1,0 b bar com o poluente, as coletas do permeado foram realizadas num intervalo de 3 min, por um período total de 30 min para cada membrana totalizando 10 coletas. O tempo de retrolavagem e pressão escolhidos foram baseado na literatura: 1 minutos com pressão de 1,5 bar (CHANG et al., 2017). Logo após as membranas foram novamente submetidas aos testes de permeabilidade na pressão de 1,0 bar com o poluente. Foi calculado o volume de água gasto de acordo com a Equação 7:

$$\text{Água utilizada} = \frac{V_R}{V_T} \quad (7)$$

Onde V_R e V_T são as massas de água proveniente da retrolavagem e do fluxo total durante 30 min, respectivamente.

A eficiência da retrolavagem foi mensurada de acordo com a Equação 8:

$$\eta = \frac{Lp}{Lp_0} \times 100\% \quad (8)$$

Onde Lp é o fluxo após a retrolavagem dividido pela pressão de permeação, Lp_0 é o fluxo da retrolavagem dividido pela pressão de retrolavagem.

4.3.11 Concentração do Corante Têxtil

As análises de absorvância do efluente contendo corante têxtil após ensaio de permeação e retrolavagem foram feitas usando um espectrofotômetro UV-vis KASUAKI, modelo IL – 593 – BI. Inicialmente o corante foi caracterizado em diferentes concentrações obtendo seu espectro de absorção: de 50 mg.L⁻¹, 100 mg.L⁻¹, 200 mg.L⁻¹, 300 mg.L⁻¹, 400 mg.L⁻¹ e 500 mg.L⁻¹; e logo após uma curva de calibração foi obtida. As medidas de absorvância foram realizadas no LACAM/CETENS/UFRB.

4.3.12 Seletividade das Membranas

A seletividade das membranas foi estimada pelo coeficiente de rejeição (R%) ou rendimento, calculado com base no quociente das concentrações de óleo no permeado (C_p) e na alimentação (C_0) expresso através da Equação 9.

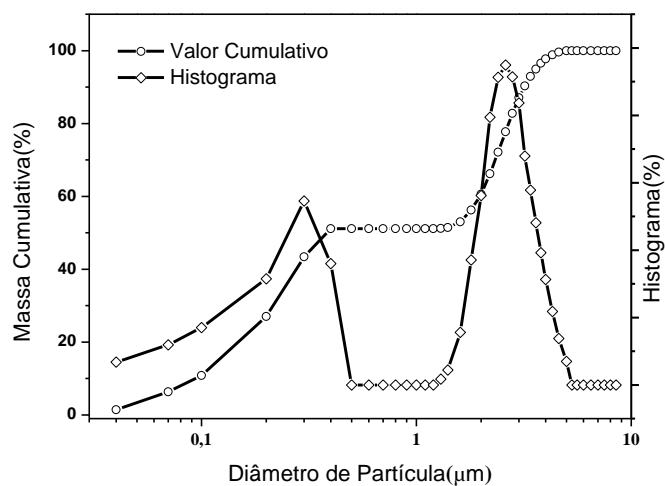
$$R(\%) = \left[\frac{(C_p - C_0)}{C_0} \right] \times 100\% \quad (9)$$

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Distribuição granulométrica

A Figura 12 apresenta a distribuição granulométrica das partículas do pó de carbetto de silício passado na peneira de malha 200. A distribuição do tamanho de partículas é do tipo bimodal com larga faixa de distribuição e apresenta diâmetro médio das partículas em torno de 1,38 μm . A faixa de distribuição se estende de 0,04 μm até aproximadamente 5 μm . E cerca de 60,6% em massa das partículas acumulada apresentam tamanhos menores que 2 μm . As informações obtidas destes resultados mostram que o tamanho das partículas destoa do indicado pelo fabricante. Além disso, 10% das partículas possui diâmetros menores do que 0,09 μm , 50% das partículas apresentou diâmetros menores do que 0,38 μm e 90% das partículas com diâmetros menores do que 3,18 μm . E importante descartar que ao inserir o SiC na matriz de PA66 busca-se gerar um porosidade, sabe-se que quanto mais estreita a distribuição apresentada pela curva para diâmetro de partículas maior homogeneidade no que se refere à distribuição, tamanho e geometria dos poros da membrana.

Figura 12. Distribuição granulométrica do carbetto de silício.



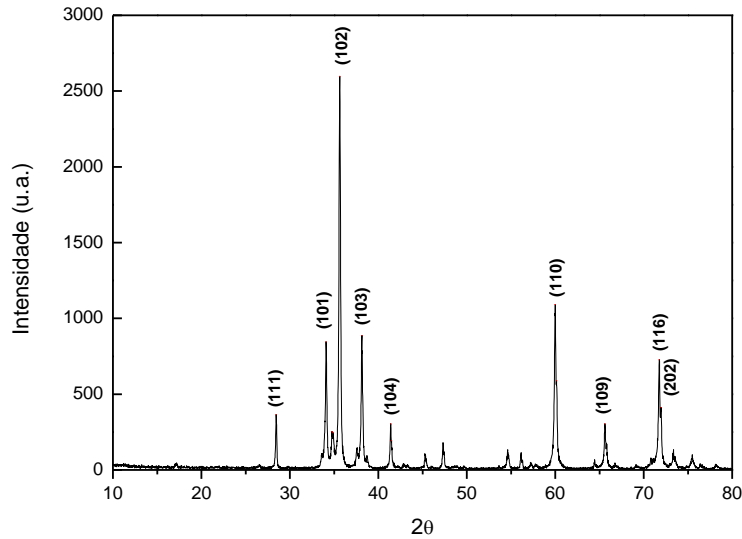
Fonte: Autor, 2023.

5.2 Difração de Raio – X

A difração de raios X da amostra SiC é exibido na Figura 13. O material possui uma considerável cristalinidade, sendo composto majoritariamente por uma única fase. A fase dos cristais de SiC pode ser identificado pelos planos de difração (101), (103) em torno do pico

mais intenso de difração (102). Todas as reflexões observadas podem ser indexadas em simetria, com espaçamentos interplanares relatados na literatura para o politipo: SiC-6H (PDF – 96-901-0159) (AGUILAR; RODRÍGUEZ; HINOJOSA, 2001; WEJRZANOWSKI et al., 2021).

Figura 13. Difração de Raio-X do SiC

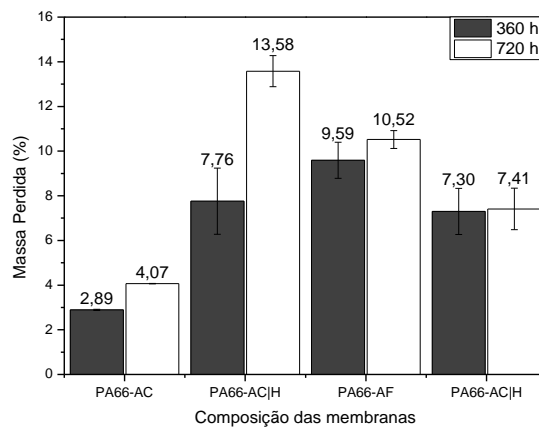


Fonte: Autor, 2023.

5.3 Envelhecimento termooxidativo

A Figura 14 ilustra os resultados obtidos para o teste de envelhecimento para as membranas. Foi realizada uma Memória de Cálculo da massa perdida e adicionada em anexo.

Figura 14. Teste de envelhecimento termooxidativo 140 °C a) PA66-AC, b) PA66-AC|H c) PA66-AF, d) PA66-AF|H.



Fonte: Autor, 2023.

Nota-se a influência dos ácidos na resistência térmica das membranas. As membranas produzidas com ácido clorídrico como PA66-AC foram as que apresentaram menor perda de massa, para 360 h a membrana exibiu perda de $(2,93 \pm 0,03)$ %, e para 720h demonstrou uma perda de $(4,07 \pm 0,01)$ %; mas o seu par híbrido PA66-AC|H perdeu em 360 h cerca $(7,76 \pm 1,48)$ % de massa e ao alcançar 720 h a sua massa perdida foi de $(13,58 \pm 0,70)$ %.

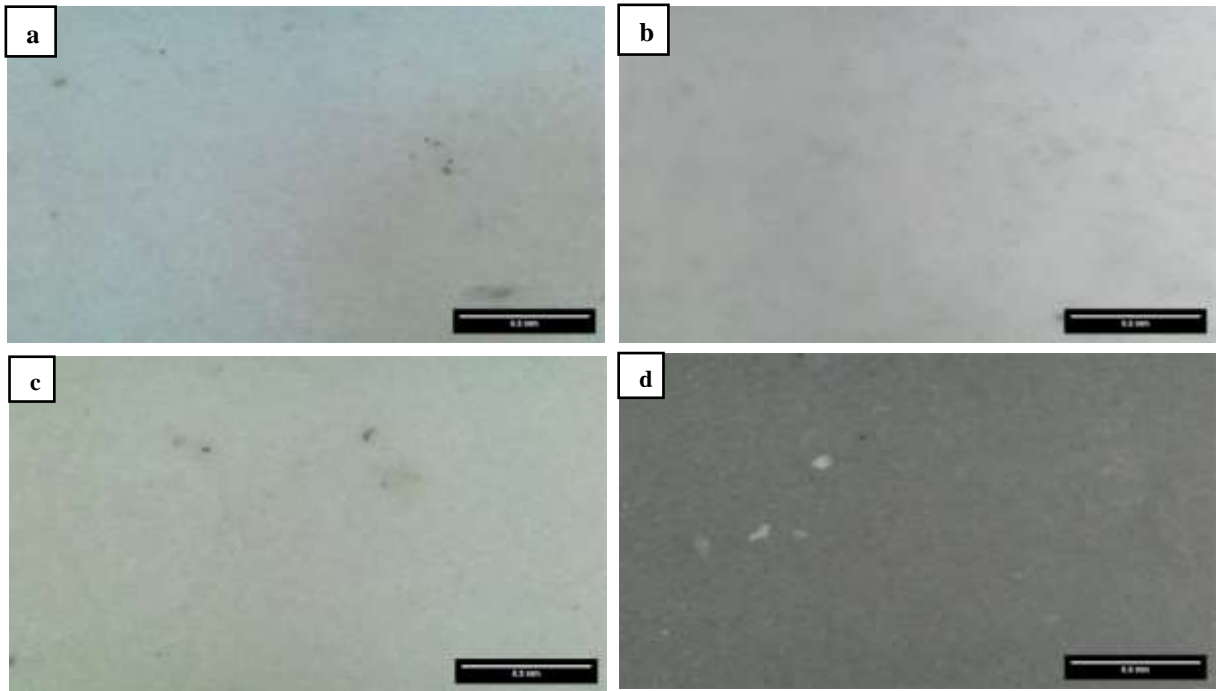
Para a membrana de PA66-AF foi constatada uma perda de massa de $(9,59 \pm 0,81)$ % para o tempo de 360 h, ao alcançar as 720 h à membrana de PA66-AF perdeu $(10,52 \pm 0,40)$ %; a membrana híbrida com ácido fórmico a PA66-AF|H para 360 h e 720 h apresentou uma diminuição de massa de $(7,30 \pm 1,03)$ % e $(7,41 \pm 0,93)$ % respectivamente.

Os aspectos visuais das membranas antes de serem submetidos aos testes podem ser observados nas na Figura 15. A Figura 16 já apresenta as membranas após 360 h, a membrana PA66-AF presente na Figura 16c apresenta manchas amareladas, que estão presentes em todas as amostras que sofreram com 720 h com estresse térmico conforme a Figura 17. O amarelamento em poliamidas é uma coloração comum que está ligada à degradação pirolítica (BENADUCCI; BRANCIFORTI, 2016).

A razão pela qual as membranas, em particular a membrana pura de PA66-AF e a membrana híbrida de PA66-AC|H, apresentam as maiores taxas de perda de massa não está clara. Era de se esperar que a membrana híbrida oferecesse maior resistência ao estresse térmico, porém, alguns fatores, como a porosidade das membranas, a dissolução da fibra PA66 e a possível presença de aditivos na própria fibra, podem estar impedindo uma conclusão mais definitiva.

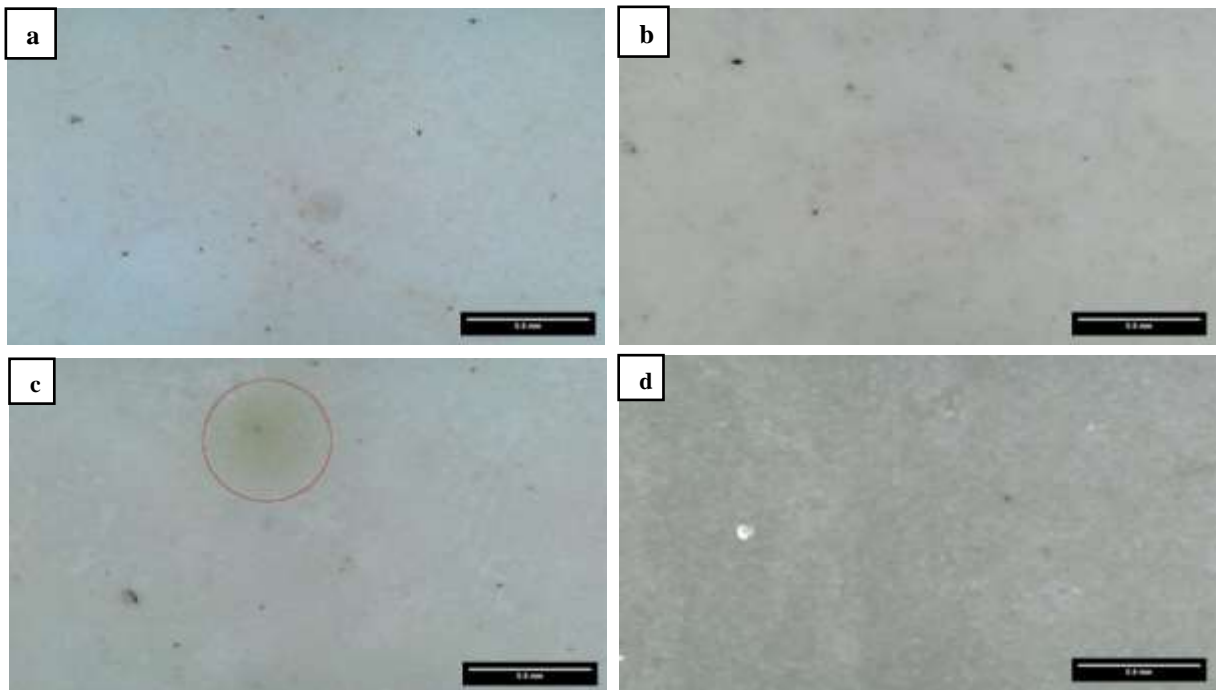
A falta de clareza quanto a esses resultados pode estar associada a limitações experimentais. É necessário realizar uma análise mais aprofundada para compreender completamente os fatores subjacentes a essas observações e determinar se outras variáveis, como o processo de fabricação da fibra e os aditivos que a acompanham ou adição do particulado inorgânico nas membranas, têm um papel significativo nesse comportamento.

Figura 15. MO das membranas em 0 h: a) PA66-AC, b) PA66-AC|H c) PA66-AF, d) PA66-AF|H. Aumento de 1000x.



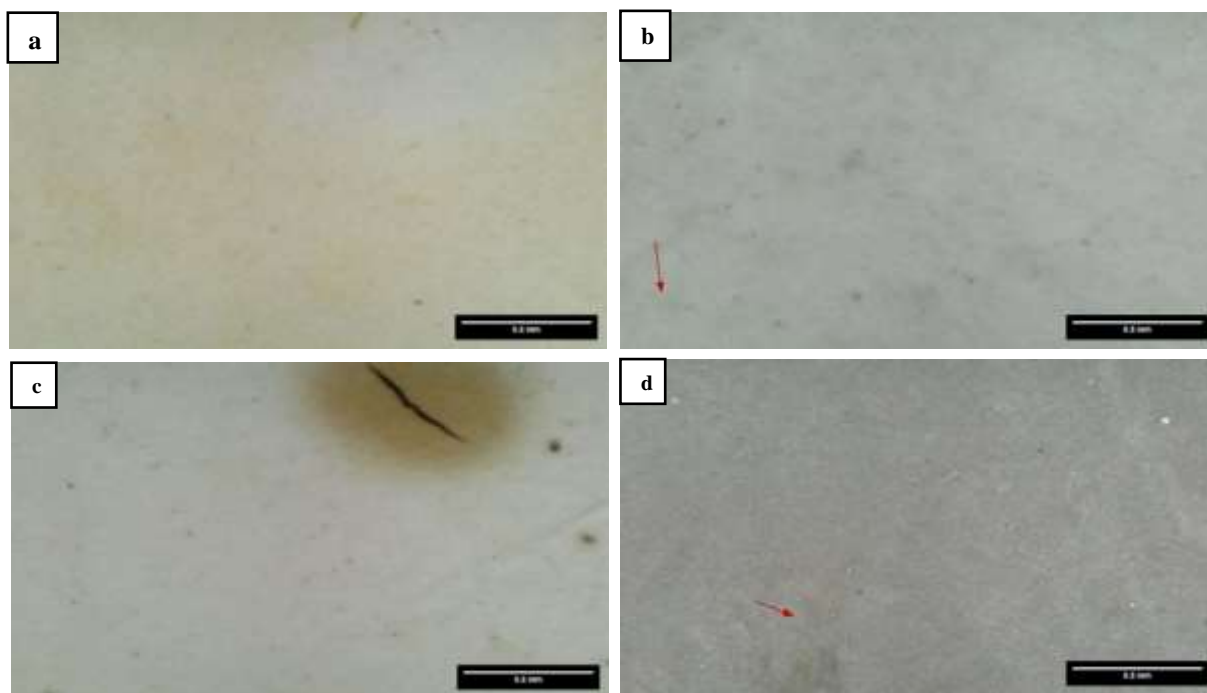
Fonte: Autor, 2023.

Figura 16. MO das membranas em 360 h de estresse térmico: a) PA66-AC, b) PA66-AC|H c) PA66-AF, d) PA66-AF|H. Aumento de 1000x.



Fonte: Autor, 2023.

Figura 17. MO das membranas em 720 h de estresse térmico: a) PA66-AC, b) PA66-AC|H c) PA66-AF, d) PA66-AF|H. Aumento de 1000x.



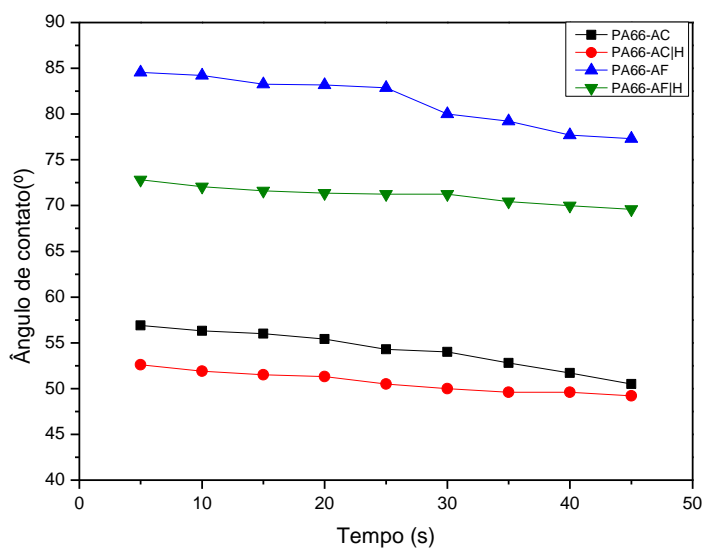
Fonte: Autor, 2023.

5.4 Ângulo de contato

A hidrofiliicidade da membrana foi avaliada pela medição do ângulo de contato (AC). Uma superfície é hidrofílica quando o AC é menor que 90° e hidrofóbica a partir de 90° , super hidrofílica quando se aproxima de 0° e superhidrofóbica acima de 150° . A Figura 18 demonstra como as membranas de poliamida 6,6 se comportaram com uso de diferentes solventes e adição de SiC.

Nota-se que as membranas puras apresentaram valores de ângulo de contato (AC) superiores quando comparadas às suas contrapartes híbridas. A membrana PA66-AF, em particular, registrou o maior ângulo de contato, provavelmente devido à baixa rugosidade em sua camada superficial. No tempo inicial de 5 segundos, seu ângulo de contato foi de $84,55^\circ$, com uma ligeira diminuição ao longo do tempo, atingindo $77,32^\circ$ no tempo final de 45 segundos. No caso da membrana PA66-AC, o ângulo de contato inicial foi de $56,9^\circ$ aos 5 segundos, com uma leve redução, chegando a $50,5^\circ$ após os 45 segundos. As membranas de microfiltração preparadas demonstraram ângulos de contato elevados, consistentes com estudos na área (HALIM et al., 2019; YAN et al., 2022a, 2022b).

Figura 18. Ângulo de contato das membranas a) PA66-AC, b) PA66-AC|H c) PA66-AF, d) PA66-AF|H.



Fonte: Autor, 2023.

No tempo inicial do teste 5 s, as membranas PA66-AF|H e PA66-AC|H apresentaram valores de $72,83^\circ$ e $52,60^\circ$ respectivamente, e ao término do teste os valores encontrados foram de $69,59^\circ$ e $49,2^\circ$. A adição de 3% em peso de SiC nas soluções poliméricas proporcionou valores de ângulos de contato menores em relação as membrana puras, independente do ácido usado; possivelmente devido a formação de uma estrutura morfológica com superfície mais rugosa nas membranas híbridas. As propriedades hidrofílicas da superfície do material de poliamida 66 permitem que todas as membranas tenham um grande ângulo de contato, porém a adição do SiC levou a uma diminuição desses valores.

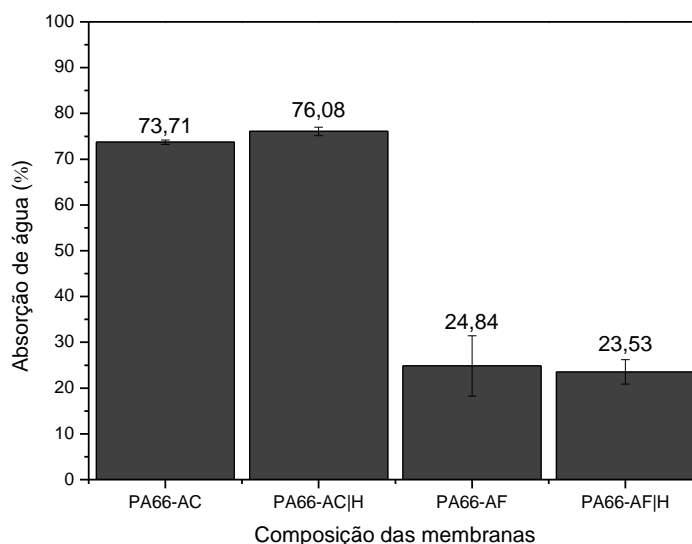
Melhoras na permeabilidade estão diretamente associada ao AC, quanto menor o ângulo de contato maior será o fluxo de permeado; a membrana que obteve a maior hidrofílicidade foi a PA66-AC|H, ou seja, ela irá apresentar o maior fluxo.

5.5 Absorção de água

A absorção de água é importante para entender o mecanismo de difusão de moléculas resultantes da força motriz, ela expressará a capacidade de uma membrana de reter água, que vai depender das características dos materiais utilizados durante a obtenção das membranas e está diretamente relacionada a porosidade, além de poder indicar melhoria da permeabilidade provocada pelos aditivos (HUANG et al., 2013; JUSOH et al., 2019). Foi realizada uma Memória de Cálculo da absorção de água e adicionada em anexo.

Na Figura 19 é possível observar que os percentuais de água absorvida em 24 horas, com a membrana PA66-AC apresentando absorção de água de $(73,71 \pm 0,45)$ %; a membrana PA66-AC|H apresentou $(76,08 \pm 0,92)$ % de absorção de água; já a membrana PA66-AF apresentou $(24,84 \pm 6,59)$ % e a membrana PA66-AF|H apresentou $(23,53 \pm 2,68)$ % de absorção de água. Observa-se que para as amostras obtidas com ácido clorídrico as membranas híbridas demonstram absorção de água superior em comparação com a membrana pura, que pode indicar uma ação porogênica do SiC. Todavia o mesmo não ocorreu para as membranas obtidas com ácido fórmico, onde o SiC parece não ter demonstrado nenhum efeito ou demonstrou um efeito densificador (gerando aglomerados), observa-se que a membrana pura obtida com ácido fórmico apresentou valor de absorção de água similar ao da membrana híbrida.

Figura 19. Absorção de água das membranas.



Fonte: Autor, 2023.

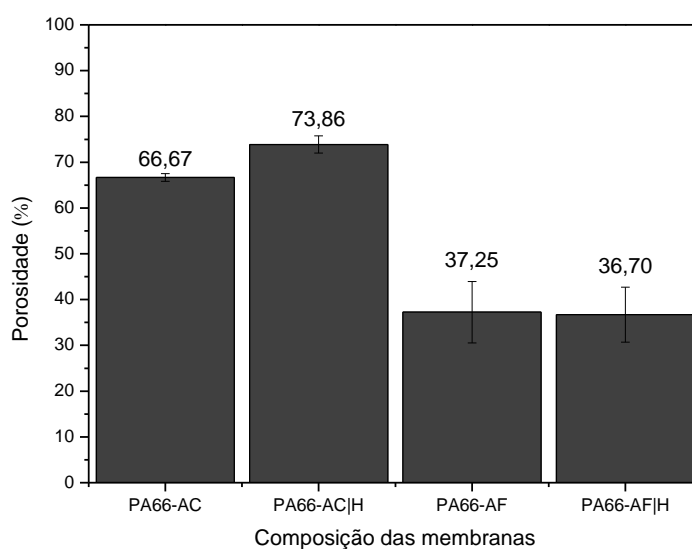
5.6 Porosidade

A porosidade é uma propriedade de extrema importância, pois ela está relacionada a outras propriedades importantes da membrana. A porosidade é responsável por ditar quantidade e disposição dos poros, e está diretamente associada a técnica escolhida para obter-se a membrana. Tratando-se do método de imersão-precipitação a porosidade depende principalmente da etapa da separação de fases, pois é nela que se forma todas as camadas da membrana. Porém é necessário um bom equilíbrio, é preciso que membranas de

microfiltração tenham alta porosidade bem como tamanho de poro entre 0,1-10 μm ; no entanto, membranas com alta porosidade e poros grandes são geralmente associadas a fragilidade, ou seja, a membrana apresenta um comportamento mecânico relativamente fraco (HABERT, 2006; LU; ZUO; CHUNG, 2016). Foi realizada uma Memória de Cálculo da porosidade e adicionada em anexo.

A Figura 20, apresenta as porosidades obtidas. As membranas obtidas com ácido clorídrico apresentaram valores superiores de porosidade PA66-AC apresentando absorção de água de $(66,67 \pm 0,85) \%$ enquanto que a membrana híbrida PA66-AC|H apresentou $(73,86 \pm 1,89) \%$. As membranas obtidas com ácido fórmico apresentaram uma porosidade relativamente baixa, a membrana PA66-AF apresentou $(37,19 \pm 6,70) \%$ e a membrana híbrida PA66-AF|H apresentou $(36,70 \pm 6,88) \%$.

Figura 20. Porosidade das membranas



Fonte: Autor, 2023.

O menor valor de absorção de água e, conseqüentemente, de porosidade pode ser resultado da morfologia da membrana preparada com ácido fórmico, em que a espessura da membrana é relativamente alta ($\sim 350\mu\text{m}$). A etapa de dissolução da membrana é de suma importância na formação do filme em seus desempenhos. Poletto et al. (2011) obteve membranas de poliamida 6,6, utilizando também ácido fórmico e ácido clorídrico, e o relatado pelos autores é que a membrana preparada com ácido clorídrico teve porosidade inferior em comparação a preparada com ácido fórmico. A princípio o motivo de tal diferença pode ser

atribuído ao tempo de evaporação do solvente, no presente trabalho especula-se um elevado tempo de evaporação de solvente levando assim a uma baixa porosidade para as membranas de ácido fórmico (POLETTTO et al., 2011; ZENI et al., 2008).

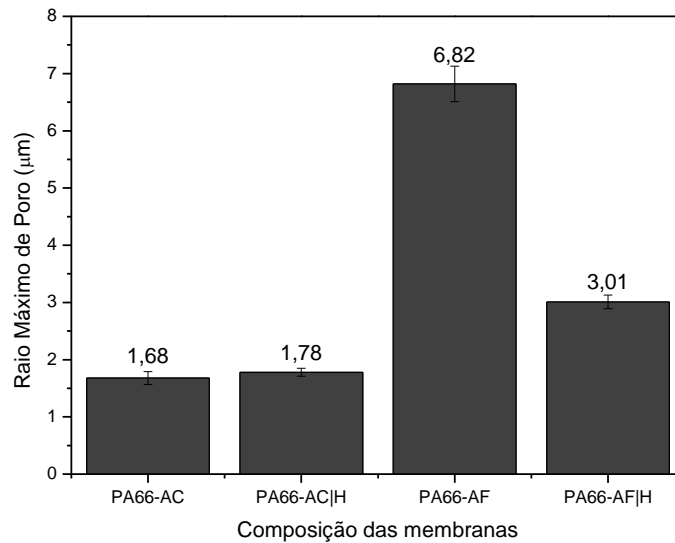
Um outro ponto importante foi a adição do SiC que em contato com os diferentes ácidos teve comportamentos destoantes. Ao utilizá-lo com HCl o efeito foi o desejado, o aumento da porosidade (HUANG et al., 2013; JUSOH et al., 2019). Porém em contato com AF o SiC desempenhou um efeito densificador. YAN et al. (2022) em tentativa de produzir uma membrana de UF incorporou óxido de grafeno (GO) em uma matriz de poliamida 6,6, os valores testados foram de 0%, 0,1%, 0,3% e 0,5% em peso, e o observado foi que a porosidade da membrana de ultrafiltração diminuía a medida em que o óxido de grafeno foi adicionado, a porosidade apresentou uma tendência geral de queda, os autores destacaram que com a adição de GO, a viscosidade da solução aumentava gradativamente, dificultando o processo de separação de fases e resultando em uma membrana final com uma estrutura relativamente densa.

5.7 Ponto de bolha

O maior tamanho dos poros das membranas é apresentado por meio da Figura 21. Foi realizada uma Memória de Cálculo do ponto de bolha e adicionado em anexo.

A partir da Figura 21 foi possível constatar que as membranas de PA66-AC; PA66-AC|H; PA66-AF; PA66-AF|H; tiveram o raio máximo de poros de aproximadamente 1,68; 1,78; 6,82 e 3,01 μm , respectivamente. A membrana que apresentou menor raio de poro foi a PA66-AC, com aumento de raio de poro para o híbrido de PA66-AC|H; porém o inverso aconteceu para as membranas solubilizadas em ácido fórmico fortalecendo ainda mais a ideia que o SiC agiu como um densificador, pois a membrana PA66-AF apresentou tamanho de poro aproximadamente 2,3 vezes maior do que a membrana de PA66-AF|H. Chang et al. (2013) ao calcular o ponto de bolha para membranas de poliamida 6,6, mostrou que a concentração dos materiais usados vai influenciar no tamanho máximo do poro, o que os autores relataram é que o tamanho de poro cresceu de acordo com a concentração de solvente.

Figura 21. Raio máximo dos poros das membranas.



Fonte: Autor, 2023.

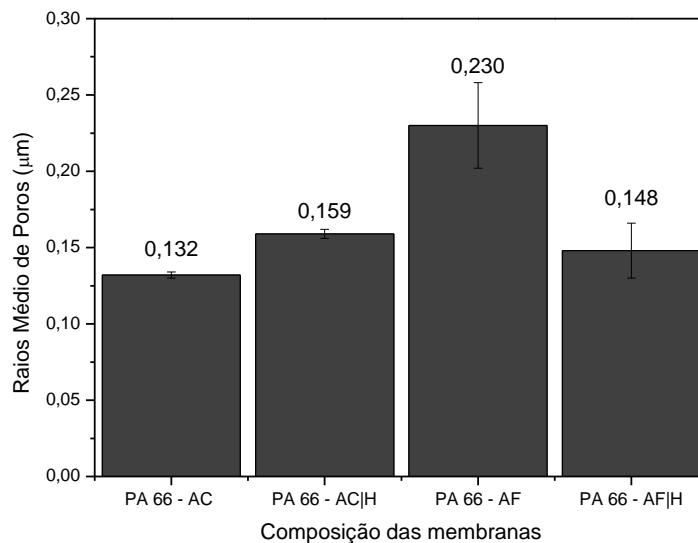
5.8 Raio Médio de Poros

Membranas poliméricas microporosas assimétricas possuem um tamanho de poros variando entre 0,1-10 µm. A seletividade da retenção ou passagem de solutos depende do tamanho dos poros das membranas e da sua distribuição superficial e interna. A Figura 22 mostra os raios médios de poros das membranas produzidas. Foi realizada uma Memória de Cálculo do raio médio dos poros e adicionada em anexo.

Utilizando a fórmula de Guerout–Elford–Ferry foi possível encontrar o raio médio de poros. A membrana PA66-AC possui um tamanho médio de poros ($0,132 \pm 0,002$) µm, a segunda composição com a adição de partículas de SiC a membrana PA66-AC|H possui o tamanho médio de poros de ($0,159 \pm 0,003$) µm. A membrana PA66-AF tem ($0,230 \pm 0,028$) µm, enquanto seu par híbrido a membrana PA66-AF|H tem ($0,148 \pm 0,018$) µm.

Maiores raios de poros presentes na membrana PA66-AF constatadas nos resultados de ponto de bolha e raio médio de poros pode ser atribuído a interação do cloreto de magnésio com ácido fórmico. Medeiros et al. (2017) observaram que a utilização de sais inorgânicos provoca fenômenos que podem contribuir para o aumento dos poros, foi reportado pelos mesmos que a adição de cloreto de cálcio (CaCl_2) na membrana de poliamida 6 pura e nas membranas de híbridas, provocava um aumento no tamanho e distribuição dos poros.

Figura 22. Raio médio de poros das membranas



Fonte: Autor, 2023.

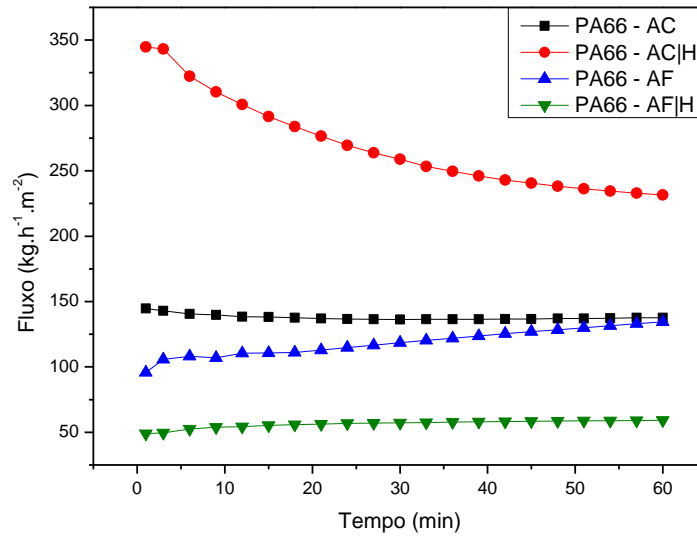
Todas as membranas demonstraram está dentro da faixa que seria o intervalo característico para os PSM de microfiltração e encontram-se compatíveis com outros trabalhos presentes na literatura (CHANG et al., 2013; EBRAHIMI; KUJAWSKI; FATYEYEVA, 2022). Aqui podemos destacar o efeito duplo do SiC que depende do solvente, observou-se sua ação porogênica quando combinado ao HCl e uma ação densificadora quando combinado com AF.

Importante destacar que por efeito da pressão e do equipamento utilizado para o fluxo houve um aumento gradativo da temperatura que atingiu o seu máximo em 50 ± 2 °C, que pode ter ocasionado uma maior dilatação dos poros ou ainda então a compactação dos mesmo devido o fenômeno de compactação mecânica que ocasionada pela pressão e/ou inchamento da membrana. A fórmula de Guerout–Elford–Ferry leva em consideração a escolha de um fluxo estabilizado, o utilizado está presente nos anexos.

5.9 Fluxo Permeado com Água

Os testes de medida de fluxo mássico (J_0) de água foram realizados utilizando uma a pressão de 1,0 bar. A Figura 23 apresenta as curvas das medidas de fluxo feitas com água destilada as membranas de PA66-AC, PA66-AC|H, PA66-AF e PA66-AF|H.

Figura 23. Fluxo permeado de água, na pressão de 1 bar.



Fonte: Autor, 2023

As medidas de fluxo permeado com água para as membranas produzidas com HCl apresentaram inicialmente uma diminuição e, logo em seguida, a aproximadamente 30 min ocorreu uma estabilidade destes. A membrana PA66-AC não apresentou grandes variações, com um fluxo muito baixo, estes resultados estão de acordo com os reportados anteriormente pelo raio médio de tamanho de poros, confirmando a presença de poros muito pequenos. Já a PA66-AC|H foi a que apresentou maior fluxo, porém apresentou uma queda considerável no mesmo, devido a uma fenômeno de compactação mecânica promovida pela pressão aplicada e/ou possível inchamento ocorrido nas membranas, pois quando a membrana entra em contato com a água, provoca uma diminuição gradativa dos poros, diminuindo assim a sua permeabilidade (HALIM et al., 2019). Devido a este fenômeno, o aditivo hidrofóbico é preferido, e nota-se que comparado ao seu par puro as membranas híbridas mostraram-se muito superior.

Analisando as membranas obtidas com AF nota-se que ambas tiveram baixo fluxo se comparadas as membranas obtidas com HCl, esta diferença pode ser atribuída porque estas membranas apresentam menor porosidade e espessuras mais densas, as membranas de HCl foram obtidas com espessura de $\sim 250 \mu\text{m}$ enquanto que as membranas de AF foram obtidas com $\sim 350 \mu\text{m}$. A membrana PA66-AF apresentou um fluxo superior a membrana híbrida PA66-AF|H, um comportamento contrário as membranas obtidas com HCl, isso ocorreu devido a densificação causada pelo SiC que provavelmente entupiu alguns poros da membrana.

Diferentes das membranas obtidas com HCl as obtidas com AF não apresentaram o fenômeno de compactação mecânica, ao contrário em uma determinada faixa houve um aumento do fluxo (Tabela 3), pode-se atribuir esse fenômeno ao relaxamento momentâneo dos poros devido a temperatura, a temperatura medida do líquido presente nos canos do equipamento responsável pelo fluxo alcançou a temperatura de 50 ± 2 °C. Comportamento semelhante foi observado por Poletto et al. (2011).

Tabela 3. Valores dos fluxos iniciais, intermediários e finais das membranas para água.

Composição	Pressão (Bar)	Fluxo Inicial (L.m⁻².h⁻¹) 1 min	Fluxo Intermediário (L.m⁻².h⁻¹) 30 min	Fluxo Final (L.m⁻².h⁻¹) 60 min
PA66-AC	1	144,651	136,278	137,563
PA66-AC H	1	344,738	258,784	231,601
PA66-AF	1	95,712	118,507	134,517
PA66-AF H	1	48,9389	57,182	59,102

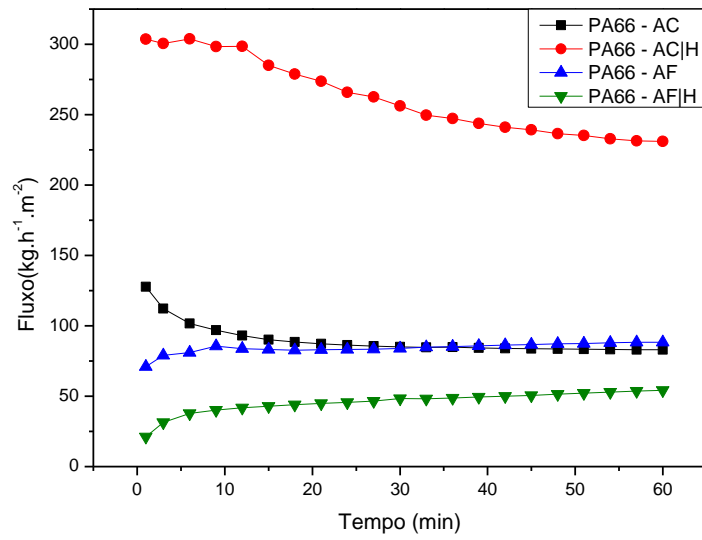
Fonte: Autor, 2023.

5.10 Fluxo Permeado com Efluente Contendo o Corante

Os testes de medida de fluxo mássico do poluente (J) foram realizados utilizando uma a pressão de 1,0 bar. A Figura 24 apresenta as curvas das medidas de fluxo feitas com o poluente as membranas de PA66-AC, PA66-AC|H, PA66-AF e PA66-AF|H.

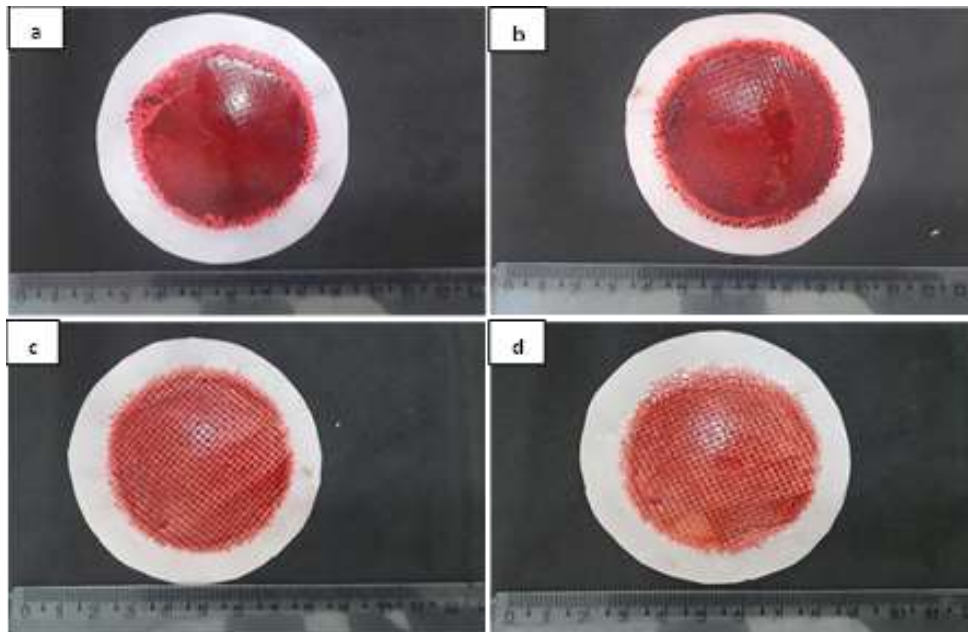
Em conformidade com o padrão encontrado nos ensaios de fluxo com água, da Figuras 23 observou-se o mesmo comportamento com os efeitos encontrados para o fluxo com água, como polarização de concentração, compactação, inchamento, redução dos poros e adicionalmente junto ao uso de um poluente o efeito de incrustação, isto é, o preenchimento dos poros pelo material particulado presente no efluente (ELHADY et al., 2020). Nota-se na Figura 25 a intensidade de cor do material retido na superfície da membrana, a incrustação ocorrida com o preenchimento gradativo dos poros das membranas pelas partículas de corante, isso pode ser constatado na Tabela 4 quando comparamos os valores do fluxo do efluente com os valores da água pura presentes na Tabela 3.

Figura 24. Fluxo permeado de efluente, na pressão de 1 bar.



Fonte: Autor, 2023.

Figura 25. Superfície das membranas PA66 após fluxo com efluente a) PA66 – AC, b) PA66 – AC|H, c) PA66 – AF, d) PA66 – AF|H.



Fonte: Autor, 2023.

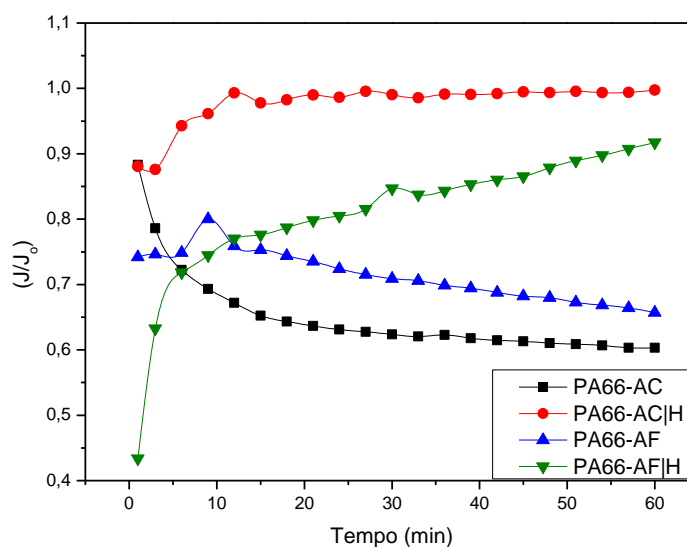
Tabela 4. Valores dos fluxos iniciais, intermediários e finais das membranas para efluente.

Composição	Pressão (Bar)	Fluxo Inicial (L.m ⁻² .h ⁻¹) 1 min	Fluxo Intermediário (L.m ⁻² .h ⁻¹) 30 min	Fluxo Final (L.m ⁻² .h ⁻¹) 60 min
PA66-AC	1	127,760	85,015	83,001
PA66-AC H	1	303,594	256,272	230,965
PA66-AF	1	71,026	83,990	88,359
PA66-AF H	1	21,221	48,419	54,200

Fonte: Autor, 2023.

As medidas de fluxo mássico quando da separação do corante em água (J) das membranas foram plotadas em referência ao fluxo mássico de água (J₀), ou seja, J/J₀. A influência da concentração de corante no fator de fluxo (J/J₀) das membranas pode ser observada na Figura 26.

Figura 26. Influência da concentração do corante no fator de fluxo (J/J₀) das membranas.



Fonte: Autor, 2023.

As membranas puras independentemente do ácido utilizado para sua obtenção: PA66 – AC e PA66 – AF, ao longo de 30 minutos apresentou uma diminuição e logo, ocorreu uma estabilidade de tais relações, provavelmente devido a uma compactação ou ao inchamento ocorrido nas membranas, conforme visto nas medidas de fluxo com água. Um outro fator responsável pelo declínio relativo da permeabilidade das membranas não modificada foi

influenciado pela adsorção de moléculas do corante na superfície (ELHADY et al., 2020). Uma certa quantidade de moléculas é adsorvida na superfície dos poros, e isso pode resultar na formação de um filme na superfície interna da membrana, um fenômeno similar foi observado por Arahman et al. (2016) em uma membrana de polietersulfona (PES). Já as membranas híbridas apresentaram um progressivo aumento, e manteve ao longo do tempo uma maior relação J/J_0 se comparado com as membranas puras nas mesmas pressões, podemos supor que em decorrência da carga de SiC adicionada, houve um aumento da hidrofobicidade das membranas conforme os resultados de ângulo de contato apresentando na Figura 18.

5.11 Retrolavagem das Membranas

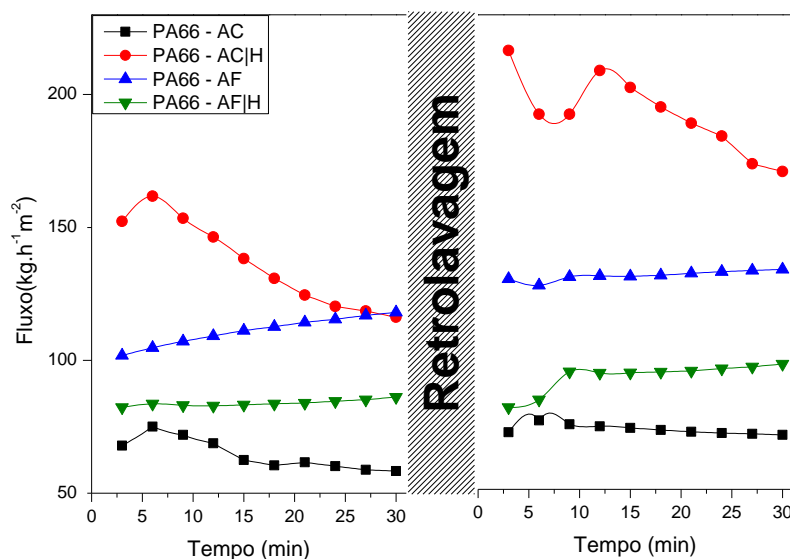
A incrustação da membrana é um fenômeno comum nos processos de membrana de microfiltração que prejudica significativamente a eficiência da filtração. Isto torna a regeneração da membrana uma parte integrante dos sistemas de microfiltração e exige a necessidade de uma limpeza eficaz da membrana, a fim de manter maior eficiência do processo de separação (QAISRANI; SAMHABER, 2011). A retrolavagem é um processo atraente que vem sendo cada vez mais estudado, nos últimos anos há uma série de estudos realizados para avaliar a redução da incrustação das membranas e a melhoria da eficiência (CHANG et al., 2017). A Figura 27 mostra o efeito da retrolavagem realizados para avaliar a redução da incrustação da membrana e a melhoria da eficiência da limpeza da membrana.

É possível notar na Figura 27 que o procedimento trouxe um aumento de fluxo para todas as membranas. A membrana PA66-AC|H foi a que apresentou o maior crescimento inicial com provável dilatação dos seus poros, porém ao longo dos 30 min, houve uma queda do fluxo associada à formação de incrustação; já a membrana de PA66-AC seguiu o seu comportamento padrão de fluxo observado até agora, a retrolavagem não gerou grandes aumentos no seu fluxo. Contudo as membranas puras e híbridas feitas com ácido fórmico demonstram um fenômeno curioso, o aumento progressivo do seu fluxo contínuo foi levemente modulado pela retrolavagem.

A Tabela 5 mostra os valores do volume água que foi utilizado e de eficiência da retrolavagem. Foi realizada uma Memória de Cálculo do volume água que foi utilizado e de eficiência da retrolavagem e adicionada em anexo. Podemos notar que aparentemente há uma relação entre o volume de água utilizado e a eficiência. A membrana de PA66-AF foi a que apresentou menor volume e maior eficiência que podemos relacionar ao aumento progressivo do seu fluxo ao longo do tempo. Todavia a PA66-AC mostrou pior desempenho com um valor

de eficiência de 14,53%.

Figura 27. Influência da retrolavagem no fluxo das membranas na concentração de 500 mg.L⁻¹ e pressão de 1 bar; lado esquerdo representa o momento antes da retrolavagem enquanto lado direito apos.



Fonte: Autor, 2023.

Tabela 5. Volume água utilizado e de eficiência da retrolavagem nas membranas.

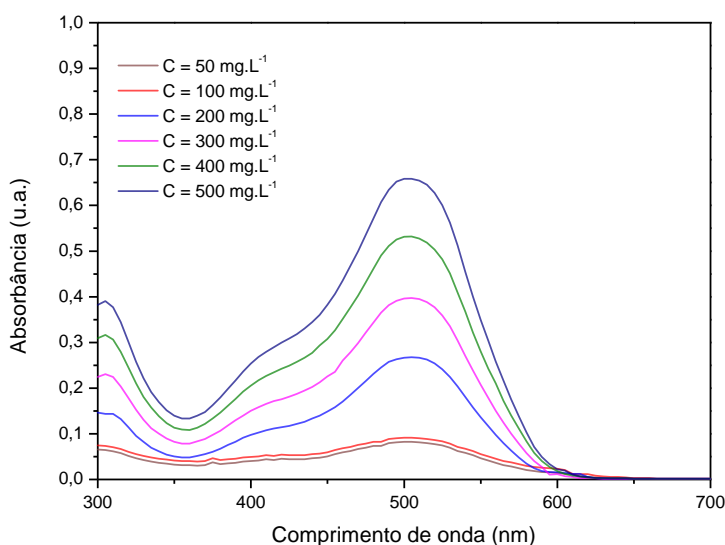
Composição	Pressão de alimentação (Bar)	Pressão de Retrolavagem (Bar)	Água utilizada	η - Eficiência da retrolavagem (%)
PA66-AC	1	1,5	0,34	14,53
PA66-AC H	1	1,5	0,17	35,44
PA66-AF	1	1,5	0,07	68,35
PA66-AF H	1	1,5	0,11	36,96

Fonte: Autor, 2023.

5.12 Concentração do Corante Têxtil no Permeado

Através da análise espectrofotométrica, foi viável identificar o pico de comprimento de onda do corante, a partir da qual uma curva de absorbância foi delineada. Essas curvas estão representadas na Figura 28, onde o pico de comprimento de onda é destacado em 505 nm. Este valor indica o comprimento de onda no qual o corante apresenta a máxima absorção de luz.

Figura 28. Espectros de absorção do corante vermelho nas concentrações de 50 mg.L⁻¹, 100 mg.L⁻¹, 200 mg.L⁻¹, 300 mg.L⁻¹, 400 mg.L⁻¹, 500 mg.L⁻¹.



Fonte: Autor, 2023.

Então, a partir do valor de comprimento de onda 505 nm, traçou-se a curva de calibração de absorbância do corante vermelho em todas as concentrações (0 mg.L⁻¹ a 500 mg.L⁻¹), resultando na Figura 29, em que foi possível obter a equação da reta ($y = 0,00129x - 0,00216$) com R² 0,9977. Isso indica que os resultados de absorbância do corante em cada concentração seguem uma função bem ajustada e, portanto, são úteis para correlação com os dados de absorção de cada amostra de efluente utilizado no tratamento com as membranas produzidas. A partir da equação da reta, foi possível determinar a concentração de corante restante no permeado após o tratamento:

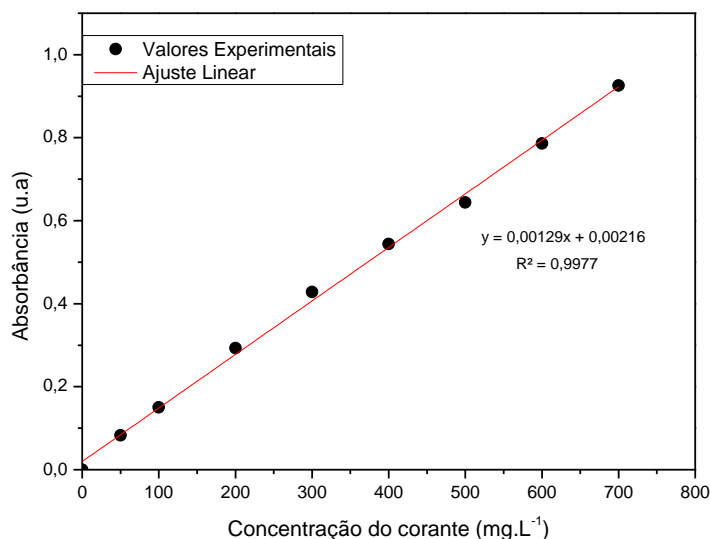
$$\text{Corante restante} = \frac{y+0,00129}{0,00216} \quad (10)$$

Com a concentração do corante restante nos permeados, encontrou-se a eficiência das membranas de poliamida 6,6 em reter os particulados em cada caso utilizando a Equação 10, ambos os parâmetros estão apresentados na Tabela 6, com todas as membranas alcançando rendimento superior a 99%.

Na Tabela 7 é possível analisar o rendimento das membranas antes e após a retrolavagem. É conhecido que a retrolavagem causa danos aos poros das membranas e diminui sua seletividade, porém foi obtido uma diminuição insignificante, demonstrando

assim que o tempo e pressão escolhidos mostraram-se adequados (CHANG et al., 2017, 2013). A Figura 30 apresenta os aspectos visuais dos permeados, nota-se a brusca mudança de coloração.

Figura 29. Curva de calibração de absorbância do corante.



Fonte: Autor, 2023.

Tabela 6. Concentração do corante restante no permeado após 60 min no ensaio de fluxo com corante.

Composição	Pressão (Bar)	Concentração (mg.L ⁻¹)	Rendimento (%)
PA66-AC	1	0,5765	99,88
PA66-AC H	1	0,9336	99,81
PA66-AF	1	0,8826	99,82
PA66-AF H	1	1,0357	99,79

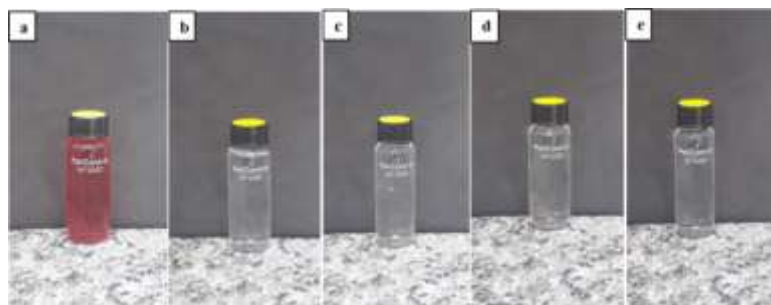
Fonte: Autor, 2023.

Tabela 7. Concentração do corante restante no permeado após 30 min no ensaio de fluxo com corante e retrolavagem.

	Composição	Pressão (Bar)	Concentração (mg.L ⁻¹)	Rendimento (%)
Antes da retrolavagem	PA66-AC	1	0,5255	99,89
	PA66-AC H	1	1,0867	99,78
	PA66-AF	1	0,5765	99,88
	PA66-AF H	1	0,5255	99,89
Após retrolavagem	PA66-AC	1	0,5765	99,88
	PA66-AC H	1	1,4438	99,71
	PA66-AF	1	1,0357	99,79
	PA66-AF H	1	0,6275	99,87

Fonte: Autor, 2023.

Figura 30. Comparação visual do permeado após fluxo com efluente a) Concentrado 500 mg.L^{-1} b) PA66 – AC, c) PA66 – AC|H, d) PA66 – AF, e) PA66 – AF|H.



Fonte: Autor, 2023.

6 CONCLUSÕES

Foi possível obter com sucesso membranas de PA66 pura e híbridas, com diferentes solventes, a partir do resíduo de fios de PA66 proveniente da indústria automobilística. Notou-se que a introdução da carga inorgânica de SiC alterou as propriedades físicas das membranas híbridas se comparada com as membranas poliméricas.

As membranas obtidas com ácido fórmico apresentaram baixa absorção de água e baixa porosidade comparadas as membranas obtidas com ácido clorídrico. As membranas puras de ácido fórmico apresentaram maiores tamanho de poros devido a interação com o sal inorgânico, enquanto que a obtida com ácido clorídrico apresentou os menores tamanho de poros.

Observou-se que o carbeto de silício a depender do ácido usado pode desempenhar diferentes funções. Por meio dos valores de ângulos de contato verificou-se que houve um aumento da hidrofiliabilidade das membranas híbridas contendo 3% de SiC.

A retrolavagem mostrou-se eficiente reiniciando os fluxos sem danificar a permeabilidade e a seletividade da membrana.

A partir dos resultados obtidos comprovou-se que são membranas na escala de microfiltração que apresentam potencial para serem utilizadas no tratamento de águas residuais contendo corantes têxteis. As membranas produzidas a partir da reutilização da poliamida apresentaram mais de 99% de eficiência em remover o corante têxtil utilizado.

7 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

- Fazer um planejamento experimental para adequar e aperfeiçoar todos os parâmetros necessários para o desenvolvimento do trabalho.
- Testar outros aditivos para atuar como agente porogênico, acelerando a precipitação das membranas e assim obter morfologias variadas.
- Usar de diferentes concentrações de carbeto de silício para preparação das membranas e assim analisar seu efeito.
- Uso de diferentes tempos e pressões de retrolavagem.
- Análise do ponto de bolha após o fluxo de retrolavagem para análise da taxa de deformação dos poros.
- Análise mais aprofundada do poder de filtração da membrana com a combinação de corantes no efluente para analisar o tempo de formação de incrustação e sua eficiência.

8 REFERÊNCIAS

ABETZ, Volker; BRINKMANN, Torsten; SOZBILIR, Mustafa. Fabrication and function of polymer membranes. **Chemistry Teacher International**, [S. l.], v. 3, n. 2, p. 141–154, 2021. DOI: 10.1515/cti-2020-0023.

AGUILAR, J.; RODRÍGUEZ, J.; HINOJOSA, M. Microwaves as an energy source for producing β -SiC. **Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy**, [S. l.], v. 36, n. 3, p. 169–177, 2001. DOI: 10.1080/08327823.2001.11688458.

AL-TOHAMY, Rania; ALI, Sameh S.; LI, Fanghua; OKASHA, Kamal M.; MAHMOUD, Yehia A. G.; ELSAMAHY, Tamer; JIAO, Haixin; FU, Yinyi; SUN, Jianzhong. A critical review on the treatment of dye-containing wastewater: Ecotoxicological and health concerns of textile dyes and possible remediation approaches for environmental safety. **Ecotoxicology and Environmental Safety**, [S. l.], v. 231, p. 113160, 2022. DOI: 10.1016/j.ecoenv.2021.113160. Disponível em: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0147651321012720>.

ALBERTO CLÁUDIO HABERT, C. P. B. R. N. **Processos de Separação por Membranas**. [s.l.] : E-papers, 2006. Disponível em: <https://books.google.com.br/books?id=P-7kje1EincC>.

ANA. Conjuntura dos Recursos Hídricos no Brasil 2021: Relatório Pleno. [S. l.], v. 0, n. 0, p. 147, 2022.

ARAHMAN, Nasrul; MULYATI, Sri; LUBIS, Mirna Rahmah; RAZI, Fachrul; TAKAGI, Ryosuke; MATSUYAMA, Hideto. Modification of polyethersulfone hollow fiber membrane with different polymeric additives. **Membrane Water Treatment**, [S. l.], v. 7, n. 4, p. 355–365, 2016. DOI: 10.12989/mwt.2016.7.4.355.

ASTM INTERNATIONAL. ASTM F316-03 - Standard Test Methods for Pore Size Characteristics of Membrane Filters by Bubble Point and Mean Flow Pore Test. **Astm**, [S. l.], v. 03, n. Reapproved 2011, p. 1–7, 2014. DOI: 10.1520/F0316-03.bubble. Disponível em: [http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?F316-03\(2011\)](http://www.astm.org/cgi-bin/resolver.cgi?F316-03(2011)).

BAGHERIPOUR, E.; MOGHADASSI, A. R.; HOSSEINI, S. M. Preparation and Characterization of PES-Blend-Sulfonated PVC Nanofiltration Membranes: Investigation of Polymers Blend Ratio. **Arabian Journal for Science and Engineering**, [S. l.], v. 41, n. 7, p. 2545–2552, 2016. DOI: 10.1007/s13369-016-2026-5.

BAKER, R. W. **Membrane Technology and Applications**. [s.l.] : Wiley, 2012. Disponível em: <https://books.google.com.br/books?id=jx6fGqkCWb8C>.

BASIRI, Fereshteh; ABDOLKARIM HOSSEINI RAVANDI, Seyed; FEIZ, Mahmoud; MOHEB, Ahmad. Recycling of Direct Dyes Wastewater by Nylon-6 Nanofibrous Membrane. **Current Nanoscience**, [S. l.], v. 7, n. 4, p. 633–639, 2011. DOI: 10.2174/157341311796196899.

BENADUCCI, Daiane; BRANCIFORTI, Marcia Cristina. Estudo da estabilidade térmica e propriedades mecânicas de nanocompósitos de poliamida 6,6 com nanofibras de celulose. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [S. l.], v. 21, n. 4, p. 898–905, 2016. DOI: 10.1590/s1517-707620160004.0083.

BENKHAYA, Said; M' RABET, Souad; EL HARFI, Ahmed. A review on classifications, recent synthesis and applications of textile dyes. **Inorganic Chemistry Communications**, [S. l.], v. 115, n. March, p. 107891, 2020. DOI: 10.1016/j.inoche.2020.107891. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.inoche.2020.107891>.

BERA, Sweta Parimita; GODHANIYA, Manoj; KOTHARI, Charmy. Emerging and advanced membrane technology for wastewater treatment: A review. **Journal of Basic Microbiology**, [S. l.], v. 62, n. 3–4, p. 245–259, 2022. DOI: 10.1002/jobm.202100259.

BIANCHINI, Roberto; CEVASCO, Giorgio; CHIAPPE, Cinzia; POMELLI, Christian Silvio; RODRÍGUEZ DOUTON, María Jesús. Ionic Liquids Can Significantly Improve Textile Dyeing: An Innovative Application Assuring Economic and Environmental Benefits. **ACS Sustainable Chemistry and Engineering**, [S. l.], v. 3, n. 9, p. 2303–2308, 2015. DOI: 10.1021/acssuschemeng.5b00578.

CHANG, Haiqing; LIANG, Heng; QU, Fangshu; LIU, Baicang; YU, Huarong; DU, Xing; LI, Guibai; SNYDER, Shane A. Hydraulic backwashing for low-pressure membranes in drinking water treatment: A review. **Journal of Membrane Science**, [S. l.], v. 540, n. May, p. 362–380, 2017. DOI: 10.1016/j.memsci.2017.06.077. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2017.06.077>.

CHANG, Hsu Hsien; CHEN, Sheng Chang; LIN, Dar Jong; CHENG, Liao Ping. Preparation of bi-continuous Nylon-66 porous membranes by coagulation of incipient dopes in soft non-solvent baths. **Desalination**, [S. l.], v. 313, p. 77–86, 2013. DOI: 10.1016/j.desal.2012.12.009. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.desal.2012.12.009>.

CRINI, Grégorio; LICHTFOUSE, Eric. Advantages and disadvantages of techniques used for wastewater treatment. **Environmental Chemistry Letters**, [S. l.], v. 17, n. 1, p. 145–155, 2019. DOI: 10.1007/s10311-018-0785-9. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10311-018-0785-9>.

DE MEDEIROS, Keila Machado; ARAÚJO, Edcleide Maria; DE LUCENA LIRA, Hélio; DE FARIAS LIMA, Diego; DE LIMA, Carlos Antônio Pereira. Hybrid membranes of polyamide applied in treatment of waste water. **Materials Research**, [S. l.], v. 20, n. 2, p. 308–316, 2017. DOI: 10.1590/1980-5373-MR-2016-0242.

EBRAHIMI, Mohammad; KUJAWSKI, Wojciech; FATYEYEVA, Kateryna. Fabrication of Polyamide-6 Membranes—The Effect of Gelation Time towards Their Morphological, Physical, and Transport Properties. **Membranes**, [S. l.], v. 12, n. 3, 2022. DOI: 10.3390/membranes12030315.

EL-GENDI, Ayman; ALI, Sahar; ABDALLA, Heba; SAIED, Marwa. Microfiltration/ultrafiltration polyamide-6 membranes for copper removal from aqueous solutions. **Membrane Water Treatment**, [S. l.], v. 7, n. 1, p. 55–70, 2016. DOI: 10.12989/mwt.2016.7.1.055.

ELHADY, Sarah; BASSYOUNI, Mohamed; MANSOUR, Ramadan A.; ELZAHAR, Medhat H.; ABDEL-HAMID, Shereen; ELHENAWY, Yasser; SALEH, Mamdou Y. Oily wastewater treatment using polyamide thin film composite membrane technology. **Membranes**, [S. l.], v. 10, n. 5, p. 1–17, 2020. DOI: 10.3390/membranes10050084.

FITRIA. **Composite Materials : Properties, Characterization, and Applications**. [s.l: s.n.]. v. 53

HALIM, Nur Syakinah Abd; WIRZAL, Mohd Dzul Hakim; BILAD, Muhammad Roil; NORDIN, Nik Abdul Hadi Md; PUTRA, Zulfan Adi; YUSOFF, Abdull Rahim Mohd; NARKKUN, Thanitporn; FAUNGNAWAKIJ, Kajornsak. Electrospun nylon 6,6/ZIF-8 nanofiber membrane for produced water filtration. **Water (Switzerland)**, [S. l.], v. 11, n. 10, p. 1–12, 2019. DOI: 10.3390/w11102111.

HUANG, Liwei; BUI, Nhu Ngoc; MEYERING, Mark T.; HAMLIN, Thomas J.; MCCUTCHEON, Jeffrey R. Novel hydrophilic nylon 6,6 microfiltration membrane supported thin film composite membranes for engineered osmosis. **Journal of Membrane Science**, [S. l.], v. 437, p. 141–149, 2013. DOI: 10.1016/j.memsci.2013.01.046. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.memsci.2013.01.046>.

JUSOH, Wan Zulaisa Amira Wan; RAHMAN, Sunarti Abdul; AHMAD, Abdul Latif; MOKHTAR, Nadzirah Mohd. Fabrication and characterisation of a polyamide thin-film composite membrane on a nylon 6,6 substrate for isopropanol dehydration. **Comptes Rendus Chimie**, [S. l.], v. 22, n. 11–12, p. 755–760, 2019. DOI: 10.1016/j.crci.2019.08.001. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.crci.2019.08.001>.

KIMOTO, Tsunenobu; COOPER, James A. **Fundamentals of Silicon Carbide Technology**. [s.l.: s.n.]. DOI: 10.1002/9781118313534.

KONDO, Marcel Yuzo et al. Recent advances in the use of Polyamide-based materials for the automotive industry. **Polimeros**, [S. l.], v. 32, n. 2, 2022. DOI: 10.1590/0104-1428.20220042.

LI, Xiang; SHEN, Shuting; XU, Yuye; GUO, Ting; DAI, Hongliang; LU, Xiwu. Application of membrane separation processes in phosphorus recovery: A review. **Science of the Total Environment**, [S. l.], v. 767, p. 144346, 2021. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2020.144346. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.144346>.

LU, Kang Jia; ZUO, Jian; CHUNG, Tai Shung. Tri-bore PVDF hollow fibers with a super-hydrophobic coating for membrane distillation. **Journal of Membrane Science**, [S. l.], v. 514, p. 165–175, 2016. DOI: 10.1016/j.memsci.2016.04.058. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.memsci.2016.04.058>.

MARTINS, Danilo; MIGLIORINI, Fernanda Lanzoni; TEODORO, Kelcilene Bruna Ricardo; FACURE, Murilo Henrique Moreira; CORRÊA, Daniel Souza. Nanocompósitos Poliméricos. **Nanotecnologia Aplicada a Polímeros**, [S. l.], p. 133–170, 2022. DOI: 10.5151/9786555502527-04.

Membrane processes. 2023. DOI: 10.1515/9783110482065-009. Disponível em: <https://www.hydrogroup.biz/areas-of-use/water-treatment/membrane-processes.html>.

MO, Joong Hwan; LEE, Yong Hwan; KIM, Jaephil; JEONG, Jae Yun; JEGAL, Jonggeon. Treatment of dye aqueous solutions using nanofiltration polyamide composite membranes for the dye wastewater reuse. **Dyes and Pigments**, [S. l.], v. 76, n. 2, p. 429–434, 2008. DOI: 10.1016/j.dyepig.2006.09.007.

MOHD SOHOR, Mohd Aizat Hafiz; MUSTAPHA, Mazli; CHANDRA KURNIA, Jundika. Silicon carbide- from synthesis to application: A review. **MATEC Web of Conferences**, [S. l.], v. 131, p. 1–6, 2017. DOI: 10.1051/mateconf/201713104003.

NETO, F. L.; PARDINI, L. C. **Compósitos estruturais: ciência e tecnologia**. [s.l.] : Edgard

Blücher, 2006. Disponível em: https://books.google.com.br/books?id=r_J4PgAACAAJ.

OYARCE, Estefanía; ROA, Karina; BOULETT, Andrés; SOTELO, Sebastián; CANTERO-LÓPEZ, Plinio; SÁNCHEZ, Julio; RIVAS, Bernabé L. Removal of dyes by polymer-enhanced ultrafiltration: An overview. **Polymers**, [S. l.], v. 13, n. 19, 2021. DOI: 10.3390/polym13193450.

PHILIP J. GUICHELAR. Acheson Process. **Carbide, nitride, and boride materials synthesis and processing**, [S. l.], p. 115–129, 1997.

POLETTO, Patrícia; DUARTE, Joicelei; THÜRMER, Mônica Beatriz; SANTOS, Venina Dos; ZENI, Mára. Characterization of polyamide 66 membranes prepared by phase inversion using formic acid and hydrochloric acid such as solvents. **Materials Research**, [S. l.], v. 14, n. 4, p. 547–551, 2011. DOI: 10.1590/S1516-14392011005000087.

QAISRANI, T. M.; SAMHABER, W. M. Impact of gas bubbling and backflushing on fouling control and membrane cleaning. **Desalination**, [S. l.], v. 266, n. 1–3, p. 154–161, 2011. DOI: 10.1016/j.desal.2010.08.019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.desal.2010.08.019>.

RAHMAN, Md Sajjadur; KHAN, Mubarak; ABSER, Md. **Formation and utilization of jute composite and observation of its physical properties and it's bio-degradability**. 2012. [S. l.], 2012. DOI: 10.13140/RG.2.2.24925.72168.

RIEDEL, R. **Handbook of Ceramic Hard Materials**. [s.l.] : Wiley, 2000. Disponível em: <https://books.google.com.br/books?id=rGYpvgAACAAJ>.

SAJAN, S.; PHILIP SELVARAJ, D. A review on polymer matrix composite materials and their applications. **Materials Today: Proceedings**, [S. l.], v. 47, n. xxxx, p. 5493–5498, 2021. DOI: 10.1016/j.matpr.2021.08.034. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.08.034>.

SCHOCH, K. F. **Nylon Plastics Handbook**. [s.l.] : Hanser/Gardner Publications, 2005. v. 12. DOI: 10.1109/mei.1996.537196. Disponível em: <https://books.google.com.br/books?id=oZibQgAACAAJ>.

WEJRZANOWSKI, Tomasz; TYMICKI, Emil; PLOCINSKI, Tomasz; BUCKI, Janusz Józef; TAN, Teck Leong. Design of SiC-doped piezoresistive pressure sensor for high-temperature applications. **Sensors**, [S. l.], v. 21, n. 18, p. 1–16, 2021. DOI: 10.3390/s21186066.

YALCINKAYA, Fatma; YALCINKAYA, Baturalp; HRUZA, Jakub. Electrospun Polyamide-6 Nanofiber Hybrid Membranes for Wastewater Treatment. **Fibers and Polymers**, [S. l.], v.

20, n. 1, p. 93–99, 2019. DOI: 10.1007/s12221-019-8820-4.

YAN, Jiangyi; NIE, Lihong; LI, Guiliang; ZHU, Yuanlu; GAO, Ming; WU, Ruili; WANG, Beifu. Graphene Oxide Modified Polyamide 66 Ultrafiltration Membranes with Enhanced Anti-Fouling Performance. **Membranes**, [*S. l.*], v. 12, n. 5, 2022. a. DOI: 10.3390/membranes12050458.

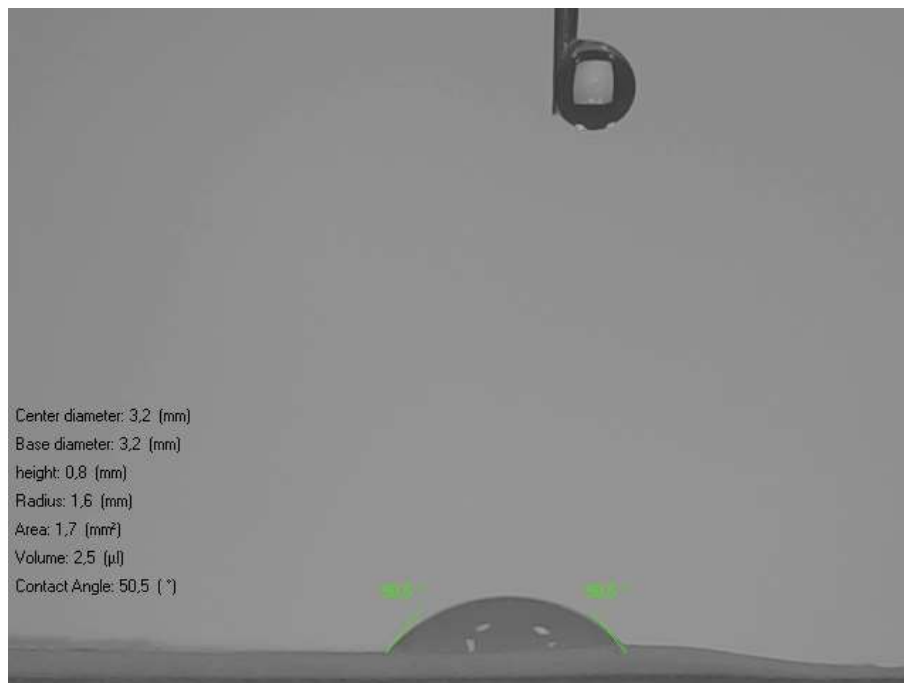
YAN, Jiangyi; NIE, Lihong; LI, Guiliang; ZHU, Yuanlu; GAO, Ming; WU, Ruili; WANG, Beifu. Axial Crystal Growth Evolution and Crystallization Characteristics of Bi-Continuous Polyamide 66 Membranes Prepared via the Cold Non-Solvent-Induced Phase Separation Technique. **Polymers**, [*S. l.*], v. 14, n. 9, 2022. b. DOI: 10.3390/polym14091706.

ZENI, Mara; RIVEROS, Raul; DE SOUZA, Jadison F.; MELLO, Kátia; MEIRELES, Carla; FILHO, Guimes Rodrigues. Morphologic analysis of porous polyamide 6,6 membranes prepared by phase inversion. **Desalination**, [*S. l.*], v. 221, n. 1–3, p. 294–297, 2008. DOI: 10.1016/j.desal.2007.03.012.

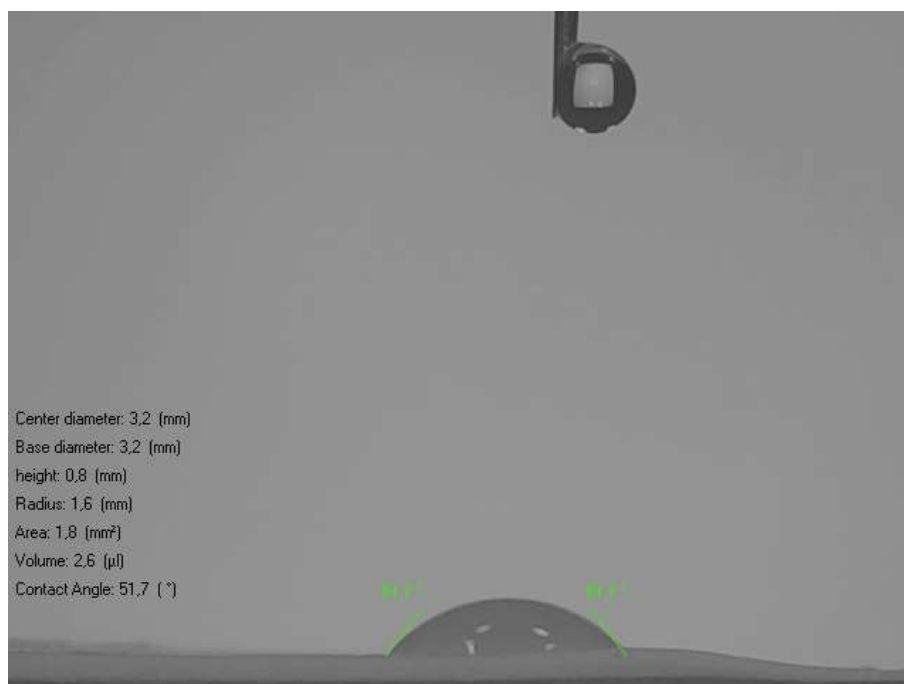
APÊNDICE

Membrana PA66-AC

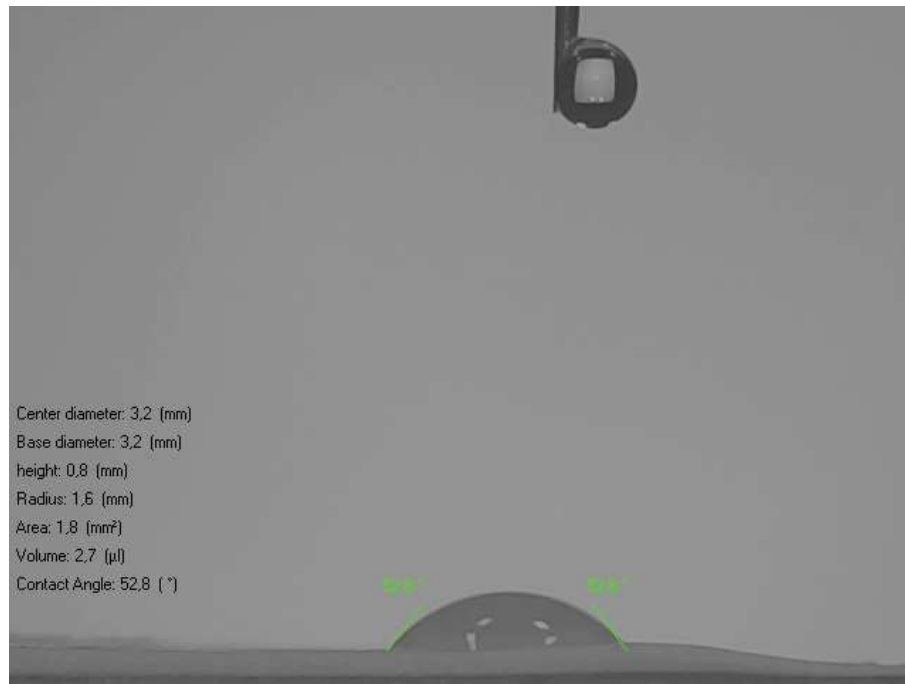
a) 50,5 °C



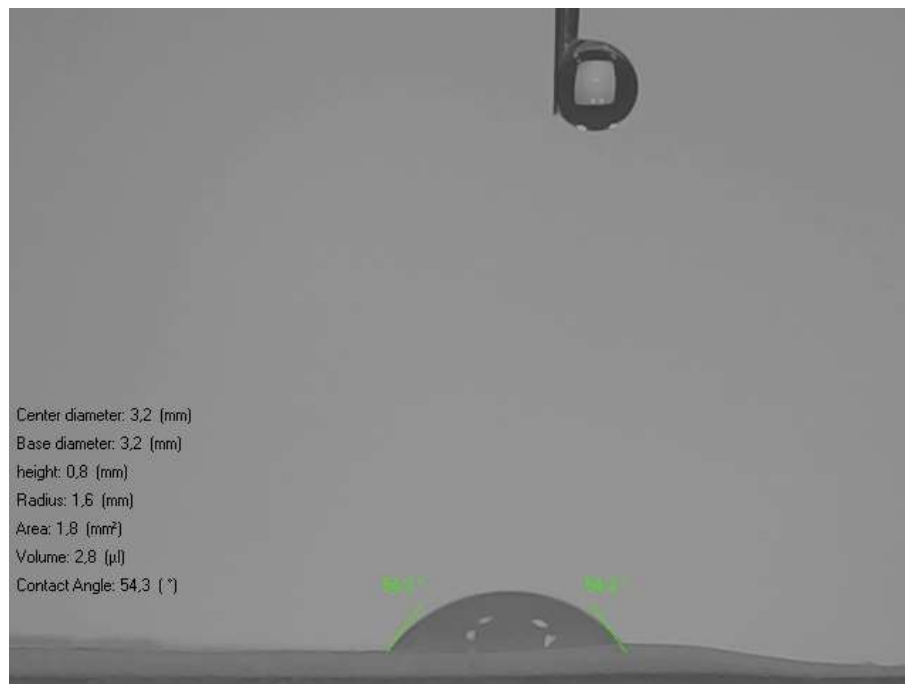
b) 51,7 °C



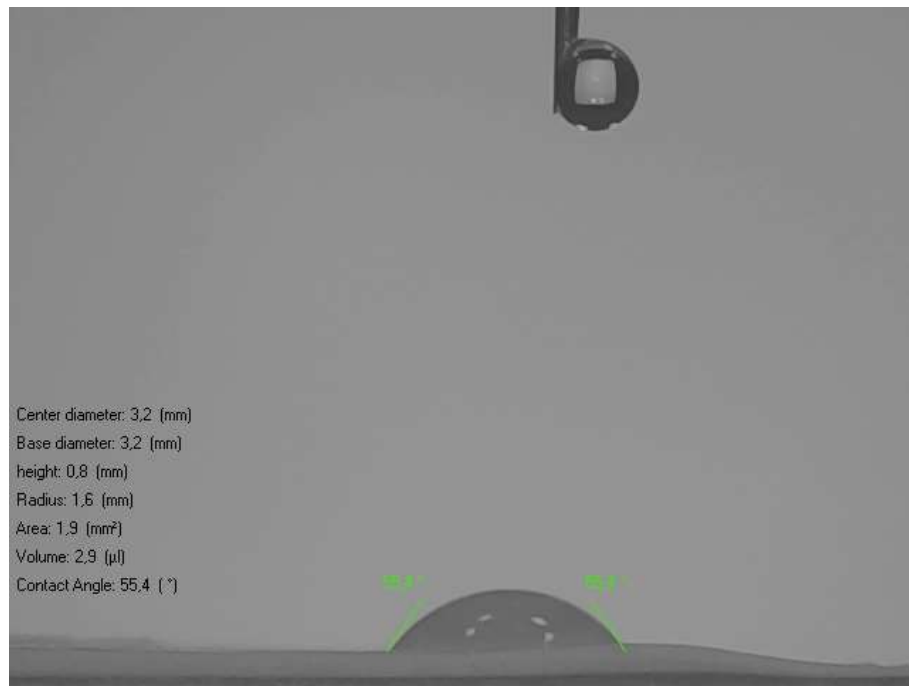
c) 52,8 °C



d) 54,3 °C



e) 55,4°



Membrana PA66-AC|H

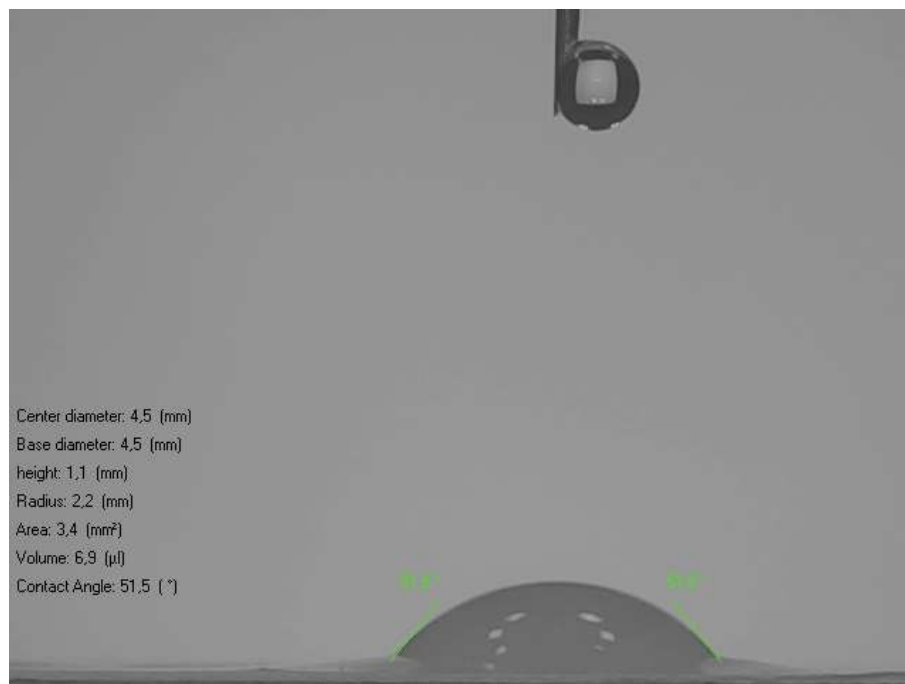
a) 50,0°



b) 50,5°



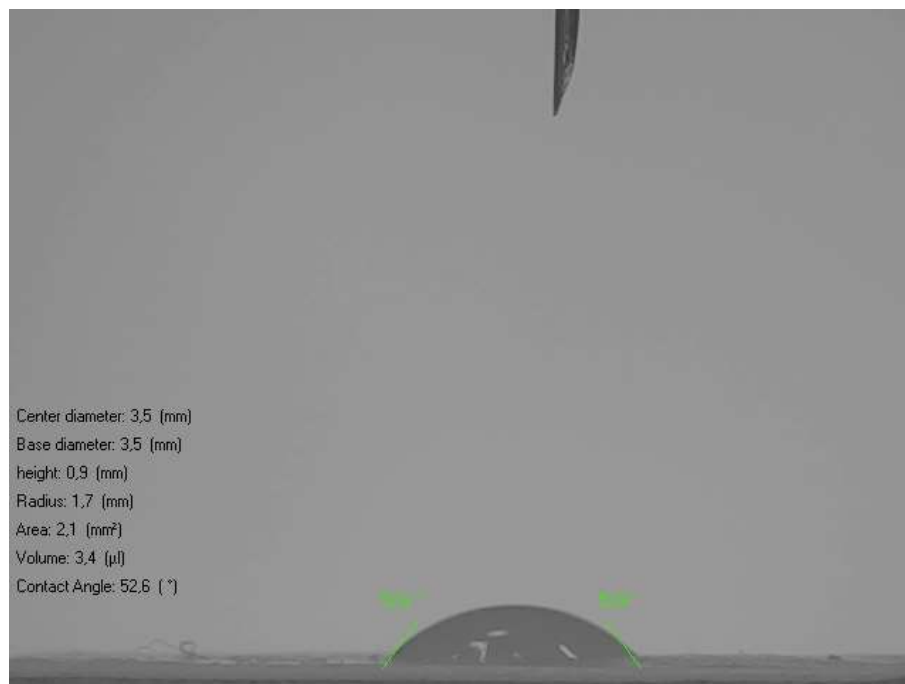
c) 51,5°



d) 51,9°



e) 52,6°

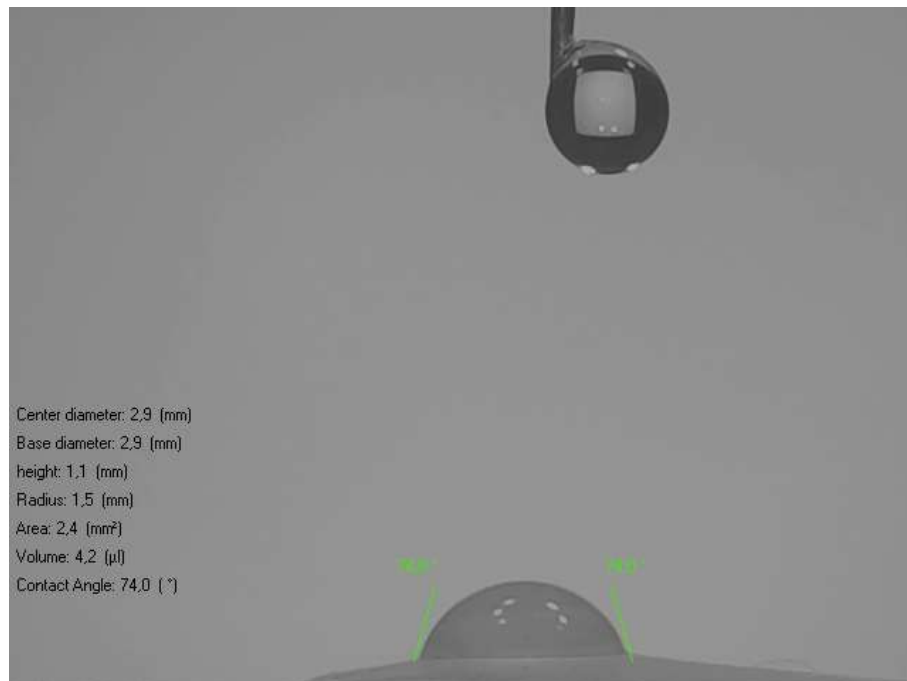


Membrana PA66-AF

a) 73,4°



b) 74,0°



c) 74,4°



d) 75,4°

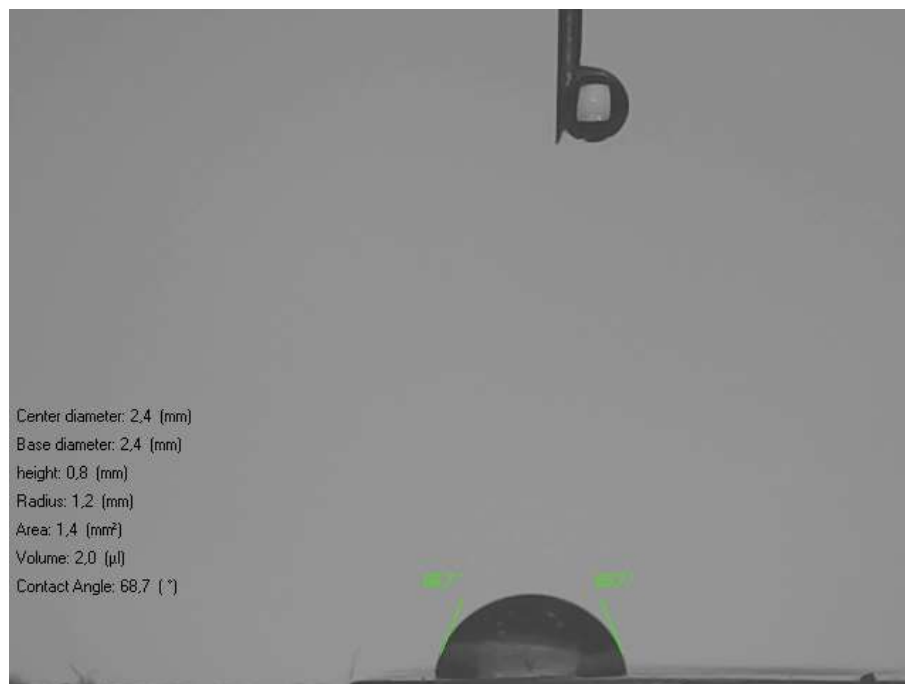


Membrana PA66-AF|H

a) 67,8°



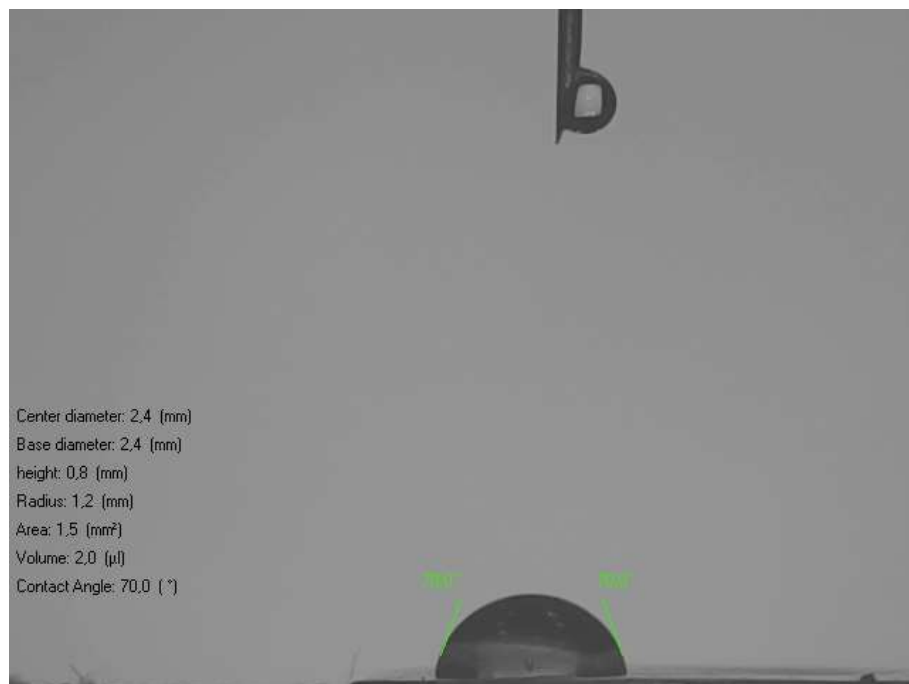
b) 68,7°



c) 69,6°



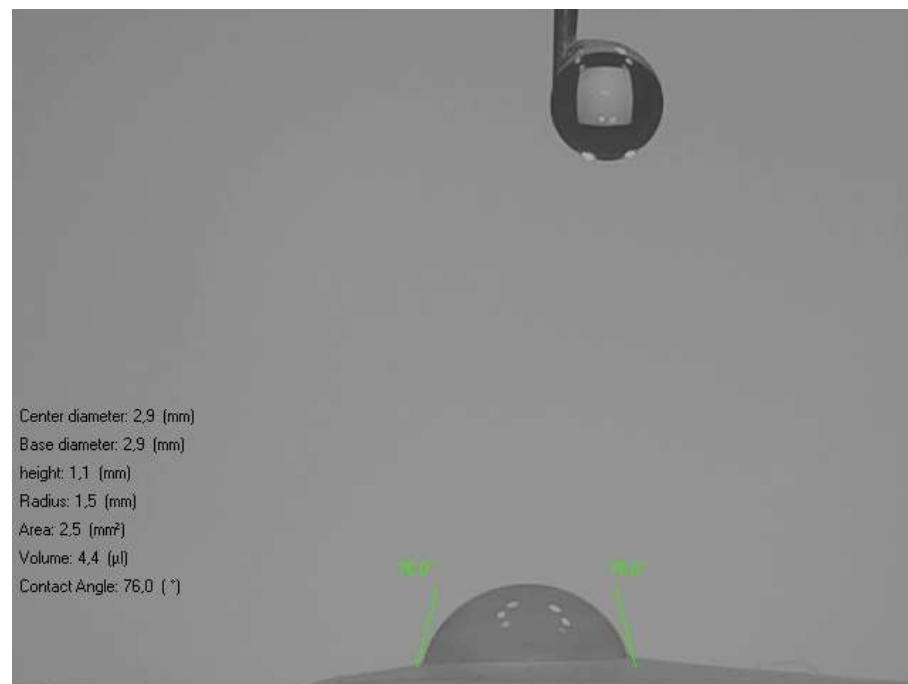
d) 70,0°



e) $72,8^\circ$



e) $76,0^\circ$



MEMORIAL DE CÁLCULO

Envelhecimento termooxidativo

Membrana PA66-AC						
Tempo	Amostra	Massa Inicial (g)	Massa perdida (g)	Massa perdida (%)	Média da massa perdida (%)	Desvio Padrão
360 h	A1	0,0245	0,0238	2,8571	2,8958	0,03869
	A2	0,0443	0,0430	2,9345		
720 h	A1	0,0245	0,0235	4,0816	4,0724	0,0092
	A2	0,0443	0,0425	4,0632		

Membrana PA66-AC H						
Tempo	Amostra	Massa Inicial (g)	Massa perdida (g)	Massa perdida (%)	Média da massa perdida (%)	Desvio Padrão
360 h	A1	0,0334	0,0313	6,2874	7,7655	1,4781
	A2	0,0238	0,0216	9,2436		
720 h	A1	0,0334	0,0291	12,8742	13,5799	0,70573
	A2	0,0238	0,0204	14,2857		

Membrana PA66-AF						
Tempo	Amostra	Massa Inicial (g)	Massa perdida (g)	Massa perdida (%)	Média da massa perdida (%)	Desvio Padrão
360 h	A1	0,1048	0,0956	8,7786	9,5949	0,8163
	A2	0,0778	0,0697	10,4113		
720 h	A1	0,1048	0,0942	10,1145	10,5199	0,4054
	A2	0,0778	0,0693	10,9254		

Membrana PA66-AF H						
Tempo	Amostra	Massa Inicial (g)	Massa perdida (g)	Massa perdida (%)	Média da massa perdida (%)	Desvio Padrão
360 h	A1	0,0899	0,0824	8,3426	7,3059	1,0366
	A2	0,0973	0,0912	6,2692		
720 h	A1	0,0899	0,0824	8,3426	7,4087	0,9338
	A2	0,0973	0,0910	6,4748		

$$Rp_{m\acute{a}x} = \frac{2 \sigma}{\Delta P}$$

Membrana PA66-AC				
	Pressão (N/m ²)	Raio Mximo (m)	Mdia do Raio Mximo (m)	Desvio Padro
A1	88000	1,7045	1,6842	1,1298*10 ⁻⁷
A2	96000	1,5625		
A3	84000	1,7857		

Membrana PA66-AC H				
	Presso (N/m ²)	Raio Mximo (m)	Mdia do Raio Mximo (m)	Desvio Padro
A1	81000	1,8518	1,7878	7,5536*10 ⁻⁸
A2	88000	1,7045		
A3	83000	1,8072		

Membrana PA66-AF				
	Presso (N/m ²)	Raio Mximo (m)	Mdia do Raio Mximo (m)	Desvio Padro
A1	23000	6,5217	6,8275	3,1066*10 ⁻⁷
A2	22000	6,8181		
A3	21000	7,1428		

Membrana PA66-AF H				
	Presso (N/m ²)	Raio Mximo (m)	Mdia do Raio Mximo (m)	Desvio Padro
A1	50000	3,0000	3,0032	1,2022*10 ⁻⁷
A2	48000	3,1250		
A3	52000	2,8846		

Absoro de gua

$$Absoro \text{ de } \acute{a}gua(\%) = \left[\frac{(W_w - W_d)}{W_w} \right] \times 100\%$$

Membrana PA66-AC					
	Wd(g)	Ww(g)	Absoro de gua (%)	Mdia da Absoro (%)	Desvio Padro
A1	0,0355	0,1324	73,1873	73,7102	0,45287
A2	0,0377	0,1448	73,9640		
A3	0,0274	0,1053	73,9791		

Membrana PA66-AC H					
--------------------	--	--	--	--	--

	Wd(g)	Ww(g)	Absorção de água (%)	Média da Absorção (%)	Desvio Padrão
A1	0,0162	0,0703	76,9559	76,0873	0,9282
A2	0,0228	0,0916	75,1091		
A3	0,0174	0,0731	76,1969		

Membrana PA66-AF					
	Wd(g)	Ww(g)	Absorção de água (%)	Média da Absorção (%)	Desvio Padrão
A1	0,0652	0,0925	29,5135	24,8444	6,5950
A2	0,0897	0,1125	20,1866		
A3	0,0563	0,0749	24,8331		

Membrana PA66-AF H					
	Wd(g)	Ww(g)	Absorção de água (%)	Média da Absorção (%)	Desvio Padrão
A1	0,0554	0,0730	24,1095	23,5289	2,6831
A2	0,0632	0,0796	20,6030		
A3	0,1272	0,1716	25,8741		

Porosidade

$$\varepsilon = \left[\frac{(W_w - W_d)}{V_m \rho_a} \right]$$

Dados comuns	
Densidade da água (g/cm ³)	0,9988
Raio (cm)	1
Área (cm ²)	3,1415

Membrana PA66-AC					
	Espessura da membrana (mm)	Volume(cm ³)	Porosidade (%)	Porosidade Média (%)	Desvio Padrão
A1	0,46	0,1445	67,1890	66,6784	0,8536
A2	0,52	0,1633	65,6929		
A3	0,37	0,1162	67,1534		

Membrana PA66-AC H					
	Espessura da membrana (mm)	Volume(cm ³)	Porosidade (%)	Porosidade Média (%)	Desvio Padrão
A1	0,24	0,0753	71,8982	73,8642	1,8908
A2	0,29	0,0911	75,6698		
A3	0,24	0,0753	74,0246		

Membrana PA66-AF					
------------------	--	--	--	--	--

	Espessura da membrana (mm)	Volume(cm ³)	Porosidade (%)	Porosidade Média (%)	Desvio Padrão
A1	0,21	0,0659	41,4644	37,1933	6,7005
A2	0,22	0,0691	32,9250		
A3	0,21	0,0659	37,2504		

Membrana PA66-AF H					
	Espessura da membrana (mm)	Volume(cm ³)	Porosidade (%)	Porosidade Média (%)	Desvio Padrão
A1	0,16	0,0502	35,0852	36,7035	6,8867
A2	0,17	0,0534	30,7699		
A3	0,32	0,1005	44,2553		

Raio Médio dos Poros

$$\text{Raio Médio dos Poros} = \sqrt{\frac{8\eta l Q(2,9 - 1,75\varepsilon)}{\varepsilon P A}}$$

Dados comuns	
Viscosidade cinemática da água 25°C (m ² /s)	8,930 * 10 ⁻⁷
Pressão (bar)	1
Raio (cm)	2,1
Área (m ²)	1,661 * 10 ⁻³

Transformação do Fluxo a 1 bar de l/m ² .h para m ³ /s				
	J (l/m ² .h)	Área (m ²)	Q(l/h)	J(m ³ /s)
PA66-AC	137,0764	1,661 * 10 ⁻³	0,2276	6,3242*10 ⁻⁸
PA66-AC H	236,3468	1,661 * 10 ⁻³	0,3925	1,0904*10 ⁻⁷
PA66-AF	129,9942	1,661 * 10 ⁻³	0,2159	5,9975*10 ⁻⁸
PA66-AF H	58,73301	1,661 * 10 ⁻³	0,0975	2,7098*10 ⁻⁸

$$J \text{ (l/m}^2\text{/h)} * \text{Área em m}^2 = Q \text{ (l/h)} \rightarrow J \text{ (m}^3\text{/s)}$$

$$\text{Raio Médio dos Poros} = \sqrt{\frac{8\eta l Q(2,9 - 1,75\varepsilon)}{\varepsilon P A}}$$

Membrana PA66-AC						
	Espessura da membrana (m)	J (m ³ /s)	Porosidade	Raio Médio (µm)	Média do Raio Médio(µm)	Desvio Padrão
A1	0,00024	6,3242*10 ⁻⁸	0,6718	0,1318	0,1327	1,5951*10 ⁻⁷
A2	0,00025	6,3242*10 ⁻⁸	0,6569	0,1343		
A3	0,00024	6,3242*10 ⁻⁸	0,6715	0,1319		

Membrana PA66-AC H					
--------------------	--	--	--	--	--

	Espessura da membrana (m)	J (m ³ /s)	Porosidade	Raio Médio (μm)	Média do Raio Médio(μm)	Desvio Padrão
A1	0,00025	1,0904*10 ⁻⁷	0,7189	0,1633	0,1595	3,6898*10 ⁻⁷
A2	0,00023	1,0904*10 ⁻⁷	0,7566	0,1560		
A3	0,00023	1,0904*10 ⁻⁷	0,7402	0,1591		

Membrana PA66-AF						
	Espessura da membrana (m)	J (m ³ /s)	Porosidade	Raio Médio (μm)	Média do Raio Médio(μm)	Desvio Padrão
A1	0,00035	5,9975*10 ⁻⁸	0,4146	0,2011	0,2302	2,7703*10 ⁻⁶
A2	0,00033	5,9975*10 ⁻⁸	0,3293	0,2332		
A3	0,00031	5,9975*10 ⁻⁸	0,2825	0,25627		

Membrana PA66-AF H						
	Espessura da membrana (m)	J (m ³ /s)	Porosidade	Raio Médio (μm)	Média do Raio Médio(μm)	Desvio Padrão
A1	0,00034	2,7098*10 ⁻⁸	0,3508	0,1506	0,1478	1,7267*10 ⁻⁶
A2	0,00031	2,7098*10 ⁻⁸	0,3076	0,1635		
A3	0,00030	2,7098*10 ⁻⁸	0,4425	0,1293		