

6º CONGRESSO BRASILEIRO DE PESQUISA E DESENVOLVIMENTO EM PETRÓLEO E GÁS



TÍTULO DO TRABALHO:

Estudo Morfológico de Membranas Poliméricas Obtidas a Partir de Blendas de PA6/PPgAA e PA6/PP/PPgAA

AUTORES:

Elieber Barros Bezerra^{1*}; Karine Castro Nóbrega¹; Paula Simone Soares de Medeiros²; Carlos Thiago Candido Cunha³; Edcleide Maria Araújo¹; Tomás Jeferson Alves de Melo¹

INSTITUIÇÃO:

¹Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais - UAEMat, Universidade Federal de Campina Grande - UFCG, Av. Aprígio Veloso, 882, Bodocongó. Caixa Postal 10034, CEP 58.109-970, Campina Grande/PB, *elieberbarros@hotmail.com

Este Trabalho foi preparado para apresentação no 6º Congresso Brasileiro de Pesquisa e Desenvolvimento em Petróleo e Gás- 6º PDPETRO, realizado pela Associação Brasileira de P&D em Petróleo e Gás-ABPG, no período de 09 a 13 de outubro de 2011, em Florianópolis-SC. Esse Trabalho foi selecionado pelo Comitê Científico do evento para apresentação, seguindo as informações contidas no documento submetido pelo(s) autor(es). O conteúdo do Trabalho, como apresentado, não foi revisado pela ABPG. Os organizadores não irão traduzir ou corrigir os textos recebidos. O material conforme, apresentado, não necessariamente reflete as opiniões da Associação Brasileira de P&D em Petróleo e Gás. O(s) autor(es) tem conhecimento e aprovação de que este Trabalho seja publicado nos Anais do 6ºPDPETRO.

Estudo Morfológico de Membranas Poliméricas Obtidas a Partir de Blendas de PA6/PPgAA e PA6/PP/PPgAA

Abstract

The morphological study of polymeric membranes has become increasingly important because of the job you are called and which have different structures. In this work, polymeric membranes made from blends of PA6/PPgAA and PA6/PP/PPgAA, obtained by phase inversion method were studied in relation to its morphology. The analysis of morphological profile was through SEM micrographs. Noting the asymmetric membrane formation and the membranes had a surface with a lower amount and size of pores. The membranes obtained from the ternary blends showed their morphology in areas of large quantities of PP, as compared with the binary, this is due to immiscibility of polypropylene with polyamide.

Keywords: morphological, membranes, blends

Introdução

De uma maneira geral, uma membrana é uma barreira que separa duas fases e que restringe total ou parcialmente o transporte de uma ou várias espécies químicas presentes nas fases (HABERT et al., 2006).

As membranas podem ser originadas a partir de blendas poliméricas, onde estas são materiais projetados e produzidos por uma mistura de dois ou mais polímeros e/ou copolímeros para se obter novos materiais com propriedades intermediárias ou superiores àquelas dos polímeros individuais (FEITOSA, 2008).

Blendas poliméricas produzidas com a combinação de termoplásticos de engenharia como as poliamidas (PA) e poliolefinas, como o polipropileno (PP), são sistemas poliméricos importantes para obter materiais com uma extensa gama de características físicas, químicas e mecânicas e, ainda apresentam a possibilidade de reciclagem desses materiais. As poliolefinas melhoram a processabilidade, diminuem a higroscopicidade das poliamidas e as poliamidas aumentam a resistência mecânica e a permeabilidade (FEITOSA, 2008).

As aplicações dessas blendas poliméricas abrangem vários segmentos, dentre os quais merece destaque o emprego em processos de separação por membranas. Essas membranas caracterizam-se quanto à seletividade entre duas fases, onde a passagem do soluto relaciona-se a distribuição e tamanho dos poros das membranas. Em geral, a corrente de alimentação é fracionada em duas correntes, uma de concentrado ou retido, formada pelos componentes maiores do que os poros mínimos da membrana e, a outra de permeado, constituída pelos componentes menores, que atravessam a membrana.

Neste trabalho, foram realizadas análises morfológicas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), de membranas poliméricas obtidas a partir de blendas binárias de poliamida6 (PA6) com polipropileno enxertado com anidrido maléico (PPgAA) e ternárias de PA6/PP/PPgAA.

Metodologia

Materiais Utilizados

Para esta pesquisa, foram utilizados os seguintes materiais: Para a obtenção das blendas foi utilizado a Poliamida6 (PA6) fornecida pela Rhodia/SP, sob o código Technyl® C 216, MM= 10.500 g/mol, IV = 134 ml/g, o Polipropileno (PP) fornecido pela Braskem/RS sob o código H103 (IF= 40g/10min) e o Agente Compatibilizante, Polipropileno Enxertado com 6% de Ácido Acrílico (PPgAA), Polybond 1001 (IF=40g/10min) fornecido pela Chemtura/SP. Para dissolver as blendas para a respectiva preparação das membranas, utilizou-se o solvente Ácido Fórmico PA com 98% de pureza, fabricado pela Vetec/SP Produtos para Laboratório Ltda.

Obtenção das Blendas

A composição das blendas foi 90/10 (% em peso) para a blenda binária de PA6/PPgAA e 90/5/5 (% em peso) para as blendas ternárias de PA6/Compatibilizante/PP. Estas composições foram escolhidas com base nos trabalhos de Agrawal (2007) e Cunha (2011).

As misturas de PA6 e PP foram realizadas em extrusora de rosca dupla co-rotacional (ZSK-18 da Coperion). As condições utilizadas foram de 180-240 °C, velocidade de rotação da rosca foi de 250 rpm e taxa de alimentação de 5kg/h. O material resultante foi granulado após sua extrusão e secado em estufa sob vácuo a 80°C por 24h. Antes de qualquer etapa de processamento a poliamida 6 (PA6) e o agente compatibilizante foram secados sob vácuo na temperatura de 80°C por 24h em estufa.

Preparação das Membranas

As blendas foram diluídas em ácido fórmico. A dissolução da blenda foi alcançada sob agitação em torno de 1 hora e, logo em seguida, foi acrescida a 60±5 °C, também sob agitação e por mais uma hora, para que favorecesse a dissolução do PP presente na blenda, conforme reportado por Cunha (2011).

As membranas foram obtidas mediante de acordo com o seguinte procedimento: a solução ainda a quente foi vertida em uma placa de vidro e puxada com o bastão para a produção da membrana. Tanto a placa quanto o bastão ficaram antes em uma estufa a 60°C por aproximadamente 1 hora. Posteriormente, o conjunto foi submetido ao banho em água destilada na temperatura ambiente (25±2 °C), de forma que as placas ficassem inteiramente submersas.

As membranas permaneceram no banho de água destilada até que sua precipitação fosse concluída, em torno de 3 minutos. Logo após, as mesmas foram retiradas das placas, lavadas com água destilada e, posteriormente, secadas na temperatura ambiente.

Caracterização dos Materiais

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Foi empregado o microscópio eletrônico de varredura da Shimadzu, modelo TM 1000 do Laboratório de Caracterização de Materiais da UAEMA/UFCG. As membranas obtidas foram avaliadas em sua superfície de topo e seção transversal. Para análise da seção transversal, as amostras foram fraturadas em nitrogênio líquido para evitar deformação plástica. As superfícies das amostras foram revestidas com ouro.

Resultados e Discussão

Caracterização das membranas

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Fotomicrografias de MEV foram obtidas para todas as membranas para analisar as superfícies de topo e seção transversal. O estudo consistiu em averiguar e confrontar qualitativamente o tamanho, a quantidade e a distribuição dos poros.

Superfície de topo das membranas

As fotomicrografias de topo das membranas das blendas binárias e ternárias estão apresentadas nas Figuras 1-3.

Analizando as imagens nas Figuras 2 e 3, pode-se averiguar que as membranas obtidas das blendas binárias e ternárias, em geral, apresentaram uma superfície homogênea com menor número e tamanho de poros quando comparadas a membrana obtida de PA6 pura, ver Figura 1. Observam-se pequenas partículas brancas nas superfícies das membranas obtidas das blendas, isto se deve a dificuldade de dissolução ou da própria insolubilidade do PP no ácido fórmico. Outro fator importante no qual pode ser observado nas Figuras 2 e 3 é que as blendas binárias apresentaram menor quantidade de partículas brancas quando comparadas com as blendas ternárias, isso se deve ao fato de blendas ternárias possuírem em sua estrutura de formação o polipropileno, dificultando a dissolução nesta blenda.

A camada de topo da membrana é característica de membranas assimétricas, obtidas pelo método de imersão-precipitação, e é responsável pela seletividade da membrana. Portanto, pode-se inferir que as camadas das membranas obtidas com as blendas possuem maior capacidade seletiva por apresentar poros com dimensões inferiores.

Segundo Lin et al. (2002), a morfologia das membranas de poliamida é alterada em função da cristalinidade alcançada no processo de inversão de fase dos filmes. A espessura da camada seletiva pode ser controlada alterando-se parâmetros no processo de obtenção das membranas, sejam eles temperatura da solução ou tempo de exposição.

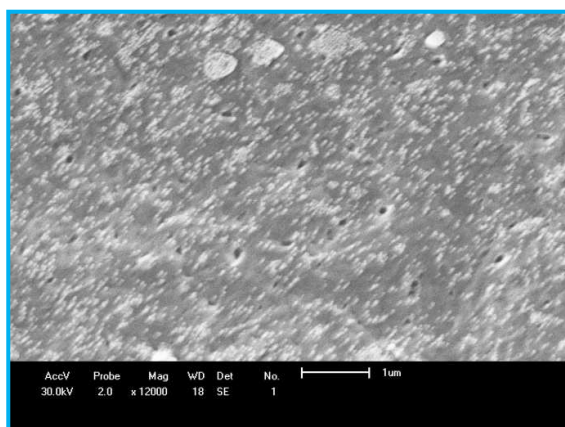


Figura 1. Fotomicrografia de MEV obtida na superfície de topo da membrana de PA6.

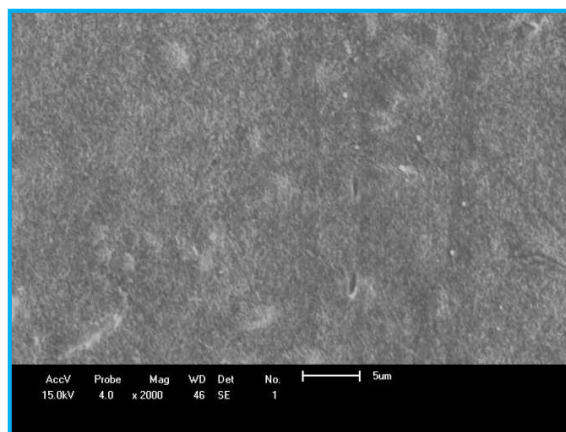


Figura 2. Fotomicrografia de MEV obtida na superfície de topo da membrana de PA6/PPgAA .

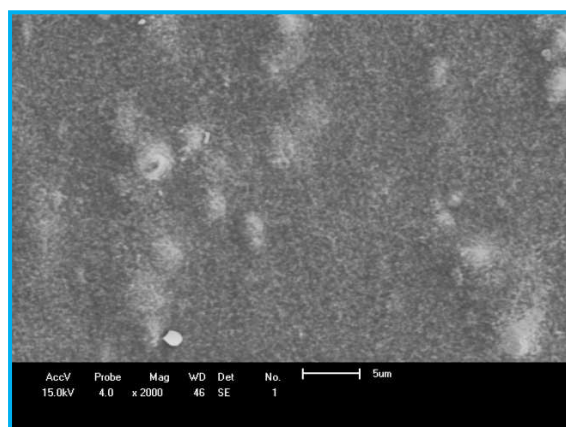


Figura 3. Fotomicrografia de MEV obtida na superfície de topo da membrana de PA6/PP/PPgAA.

Seção transversal das membranas

Nas Figuras 4-6 são observadas as análises por MEV das seções transversais das membranas de poliamida 6 e das blendas binárias e ternárias, respectivamente. Em relação à camada de topo, observa-se na seção transversal da PA6 (Figura 4) que possui maior espessura se comparada com as das blendas (Figuras 5 e 6). É possível que o método empregado durante a produção das membranas influenciou para que houvesse uma tendência de uma pele filtrante mais espessa. Isso se deve ao fato que banho se depara numa temperatura inferior à etapa de espalhamento, ou seja, com a variação de temperatura nas membranas geradas com o banho é maior, há um choque térmico maior, a coagulação também é mais pausada, logo, assim como Petrus (1997), regiões mais esponjosas foram beneficiadas na morfologia dessas membranas.

Nas Figuras 5 e 6 observa-se a fase do polipropileno disperso na matriz de poliamida na forma de domínios aproximadamente esféricos e alongados. Comparando a morfologia das blendas binárias, Figura 5, com as ternárias, Figura 6, é observada que para a blenda binária o número e o tamanho de partículas são menores, isto é devido a reação do PP funcionalizado com ácido acrílico com os grupos terminais da poliamida 6.

Nas composições estudadas é possível examinar que a presença de PP e de PP/compatibilizantes alterou significativamente a morfologia, a distribuição e a uniformidade dos poros das membranas de PA6.

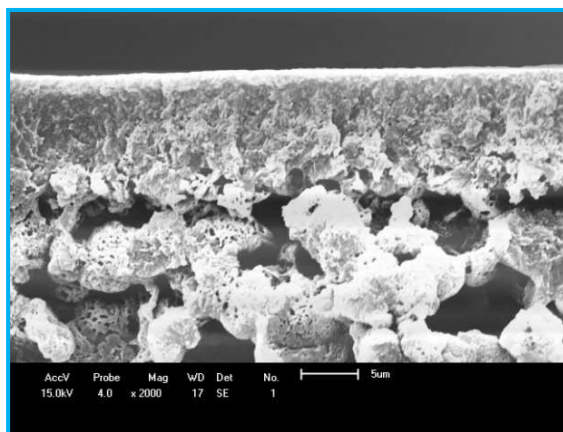


Figura 4. Fotomicrografia de MEV obtida na seção transversal da membrana PA6.

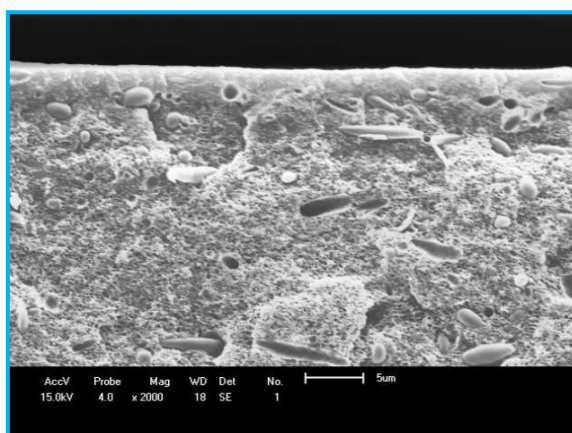


Figura 5. Fotomicrografia de MEV obtida na seção transversal da membrana PA6/PPgAA.

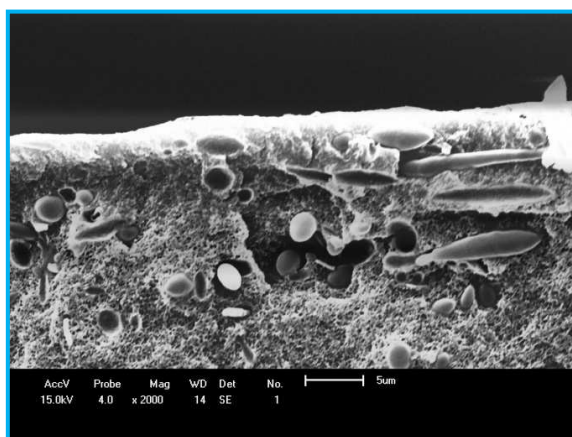


Figura 6. Fotomicrografia de MEV obtida na seção transversal da membrana PA6/PP/PPgAA.

Conclusões

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

Membranas microporosas assimétricas foram obtidas a partir de blendas binárias de PA6/PP e ternária de PA6/PP/compatibilizantes.

As membranas não apresentaram uma camada filtrante delimitada, em geral, apresentaram uma superfície com menor quantidade e tamanho de poros.

As membranas de PA6/PP/PPgAA e PA6/PPgAA apresentaram poros com formato não definidos, mas com boa distribuição e morfologia esponjosa.

As membranas ternárias apresentaram em sua morfologia grandes quantidades de domínios de PP, se comparadas com as binárias, isso se deve a imiscibilidade do polipropileno com a poliamida.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Rhodia pelo fornecimento da poliamida6 (PA6), à Braskem/RS pelo fornecimento do Polipropileno (PP), à Chemtura/SP pelo fornecimento do agente compatibilizante Polipropileno Enxertado com 6% de Ácido Acrílico (PPgAA), ao LabMat (Laboratório de Engenharia de Materiais/CCT/UFCG), ao MCT/CNPq, MCT/CNPq/CTPetro e ao PRH-25/ANP pelo auxílio financeiro.

Referências Bibliográficas

AGRAWAL, P. **Influência do tipo de polietileno e de compatibilizantes no desempenho de blendas de poliamida 6/ polietileno**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais), Centro de Ciências e Tecnologia. Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2007.

CUNHA, C. T. C., **Desenvolvimento de Membranas a partir de Blendas de PA6/PEAD/Compatibilizantes**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais). Centro de Ciências e Tecnologia. Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2011.

FEITOSA, M. A. F.; **Compatibilização de Blenda Polimérica de Poliamida 6,6/Polietileno de Baixa Densidade Utilizando Radiação Ionizante de Feixe de Elétrons**. Dissertação (Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear). Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN, São Paulo, 2008.

HABERT, A. C., BORGES, C. P., NÓBREGA, R. **Processos de Separação por Membranas**. 1a ed. Rio de Janeiro. E-papers Serviços Editoriais Ltda. 2006.

LIN, D. J.; CHENG, L.. P.; LIN, S. P. Effect of compatible nucleation seeds on the morphology of porous Nylon 6 membrane. **Desalination**. v.145, p.31-37, 2002.

PETRUS, J.C.C., **Preparação, modificação e caracterização de membranas assimétricas para clarificação de suco de frutas**. Tese (Doutorado) em Engenharia de Alimentos, UEC, Campinas, SP, 1997.