



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
CENTRO DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA TÊXTIL**

SUZANNA RANI CRISTINA ALVES DE SOUSA

**SÍNTESE DE MEMBRANA HÍBRIDA DE POLISSUFONA COM ÓXIDO DE ZINCO
PARA LIMPEZA DE EFLUENTES TÊXTEIS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil (PPgET) na Universidade Federal do Rio Grande do Norte, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Têxtil.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Amanda Melissa Damiano Leite

Co-orientadora: Prof^a. Dr^a. Késia Karina de Oliveira Souto Silva

NATAL

2023

SUZANNA RANI CRISTINA ALVES DE SOUSA

**SÍNTESE DE MEMBRANA HÍBRIDA DE POLISSUFONA COM ÓXIDO DE ZINCO
PARA LIMPEZA DE EFLUENTES TÊXTEIS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Têxtil (PPGET) na Universidade Federal do Rio Grande do Norte, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Têxtil.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Amanda Melissa Damião Leite

Coorientadora: Prof^a. Dr^a. Késia Karina de Oliveira Souto Silva

NATAL

2023

Universidade Federal do Rio Grande do Norte - UFRN
Sistema de Bibliotecas - SISBI
Catalogação de Publicação na Fonte. UFRN - Biblioteca Central Zila Mamede

Sousa, Suzanna Rani Cristina Alves de.
Síntese de membrana híbrida de polissufona com óxido de zinco
para limpeza de efluentes têxteis / Suzanna Rani Cristina Alves
de Sousa. - 2023.
39f.: il.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio Grande
do Norte, Centro de Tecnologia, Programa de Pós-Graduação em
Engenharia Têxtil, Natal, 2025.
Orientação: Dra. Amanda Melissa Damião Leite.
Coorientação: Dra. Késia Karina de Oliveira Souto Silva.

1. Membranas poliméricas - Dissertação. 2. Limpeza de
Efluentes Têxteis - Dissertação. 3. Óxido de Zinco - Dissertação.
I. Leite, Amanda Melissa Damião. II. Silva, Késia Karina de
Oliveira Souto. III. Título.

RN/UF/BCZM

CDU 677

Aos meus pais, Inês Cristina e Moacir Júnior, que sempre apoiaram minha vida profissional e fizeram de tudo para que eu estivesse aqui hoje

Dedico

AGRADECIMENTOS

À FAPERN e à CAPES pelo fomento à pesquisa concedido.

A minha orientadora Profa. Amanda Leite e minha co-orientadora Profa. Késia Souto pelo suporte e orientação durante toda pesquisa.

Aos bolsistas Pós-doc Murilo Macedo e Ivan Alves que também colaboraram nesse trabalho.

Aos técnicos responsáveis pelo LAMMEN, Maxwell Libório e Marcos Araújo, pela parceria e auxílio durante a realização de todos os experimentos realizados.

SUMÁRIO

RESUMO	vi
ABSTRACT	vii
LISTA DE ILUSTRAÇÕES	viii
1 INTRODUÇÃO	10
1.1 Objetivo geral	12
1.2 Objetivos específicos	12
2 REVISÃO DA LITERATURA	12
2.1 Caracterização de efluentes têxteis	12
2.2 Efluentes derivados do tingimento têxtil	15
2.3 Legislações CONAMA 357 e 430	17
2.4 Processos convencionais de tratamento	18
2.4.1 Métodos biológicos	19
2.4.2 Métodos físico-químicos	19
2.5 Processos de separação de membranas	20
2.6 Preparação de membranas	23
2.7 Membranas poliméricas na limpeza de efluentes têxteis	23
2.7.1 Membranas de Polissufona (PSU)	24
2.7.1.1 Membranas híbridas	25
2.7.1.2 Óxido de Zinco (ZnO)	26
3 MATERIAIS E MÉTODOS	29
3.1 Materiais	29
3.2 Preparação das membranas	29
3.3 Composição das membranas	30
3.4 Ensaio de fluxo	30
3.5 Caracterização de materiais	31
3.5.1 Difração de Raio-X (DRX)	31

3.5.2	Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)	31
3.5.3	Análise de Ângulo de Contato	31
3.5.4	Porosidade Aparente	32
3.5.5	Microscopia de Força Atômica (AFM)	32
3.5.6	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	32
3.6	Preparação do efluente têxtil simulado	33
3.7	Caracterizações do efluente têxtil simulado e tratado segundo a CONAMA 430/2011	33
3.7.1	Análise de cor e turbidez	33
3.7.2	Análise de pH	34
3.7.3	Temperatura	34
3.7.4	Oxigênio Dissolvido (DQO)	34
3.7.5	Condutividade elétrica	35
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	35
5	CONCLUSÕES	47
6	TRABALHOS APRESENTADOS EM CONGRESSOS	48
6.1	Síntese de Membrana Híbrida de Polissulfona com Óxido de Zinco para Limpeza de Efluentes Têxteis - Link	48
6.2	Produção e Caracterização de Membranas de Polissulfona para Tratamento de Efluentes Têxteis	48
7	PERSPECTIVAS DE ESTUDOS FUTUROS	49
	REFERÊNCIAS	50

RESUMO

SÍNTESE DE MEMBRANA HÍBRIDA DE POLISSUFONA COM ÓXIDO DE ZINCO PARA LIMPEZA DE EFLUENTES TÊXTEIS

Devido ao grande volume dos efluentes advindos da indústria têxtil, que provoca contaminação ambiental de corpos hídricos, faz-se necessário realizar de tratamento para reutilização ou despejo correto dessas águas residuárias. Este trabalho tem como objetivo produzir uma membrana de polissulfona (PSU) com a adição de óxido de zinco (ZnO) para retirada de cor do efluente têxtil simulado proveniente do tingimento. Para produção das membranas puras e híbridas foi utilizada a técnica de inversão de fases. As membranas produzidas foram analisadas por FTIR, DRX, MEV, AFM, Porosidade Aparente e Ângulo de contato. Os resultados do difratograma das membranas mostraram picos característicos da PSU. O espectro na região do infravermelho das membranas híbridas apontou bandas características da polissulfona sobrepostas às bandas características do ZnO. As análises MEV e AFM mostraram um aumento de rugosidade nas membranas com adição de ZnO e alterações nas estruturas transversais das membranas com óxido de zinco. As análises de porosidade aparente e ângulo de contato apontaram para uma maior molhabilidade das membranas híbridas. As membranas foram obtidas com sucesso e todas removeram mais de 80% da coloração do efluente simulado, demonstrando potencial uso para tratamento de efluentes têxteis.

Palavras-chave: Membranas poliméricas, tratamento de efluentes têxteis, sustentabilidade, óxido de zinco, polissulfona, poluição, bactericida.

ABSTRACT

SYNTHESIS OF HYBRID MEMBRANE OF POLYSUPHONE WITH ZINC OXIDE FOR CLEANING TEXTILE EFFLUENTS

Due to the large volume of effluents from the textile industry, which causes environmental contamination of water bodies, it is necessary to carry out treatment for the reuse or correct disposal of these wastewater. This study aims to produce a polysulfone (PSU) membrane with the addition of zinc oxide (ZnO) for the removal of color from simulated textile effluent resulting from dyeing. The phase inversion technique was used for the production of both pure and hybrid membranes. The produced membranes were analyzed using FTIR, XRD, SEM, AFM, Apparent Porosity, and Contact Angle. The diffractogram results of the membranes showed characteristic peaks of PSU. The infrared spectrum of the hybrid membranes indicated bands characteristic of polysulfone overlaid with bands characteristic of ZnO. SEM and AFM analyses revealed an increase in roughness in membranes with the addition of ZnO and alterations in the cross-sectional structures of membranes with zinc oxide. Apparent porosity and contact angle analyses suggested greater wettability of the hybrid membranes. The membranes were successfully obtained, and all removed more than 80% of the color from the simulated effluent, demonstrating potential use for treating textile effluents.

Key words: Polymeric membranes, textile wastewater treatment, sustainability, zinc oxide, polysulfone, pollution, bactericidal.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

FIGURA 1 – PROCESSOS DE BENEFICIAMENTO TÊXTIL QUE FUNCIONAM À BASE DE ÁGUA POTÁVEL E CONTAMINANTES DOS EFLUENTES DE CADA UM	13
FIGURA 2 – REPRESENTAÇÕES DAS ESTRUTURAS CRISTALINAS DO ÓXIDO DE ZINCO (ZNO).....	27
FIGURA 3 – ESTRUTURA QUÍMICA DA POLISSULFONA	30
FIGURA 4 – FLUXOGRAMA DE ATIVIDADES	30
FIGURA 5 – IMAGENS MEV DAS MEMBRANAS PURA (A, B), COM 1% (C, D) E 3% (E, F) DE ZNO.....	42
FIGURA 6 – IMAGENS AFM DAS MEMBRANAS PURA (A), COM 1% (B) E 3% (C) DE ZNO.....	43
FIGURA 7 – IMAGEM DO PERMEADO DA MEMBRANA 1% EM COMPARAÇÃO COM A SOLUÇÃO DE CORANTE ANTES DA FILTRAÇÃO.....	45
TABELA 1 – PARÂMETROS E CONDIÇÕES ACEITÁVEIS PARA LANÇAMENTO DE EFLUENTES EM ÁGUAS SALOBRAS SEGUNDO AS RESOLUÇÕES CONAMA 357 E CONAMA 430.....	18
TABELA 2 – TIPOS DE PROCESSO DE SEPARAÇÃO POR MEMBRANAS.....	22
TABELA 3 – PARÂMETROS DE RUGOSIDADE.....	43
TABELA 4 – FLUXO E REDUÇÃO DE COR DO EFLUENTE PERMEADO	45
TABELA 5 – CARACTERIZAÇÕES DO CORANTE, DA SOLUÇÃO COM ZnO E DOS EFLUENTES PERMEADOS.....	46
GRÁFICO 1 – ANÁLISES FTIR DAS MEMBRANAS HÍBRIDAS, DAS MEMBRANAS DE POLISSULFONAS PURAS, DO POLÍMERO POLISSULFONA E DO ÓXIDO DE ZINCO	37
GRÁFICO 2 – COMPARAÇÃO DAS ANÁLISES DRX DAS MEMBRANAS HÍBRIDAS, DAS MEMBRANAS DE POLISSULFONAS PURAS, DO POLÍMERO POLISSULFONA E DO ÓXIDO DE ZINCO	38

GRÁFICO 3 – MÉDIA DOS VALORES OBTIDOS NA ANÁLISE DE ÂNGULO DE CONTATO DA MEMBRANA PURA E HÍBRIDAS.....	39
GRÁFICO 4 – POROSIDADE APARENTE DAS MEMBRANAS.....	40

1 INTRODUÇÃO

Segundo dados divulgados pela Associação Brasileira da Indústria Têxtil e de Confecção (ABIT) em 2022, o Brasil possui a maior cadeia têxtil completa do Ocidente, trabalhando desde a confecção de fibras e produção de tecidos, até o forte varejo de peças têxteis e desfiles de moda reconhecidos internacionalmente. Devido a sua habilidade em gerar empregos e forte conexão com outros setores da economia, a indústria têxtil está em constante crescimento e expansão (ADANE et al, 2021). Assim como no mercado mundial, a indústria têxtil no Brasil tem uma importante participação no mercado, visto que somente no ano de 2020 o faturamento deste setor somou mais de 160 bilhões de reais. Atualmente, o país está entre os cinco maiores produtores e consumidores de denim do mundo. Diante do rápido desenvolvimento da indústria têxtil, também é importante destacar o impacto que este setor produz referente à sustentabilidade do planeta.

A produção em larga escala necessita de alternativas sustentáveis em todos os procedimentos utilizados na indústria têxtil, a fim de minimizar as consequências negativas ao ambiente, com ênfase nos processos de beneficiamento das fibras e desenvolvimentos de materiais têxteis (MARQUES et al, 2018). Uma das maneiras sustentáveis de se lidar com a poluição advinda da indústria têxtil é a aplicação de práticas de economia circular para melhor aproveitamento dos insumos e matérias primas. Este conceito vem contrapondo a ideia da economia linear aplicada no sistema industrial que consiste em produzir, consumir e descartar.

A questão circular, no entanto, prevê que não exista a etapa do descarte, uma vez que considera que os resíduos industriais podem servir como matéria prima para fabricação de novos produtos. Dessa forma, as práticas circulares na indústria têxtil auxiliam na regeneração do meio ambiente ao mesmo tempo que propõem uma melhor utilização dos recursos da indústria, diminuindo o custo com matéria prima e insumos, produzindo continuamente artigos têxteis que não perdem valor comercial (ELLEN MCARTHUR, 2017).

Além de ser uma alternativa sustentável, a prática da economia circular traz para a indústria têxtil a possibilidade de reutilização de materiais de alto custo que acabam sendo descartados por meio dos efluentes. Estima-se, inclusive, que 10% dos corantes utilizados acabem sendo dispersos nos

efluentes têxteis, devido à etapa final de lavagem após o tingimento, que serve para retirada do excesso de corantes utilizados (Mani et al, 2019).

O alto volume de água limpa utilizado pela própria indústria pode ser recuperado a partir de processos que tornem a água adequada para uso novamente, assim como a recuperação de corantes presentes nos efluentes têxteis pode ser possível através de tratamentos específicos. Porém, devido à complexidade dos efluentes têxteis, compostos por uma variedade de corantes, ácidos, bases, agentes oxidantes e umectantes, além de outros resíduos contaminantes, o tratamento desses efluentes se torna dificultoso e torna-se necessária a utilização de variadas técnicas de limpeza para retirada de cada tipo de resíduos (FLECKER et al, 2013). Dito isso, a otimização do tratamento de efluentes aponta para uma prática possível da economia circular dentro da indústria têxtil. Alguns dos tratamentos de efluentes têxteis mais utilizados atualmente são processos oxidativos avançados, adsorção, coagulação/floculação, fotodegradação e membranas (QUEIROZ et al, 2019). Dentre os tratamentos citados, o processo de separação por membranas tem se destacado nas pesquisas mais recente pois se trata de um processo econômico e com bons resultados para remoção de corantes e, diferentemente de outros métodos, o uso de matrizes poliméricas aumenta a resistência da membrana, permitindo sua reutilização.

Dessa forma, os processos de separação por membranas poliméricas estão ganhando espaço no mercado industrial de tratamento de efluentes especialmente por se tratarem de métodos simples, de fácil limpeza, com materiais de alta durabilidade e com um baixo gasto de energia (FILHO et al, 2017). Na indústria têxtil, estudos utilizando membranas poliméricas para limpeza de efluentes são relativamente novos, porém estas pesquisas estão se tornando mais frequentes, principalmente explorando novos tipos de combinações entre polímeros e substâncias que potencializem a ação bactericida das membranas produzidas.

Dito isto, o presente trabalho traz um estudo do uso de membranas poliméricas produzidas a partir de polissulfona (PSU), n-metil-pirrolidona (NMP) e seus híbridos com óxido de zinco (ZnO) para entender sua melhor aplicação ao tratamento de efluentes têxteis, em especial para remoção de corantes e agentes microbianos.

1.1 Objetivo geral

Desenvolver uma membrana polimérica produzida a partir da polissulfona com adição de óxido de zinco, que possua aplicação no tratamento de efluentes têxteis, promovendo a remoção de cor do efluente.

1.2 Objetivos específicos

Para atingir o objetivo geral, propõe-se alcançar alguns objetivos específicos:

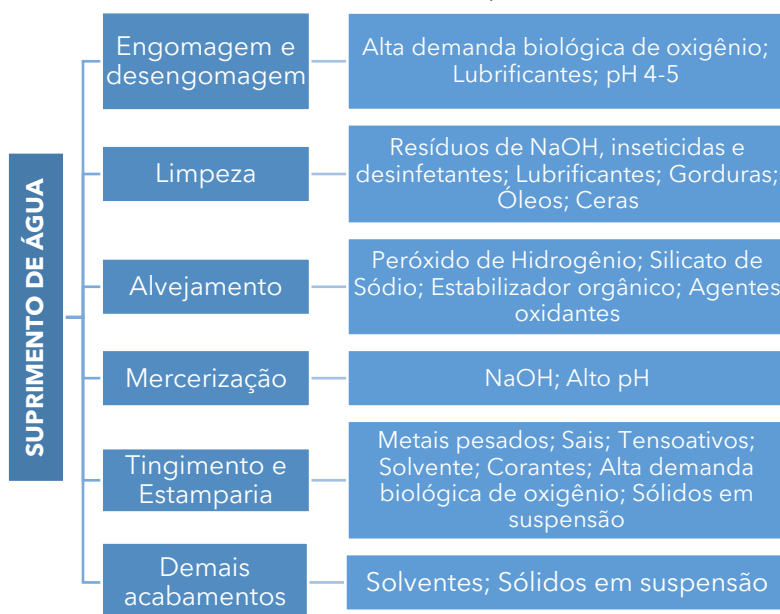
1. Desenvolver membranas de polímero puro e com adição de Óxido de Zinco.
2. Analisar como a adição de óxido de Zinco na membrana pode melhorar suas propriedades de tratamento do efluente têxtil.
3. Avaliar a eficiência de remoção da cor do efluente após o tratamento com a membrana produzida.
4. Apontar qual a melhor membrana para ser utilizada na indústria têxtil dentre as produzidas neste estudo.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Caracterização de efluentes têxteis

O funcionamento das indústrias têxteis depende de um alto fornecimento de matéria prima e insumos, não somente para o desenvolvimento dos produtos, mas também para a performance dos processos industriais. Em cada etapa de produção são gerados tipos específicos de resíduos (sólidos e líquidos) que podem conter uma variedade de produtos químicos, corantes, além de outros tipos de materiais contaminantes. Ao classificar os resíduos advindos da indústria têxtil pode-se identificar uma divisão entre os processos secos e úmidos, pois os processos secos produzem resíduos sólidos enquanto nos processos úmidos, devido ao alto consumo de água, os resíduos químicos e demais resíduos contaminantes estão dispersos em água potável configurando um efluente têxtil de alta complexidade (ADANE et al, 2021). Na Figura 1 são apresentadas os contaminantes advindos de cada etapa dos beneficiamentos têxteis que utilizam de água em seus processos.

FIGURA 1 – PROCESSOS DE BENEFICIAMENTO TÊXTIL QUE FUNCIONAM À BASE DE ÁGUA POTÁVEL E CONTAMINANTES DOS EFLUENTES DE CADA UM. ADOTADO E MODIFICADO A PARTIR DE MADHAV ET AL., 2018 E ADANE ET AL, 2021.



(FONTE: AUTORA)

Os efluentes têxteis, compostos pelos resíduos fabricados dentro dos processos que utilizam água para seu desempenho, se mostram como um problema mundial que necessita de alternativas para desenvolvimento sustentável da indústria, visto que o volume médio de água limpa utilizada na

indústria pode chegar até 150 litros para processar 1kg de material têxtil (MAXWELL & MCANDREW, 2015).

No esquema padrão de funcionamento das indústrias têxteis temos os processos à seco, como a chamuscagem, e processos úmidos, que são, em grande parte, processos de acabamento do substrato têxtil que necessitam do abastecimento de água para seu funcionamento. Os efluentes têxteis são gerados, portanto, a partir das etapas úmidas, sendo elas: Engomagem e desengomagem, limpeza, alvejamento, mercerização, tingimento, estamparia e demais acabamentos.

Na etapa de engomagem ocorre a aplicação de ceras e gorduras no substrato têxtil para facilitar o processo de fiação, uma vez que confere mais resistência aos fios. Após a realização dos processos necessários, faz-se a desengomagem do artigo para retirada das gomas aplicadas a fim de facilitar os processos de acabamentos seguintes. No efluente advindo desses processos pode conter diversos tipos de lubrificantes, caracterizando-se por possuir um pH ácido (entre 4-5) e uma alta demanda biológica de oxigênio (MADHAV et al, 2018).

Na etapa de limpeza, diversos produtos químicos são aplicados para retirada de impurezas do substrato têxtil. Diversos tipos de sabão, solventes e detergentes são utilizados nessa etapa, gerando um efluente altamente alcalino com resíduos de inseticidas, desinfetantes, hidróxido de sódio (NaOH), gorduras, óleos, lubrificantes, entre outros produtos químicos utilizados nas etapas anteriores. Já o processo de alvejamento permite o branqueamento do substrato têxtil através da aplicação de substâncias como peróxido de hidrogênio e outros agentes oxidantes. Após a etapa de alvejamento, o procedimento de mercerização é feito no tecido a fim de melhorar o toque do produto e absorção do corante, utilizando-se de uma imersão em soda cáustica por 1 a 3 minutos e logo após lavando o substrato a fim de retirar a soda cáustica. O efluente advindo da mercerização possui, portanto, altas quantidades de soda cáustica gerando um pH alto.

Uma das etapas mais importantes para valorização de produto, o tingimento têxtil permite que a indústria modifique a cor do artigo têxtil a fim de aumentar o seu valor e desejabilidade no mercado. Nessa etapa, são utilizados diversos tipos de corantes, além de sais para fixação da coloração no tecido. O efluente advindo dessa etapa contém o excesso de corante que não foi absorvido

pelo substrato têxtil, aumentando a turbidez do efluente, além de metais pesados, tensoativos e uma alta demanda biológica de oxigênio (QUEIROS et al, 2019).

A etapa de estamparia também se utiliza de corantes e pode ou não ser realizada a depender do artigo têxtil a ser produzido. Sua utilização implica na produção de efluentes que também contém corantes, tensoativos e metais pesados, entre outros componentes químicos. Além dos processos citados, existem outros tipos de acabamentos que podem ser aplicados nos substratos têxteis. Um dos principais utilizados atualmente é a aplicação de antibactericidas para promover uma proteção do artigo têxtil contra microorganismos. O efluente gerado por esse tipo de acabamento possui uma alta toxicidade, assim como o efluente gerado pelo processo de tingimento (ADANE et al, 2021).

2.2 Efluentes derivados do tingimento têxtil

Um dos principais processos úmidos da indústria têxtil é a etapa de tingimento, onde, para sua realização, utiliza-se de 30-150 litros de água limpa para colorir um quilo de tecido (AMMAYAPPAN et al, 2016). Ainda que o grande uso de água nesse procedimento levante questionamentos acerca da sustentabilidade dos processos têxteis, essa etapa é fundamental do ponto de vista comercial para a indústria, uma vez que a variedade de cor dos artigos têxteis é um aspecto importante na escolha do consumidor.

Para obtenção do tingimento têxtil, utiliza-se de corantes próprios para cada tipo de fibra, seja ela uma fibra natural (vegetal ou animal) ou sintética. Segundo Fleck et al (2013), os principais corantes utilizados na indústria têxtil podem ser classificados em 4 tipos: Azóicos, Diretos, Reativos e Ácidos. Os corantes azóicos são corantes insolúveis em água que são acoplados ao tecido no processo de tingimento, onde a produção da cor acontece diretamente na fibra. Para utilização desse tipo de corante se faz necessário o uso de sais e compostos solúveis em água com afinidade por celulose, polímero natural específico de fibras vegetais. O corante azóico proporciona resistência contra a luz e umidade, além de possuir uma alta fixação.

Os corantes diretos possuem uma grande afinidade com todos os tipos de fibras naturais e não exigem a adição de nenhuma substância para a aplicação no substrato têxtil (FLECK et al, 2013). Alguns corantes diretos

possuem potencial cancerígeno e, apesar de seu uso ser reduzido em alguns países, algumas indústrias ainda optam por esse tipo de corante devido ao seu baixo custo. Os corantes reativos são os corantes que possuem um grupo eletrofílico (reativo) que forma ligações covalentes com fibras naturais (proteicas e celulósicas) e com poliamidas. São caracterizados por uma alta solubilidade em água e ligações covalentes que conferem uma maior estabilidade de cor no substrato têxtil em comparação com outros tipos de corantes (GUARANTINI; ZANONI, 2000). Os corantes ácidos são sais de sódio derivados de ácidos sulfônicos ou ácidos carboxílicos usados para colorir fibras de origem animal, como seda e lã, em pH ácido. Alguns corantes dessa classe são banidos devido ao seu potencial cancerígeno (AMMAYAPPAN et al, 2016).

Na etapa do tingimento têxtil são utilizados além do corante outras substâncias de forma a aprimorar a aderência do corante ao tecido, a durabilidade da cor, entre outras melhorias ao processo. Dentre os principais aditivos utilizados nessa etapa que podem compor o efluente têxtil juntamente com os corantes, temos: sais, tensoativos, metais pesados e solventes. A estrutura final deste efluente possui uma grande complexidade, sendo, dessa forma, de difícil tratamento. Porém o grande volume de água limpa utilizado e o desperdício do excesso de corantes perdido nessa etapa requerem uma melhor administração desse efluente. Isso se torna um problema, uma vez que a composição dos corantes presentes na água apresenta compostos aromáticos com estruturas heterocíclicas, o que torna a própria estrutura dos corantes complexa e de difícil decomposição (ADANE et al, 2021).

Além da composição dos corantes, outra característica que interfere na reutilização do efluente têxtil originado nessa etapa é o alto grau de turbidez da água, que impossibilita seu descarte direto em cursos hídricos, pois altera a coloração dos mesmos, deteriorando a qualidade de água no curso hídrico receptor. A alta demanda biológica de oxigênio presente neste efluente também pode causar a morte de diversos organismos.

Devido à alta poluição contida nesse efluente, diversos tipos de tratamentos estão sendo realizados em busca de melhorar a qualidade da água para possível reutilização dentro da própria indústria ou para descarte correto, além da recuperação dos corantes presentes no efluente, visando uma otimização dos recursos na indústria têxtil e, também, uma responsabilização da empresa em questões de sustentabilidade ambiental.

2.3 Legislações CONAMA 357 e 430

A Resolução CONAMA 357, também conhecida como a "Resolução de Classe de Corpos d'Água", estabelece as diretrizes para a classificação das águas superficiais do Brasil, ou seja, rios, lagos, represas, e outros corpos de água. Ela define diferentes classes de qualidade da água, desde a Classe Especial (onde a água é de excelente qualidade e adequada para o abastecimento humano) até as classes mais baixas, que indicam águas poluídas e inadequadas para usos diversos. A importância de atender a essa resolução está relacionada à proteção da qualidade da água e à preservação dos ecossistemas aquáticos, bem como à garantia de água segura para consumo humano e atividades industriais e agrícolas.

Esta resolução determina que a condição de lançamento de efluentes respeite as condições naturais dos corpos hídricos que irão recebê-los. Na classificação das águas temos as águas doces, águas salinas e águas salobras, cada uma com seus respectivos parâmetros. Considerando que o padrão mínimo aceitável se encontra nas águas salobras, este será utilizado para referência de adequação do efluente tratado desse estudo. Na Tabela 1, encontra-se alguns dos parâmetros para lançamento de efluentes em águas salobras que servirão de comparação com o efluente tratado.

TABELA 1 – PARÂMETROS E CONDIÇÕES ACEITÁVEIS PARA LANÇAMENTO DE EFLUENTES EM ÁGUAS SALOBRAS SEGUNDO AS RESOLUÇÕES CONAMA 357 E CONAMA 430

Parâmetro	Condições aceitáveis
pH	Entre 5 e 9
Oxigênio Dissolvido	Não inferior a 3mg/L
Turbidez	Virtualmente ausente (Inferior a 40NTU)
Cor	Virtualmente ausente

A Resolução CONAMA 430, por sua vez, estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes líquidos em corpos d'água e no sistema de esgotamento sanitário. Ela determina limites máximos para a concentração de poluentes nos efluentes industriais e sanitários, visando a proteção dos recursos hídricos e a prevenção da poluição. O cumprimento dessa resolução é fundamental para evitar a contaminação dos corpos d'água e a degradação do meio ambiente, além de promover práticas mais sustentáveis no tratamento de efluentes. Em relação ao lançamento de efluentes em águas salinas os parâmetros permanecem os mesmos da CONAMA 357.

Destaca-se que o não cumprimento dessas resoluções pode resultar em sanções legais e impactos ambientais negativos, afetando tanto o meio ambiente quanto a sociedade. Portanto, a conformidade com essas normas desempenha um papel fundamental na gestão ambiental e na promoção da sustentabilidade no Brasil e especialmente na indústria têxtil.

2.4 Processos convencionais de tratamento

Dentro das etapas úmidas de produção, os processos de acabamento são responsáveis pela maior quantidade de efluentes, em especial, o processo de tingimento, pois requer a utilização de uma grande quantidade de água limpa para aplicação e fixação de corantes em substratos têxteis (FERSI, 2005). Além de conter resíduos de corantes químicos, os efluentes têxteis são compostos por uma variedade de substâncias contaminantes, como metais pesados, surfactantes e agentes oxidantes (MADHAV et al., 2018). No tratamento direcionado a estes efluentes são aplicados diferentes métodos, uma vez que possui na sua composição uma mistura de componentes químicos e agentes contaminantes, formando um conjunto de substâncias resistentes à degradação (FERSI, 2005). Os principais métodos utilizados na indústria têxtil são métodos biológicos (aeróbico, anaeróbico e biomassa viva/morta de micróbios) e físico-químicos (fotodegradação, processos eletroquímicos, coagulação-floculação, processos de oxidação avançados e ozônio, adsorção, sonificação e membranas) (ADANE, ADUGNA & ALEMAYEHU, 2018).

2.4.1 Métodos biológicos

Os processos biológicos mais aplicados ao tratamento de efluentes têxteis utilizam enzimas, fungos, leveduras, algas e bactérias, além da combinação desses organismos. Os tratamentos biológicos funcionam como uma forma mais natural de lidar com a poluição têxtil, uma vez que se utilizam de organismos presentes na natureza com potencial para limpeza, facilitando a biorremediação. No entanto, a realização desses processos requer condições específicas de temperatura e pH para bom funcionamento, além de exigirem cuidados com a manutenção dos organismos vivos e possibilidade de fácil inativação de enzimas, que prejudicariam o tratamento (DENG et al, 2020).

2.4.2 Métodos físico-químicos

Os principais métodos físico-químicos utilizados atualmente para tratamento de efluentes têxteis são: Fotodegradação, processos eletroquímicos, coagulação-floculação, processos de oxidação avançados e ozônio, adsorção, sonificação e membranas. Além destes, existem também tratamentos que utilizam combinações desses métodos, mas que por sua diversidade não serão mencionados neste trabalho.

O processo de fotodegradação consiste na decomposição dos compostos químicos presentes no efluente a partir de exposição controlada à radiação UV. O estudo de Mengting et al. (2019) reporta a eficiência desse método para degradar o corante azul de metileno, mas sugerem a utilização de processos biológicos para remoção dos subprodutos da fotodegradação do corante em questão.

O tratamento por processos eletroquímicos baseia-se na associação de processos químicos com auxílio de estímulos elétricos em métodos como eletrocoagulação, eletro-Fenton, eletrofloculação, processos de oxidação anódicas, entre outros, para acelerar a oxidação dos componentes do efluente têxtil. O estudo de Cerqueira e Marques (2011) utilizou a técnica de eletrofloculação para tratamento de efluentes têxteis contendo um conjunto de corantes e foi observado o potencial dessa técnica para limpeza de efluentes, ainda que a eficácia do procedimento dependa do pH inicial do efluente, além da distância e do material dos eletrodos utilizados e da sua densidade.

O processo de Coagulação-Floculação funciona a partir do uso de coagulantes orgânicos e inorgânicos que visam aglomerar os agentes contaminantes em coágulos e, posteriormente, esses coágulos são unidos formando flóculos e decantando no efluente. Apesar de ser uma técnica bastante utilizada, dependendo do tipo de coagulante utilizado, pode haver a formação de subprodutos indesejados que podem dificultar a continuidade do processo.

Para o tratamento de efluentes têxteis também são utilizados os processos de oxidação avançada e ozonização que se caracterizam pela utilização de agentes oxidantes para aumentar a o potencial de degradabilidade do efluente. Nessa técnica utiliza-se, inclusive, de óxidos metálicos, como ZnO, e adição de íons metálicos, como cobre e ferro, para potencializar a ozonização aplicada aos efluentes. É um processo de grande demanda energética.

A técnica de Adsorção para tratamento de efluentes funciona a partir do uso de um adsorvente (carvão ativado, sílicas, argilas, entre outros) que irá reter os agentes contaminantes do efluente, eficaz, principalmente, com corantes. Esta técnica também é comumente utilizada com outros métodos para um melhor resultado no tratamento de efluentes têxteis.

O tratamento por sonificação ocorre através do uso de ondas ultrassom para potencializar a fotodegradação e a oxidação dos agentes contaminantes juntamente com a atividade de limpeza proporcionada por alguns óxidos como óxido de zinco (ZnO) e dióxido de titânio (TiO₂). É uma técnica bastante eficaz na remoção de corantes, mas, assim como outros processos, se faz necessário a combinação de tratamentos para um resultado satisfatório.

O tratamento de efluentes por membranas funciona através da filtração das partículas desejadas por membranas produzidas especialmente para retenção de cada substância, de acordo com o tamanho dos poros e características como hidrofiliabilidade e hidrofobicidade da membrana. É um método de fácil aplicação, baixo custo, baixo uso de energia e fácil manutenção, tornando-se uma ótima opção para tratamento de efluentes têxteis, inclusive pela sua baixa produção de lodo durante o processo. Os principais tipos de membranas utilizadas para limpeza de efluentes são membranas cerâmicas e poliméricas.

2.5 Processos de separação de membranas

Os processos de separação por membrana (PSM) tem sido cada vez mais utilizados, seja pela facilidade de manipulação das propriedades de filtração desejadas, seja pelo seu baixo valor de implementação e manutenção. Fora isso, os PSM também promovem melhor desempenho em relação a outros tipos de tratamentos. A principal utilização das membranas em processos de filtração está pautada na separação de substâncias que possuem diferentes propriedades através de uma permeabilidade seletiva (TRINDADE, 2010).

Dos PSM mais utilizados, temos a microfiltração (MF), ultrafiltração (UF), nanofiltração (NF), osmose reversa (OR), eletrodialise (ED) e eletro-deionização (EDI), onde os quatro primeiros são mais indicados para aplicação na indústria têxtil, especialmente para resgate de substâncias que podem ser novamente utilizadas, devido à sua produção de permeados e concentrados (TRINDADE, 2010). Segundo Mulder (1996), cada um dos tipos de membrana tem suas aplicações direcionadas para a seleção de moléculas específicas, como descrito na Tabela 2.

TABELA 2 – TIPOS DE PROCESSOS DE SEPARAÇÃO POR MEMBRANAS

PROCESSO DE SEPARAÇÃO POR MEMBRANAS	CARACTERÍSTICAS	UTILIZAÇÃO
Microfiltração	Uso de membranas em baixo pressão que retém partículas na faixa de 10 – 0,1 μ M	Utilizada para remoção de partículas em suspensão e corantes coloidais dos efluentes (FERSI; DHAHBI, 2008; AMARAL et al, 2013).
Ultrafiltração	Um dos únicos tipos de filtração por membranas	Retém sólidos suspensos e partículas

	que consegue ser eficiente como tratamento único de efluentes têxteis, especialmente advindos da etapa de tingimento. Utiliza pressões de até 10 bar para retenção de partículas suspensas e possui poros na faixa de 0,1 – 0,01µM.	com alto peso molecular, além de ser comprovada sua eficiência na reciclagem de corantes insolúveis (como índigo), produtos químicos auxiliares (como álcool polivinílico) e água (FERSI et al, 2005; COELHO & REIS, 2021).
Nanofiltração	Retenção de partículas orgânicas com baixo peso molecular (200–1000 g·mol ⁻¹) e sais.	Produção de um líquido sem cor e com baixa salinidade (FERSI; DHAHBI, 2008; ARAÚJO et al, 2021).
Osmose Reversa	A técnica de Osmose Reversa por membranas visa a aglomeração de partículas com baixo peso molecular através do uso de alta pressão.	O resultado desse processo possui uma baixa concentração de sólidos dissolvidos e é uma técnica bastante aplicada para dessalinização da água do mar (ARAÚJO et al, 2021).

Os processos de separação por membranas, como a microfiltração, nanofiltração, ultrafiltração e osmose reversa, desempenham um papel fundamental no tratamento de efluentes têxteis, que geralmente contêm poluentes como corantes, sólidos suspensos e produtos químicos. A microfiltração é usada para remover partículas maiores e sólidos, enquanto a nanofiltração retira íons metálicos e moléculas orgânicas. A ultrafiltração é eficaz na remoção de sólidos suspensos e fibras, enquanto a osmose reversa é altamente eficiente na remoção de íons, produtos químicos e corantes

(QUEIROZ et al, 2019; ARAÚJO et al, 2021). Esses processos possibilitam não apenas o tratamento de efluentes para atender aos padrões ambientais, mas também possibilitam a recuperação de água de alta qualidade, promovendo a sustentabilidade e reduzindo os custos de descarte nas indústrias têxteis.

2.6 Preparação de membranas

A fabricação de membranas poliméricas pode ocorrer por meio de diversas técnicas, como: estiramento em alta temperatura de filmes poliméricos densos, sintetização de particulados através da fusão de substâncias em pó, inversão de fases, entre outras. A técnica de inversão de fases é, atualmente, a mais utilizada para formação de membranas poliméricas, principalmente para tratamento de efluentes.

Para realização deste método produz-se, inicialmente, uma solução polimérica homogênea que será despejada e espalhada em uma placa de vidro e, então, sofrerá uma desestabilização alcançada pelo estado de supersaturação, seja pela adição de um não-solvente, seja pela mudança de temperatura, ou, ainda, pela adição de outra substância (TRINDADE, 2010). Desse modo, produz-se um filme com partes ricas e pobres em polímero. Uma das formas mais comuns de uso dessa técnica é espalhar a solução polímero-solvente em uma placa de vidro e, logo após, imergir a placa em um banho de substância não-solvente, usando-se, na maioria das vezes, água destilada. Outras formas de fabricação de membranas por meio da inversão de fases consistem em processos que utilizam somente a evaporação da solução (após disposta na placa de vidro) ou até mesmo a combinação de evaporação da solução por determinado tempo e imersão em um não-solvente.

2.7 Membranas poliméricas na limpeza de efluentes têxteis

Apesar da eficiência de diversos métodos de tratamento de efluentes têxteis em retirar a coloração do efluente, é importante ressaltar que alguns métodos biológicos e físico-químicos geram uma grande quantidade de lodo, o que dificulta o funcionamento e manutenção destes métodos (GANESH et al, 1994 e BRUGGEN et al, 2004). Estudos relacionados a tratamentos de efluentes

com o uso de membranas poliméricas tem sido cada vez mais explorados, principalmente pelas vantagens desse método, que incluem seu simples funcionamento, a economia de energia proporcionada, além da sua eficiência aplicada aos mais diversos propósitos (ARAÚJO et al, 2021).

Ainda, a grande vantagem dos métodos de tratamento por membranas é a remoção quase completa da cor do efluente, que é resultado do excesso de corantes químicos que não aderiram totalmente ao material têxtil a ser tingido. Além da retirada de demais contaminantes, a remoção de cor do efluente torna os tratamentos por membranas mais indicados para a indústria têxtil, uma vez que a permanência de cor no efluente é um dos principais fatores que impossibilita a reutilização dessa água pela indústria (HOLKAR et al., 2016). O uso de membranas para tratamento de efluentes têxteis dentro da indústria acontece, principalmente, a partir de processos como osmose reversa, nanofiltração, ultrafiltração e microfiltração (MADHAV et al, 2018).

2.7.1 Membranas de Polissulfona (PSU)

Dentre os materiais mais utilizados para produção de membranas poliméricas tem-se a polissulfona (PSU), um polímero de engenharia termoplástico amorfo, rígido e resistente, conhecido por seu alto desempenho. Sua cadeia é formada por unidades de repetição básica com grupos sulfona, arila e éter (PAVANATTI et al, 2001). Existente nas formas alifática e aromática, o tipo de Polissulfona mais utilizada é a aromática, devido a sua melhor adequação aos parâmetros requisitados para confecção de uma membrana, como alta temperatura de transição vítrea (T_g), resistência mecânica, alto grau de dureza, além de possuir resistência térmica e oxidativa (ARAÚJO; MEDEIROS, 2019). Sendo um polímero bastante resistente e estável, sua aplicação na construção de membranas para tratamento de efluentes é bastante ampla. No entanto, por se tratar de um material com alta hidrofobicidade, para utilização em processos de filtração por membrana que necessitem de um certo grau de hidrofiliçidade se faz necessário a adição de outras substâncias. Alterando a composição da membrana pura de PSU com alguma das substâncias hidrofílicas, permite-se a adição de grupos de troca iônica no polímero, facilitando a ligação com agentes contaminantes presentes no efluente.

2.7.1.1 Membranas híbridas

Como dito anteriormente, a característica hidrofóbica da polissulfona traz algumas desvantagens no processo de filtração por membranas e para aumentar a sua propriedade hidrofílica, costuma-se adicionar uma pequena parte de outro material. Dentre os principais materiais utilizados pra produção de membranas híbridas de PSU temos polímeros, argilas, óxidos metálicos (como Óxido de Titânio, TiO₂, e Óxido de Zinco, ZnO), entre outros.

Visando obter uma membrana com propriedades avançadas, o trabalho de Bellincanta et al (2011) apresentou membranas híbridas de PSU e poliuretano (PU) através do uso de um fotoiniciador e irradiadas com lâmpada ultravioleta para melhorar a integração dos polímeros. O resultado demonstrou que a membrana fotoiniciada demonstrou poros com paredes bem definidas e uma maior estabilidade em relação ao fluxo permeado.

Fernandes et al. (2018) analisou a influência da argila montmorilonita natural, sódica e lítio nas propriedades de barreira de membranas de PSU dissolvidas em NMP. O ensaio de porosidade do estudo mostrou que a presença da argila na membrana apontou para uma diminuição da quantidade de poros enquanto as membranas contendo argila e lítio apontaram para melhores propriedades de barreira, devido à redução apresentada na permeação a vapor d'água em 53%. Ao final do trabalho, concluiu-se que a inserção das argilas provocou uma alteração estrutural nas membranas proporcionando uma porosidade adequada.

No estudo de Berradi et al (2019) foram desenvolvidas membranas com diferentes tipos de polímeros e cargas para testar o processo de ultrafiltração para retirada de cor de efluentes contendo o corante índigo, conhecido por sua insolubilidade em água. Em um dos experimentos, utilizou-se de uma composição de 9,5% PSU, 90% Dimetilformamida (DMF) e 0,5% Dióxido de Titânio (TiO₂) para formação da membrana que proporcionou a retirada de 86% da coloração do efluente. A partir disso, foi observado pelo mesmo estudo que a adição de TiO₂ aumentou em 6% a descoloração do efluente quando comparado à membrana produzida somente com 12% PSU e 88% DMF.

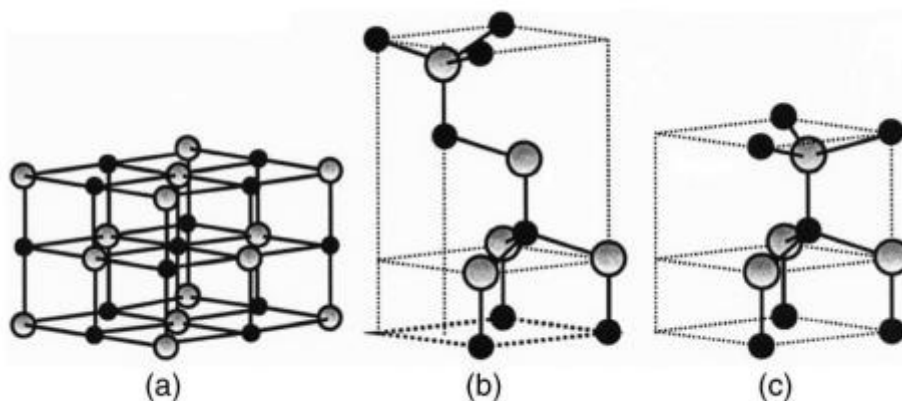
No trabalho de Araújo et al (2021) foram produzidas membranas de PSU com 1%, 3% e 5% de TiO₂ para análise de filtração de corantes têxteis, onde

observou-se que a adição de TiO_2 facilitou a passagem de água, por ser um material hidrofílico e agir como um agente porogênico, permitindo uma melhor separação do corante.

2.7.1.2 Óxido de Zinco (ZnO)

Assim como o dióxido de titânio, o óxido de zinco (ZnO) se trata de uma substância com propriedades antibactericidas, antifúngicas, anticorrosão com grande potencial de proteção UV, amplamente utilizada na indústria de cosméticos e, atualmente, com bastante aplicações na área de membranas poliméricas. Na natureza, esse composto químico encontra-se em sua forma mineral e suas estruturas cristalinas, apresentadas na Figura 2, podem se apresentar em três formas: sal de rocha, blenda e wurtzita (BIRON, 2020).

FIGURA 2 – REPRESENTAÇÕES DAS ESTRUTURAS CRISTALINAS DO ÓXIDO DE ZINCO (ZnO). (A) SAL DE ROCHA, (B) BLENDA DE ZINCO E (C) WURTZITA.



(FONTE: BIRON, 2020).

O óxido de Zinco se apresenta em coloração branca quando está em temperatura ambiente e em coloração amarela quando submetido a altas temperaturas. O composto também auxilia na não incrustação de material na

superfície das membranas, algo que ocorre com muita frequência nas membranas de PSU. O estudo de LEO et al (2012) apontou que a aplicação de nanopartículas de ZnO em membranas de polissulfona com N-Metil-2-Pirrolidona não só aumentou a permeabilidade como também diminuiu a incrustação na membrana causada pelo ácido oleico.

2.7.1.3 Membranas híbridas com compostos óxidos

Visando a melhoria das propriedades seletivas das membranas poliméricas, a adição de compostos óxidos, como óxidos de zircônio, titânio, alumínio e ferro, nas suas matrizes tem demonstrado a capacidade de superar as limitações de uma membrana pura. Compostos óxidos são conhecidos por suas propriedades físicas e químicas únicas, incluindo alta estabilidade química, alta área superficial e afinidade por íons e moléculas poluentes (MASROOR, 2022). A síntese de membranas poliméricas com compostos óxidos tem sido explorada em diversos contextos de tratamento de água e efluentes, como a remoção de metais pesados, íons inorgânicos, compostos orgânicos recalcitrantes e microrganismos patogênicos (WEN, 2019).

O estudo de Mukherjee e De (2016) mostrou que a adição de dióxido de titânio (TiO₂) às membranas de fibra oca resultou em melhorias significativas, tornando a membrana mais hidrofílica e porosa, reduzindo o ângulo de contato e aumentando o diâmetro médio dos poros. Isso levou a um aumento de quase 70% na permeabilidade da membrana. Além disso, a presença de TiO₂ aumentou a rugosidade superficial, facilitando a adsorção e a fotodegradação de compostos fenólicos. Dessa forma, o dióxido de titânio aprimorou a hidrofiliabilidade, porosidade e eficiência na remoção de contaminantes das membranas de fibra oca.

No trabalho de Silva et al (2021) foi investigado a incorporação de outro óxido, o óxido de grafeno, em membranas de policaprolactona (PCL), um polímero biodegradável. As membranas foram produzidas por rotofiação, utilizando métodos de *drop casting* e *dip coating*. Antes da redução térmica, as amostras demonstraram alta resistência e isolamento elétrico. No entanto, a redução térmica efetivamente melhorou as propriedades elétricas das membranas de PCL, com destaque para as produzidas pelo método de *dip*

coating. Isso sugere o potencial dessas membranas na aplicação de materiais biodegradáveis com propriedades condutivas aprimoradas.

Em outro estudo, Lesak (2021) produziu membranas cerâmicas a partir de argila termicamente tratada, e as melhorias na filtração foram alcançadas pela adição de óxidos de metais (TiO_2 e Nb_2O_5). A adição de Nb_2O_5 reduziu a porosidade e resistência das membranas, enquanto o TiO_2 as tornou mais resistentes e menos porosas. A variação na temperatura de sinterização afetou a resistência e a porosidade das membranas. Os testes de filtração de emulsões óleo-em-água mostraram que as membranas com Nb_2O_5 tiveram permeabilidades superiores, atendendo aos requisitos de TOC, enquanto as membranas com TiO_2 apresentaram permeabilidades inferiores. As membranas se mostraram eficazes na produção de permeados com baixo TOC, demonstrando que a modificação das propriedades das membranas cerâmicas com óxidos de metais resultou em melhorias notáveis na permeabilidade e resistência.

Zaid et al (2021) mostrou que a adição de óxido de grafeno aminado ($\text{NH}_2\text{-GO}$) em membranas de acetato de celulose possibilitou melhorias significativas, promovendo aumento na hidrofiliabilidade, comprovado por um ângulo de contato reduzido e uma maior taxa de fluxo de água, com a membrana AGO-3 apresentando a maior taxa de fluxo. Além disso, a adição do compósito $\text{NH}_2\text{-GO}$ melhorou a atividade antibacteriana das membranas e aumentou a estabilidade térmica da membrana, o que é indicado pelo aumento do valor de T_g em comparação com a membrana de acetato de celulose pura. Nesse estudo, a incorporação do óxido de grafeno aminado mostrou-se promissora na melhoria das propriedades e no desempenho das membranas em aplicações de tratamento de águas residuais.

Apesar de estudos demonstrarem que a incorporação de compostos óxidos pode resultar em melhorias significativas no desempenho das membranas, por se tratar de uma pesquisa recente, ainda restam dúvidas sobre a otimização das condições de síntese, a escolha adequada dos compostos óxidos para aplicações específicas e a compreensão dos mecanismos de separação envolvidos.

Dessa forma, faz-se necessário o desenvolvimento de pesquisas na área que visem a investigação de outros compostos óxidos, como o Óxido de Zinco, na melhoria das técnicas de síntese, na modelagem de processos de

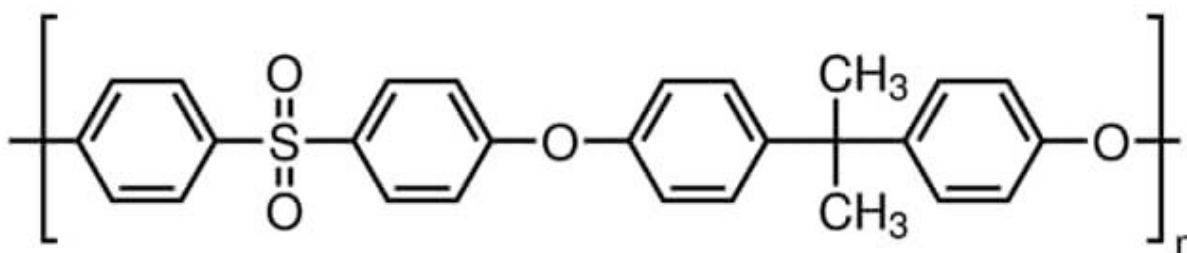
separação e na escalabilidade das membranas para aplicações industriais (SHEN, 2020).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

Como matriz polimérica utilizou-se a Polissulfona Udel® P-3500, fabricada e fornecida pela Solvay, e para adição de cargas utilizou-se o Óxido de Zinco (ZnO) com 81,39% de pureza, fabricado pela Neon. O solvente 1-Metil 2-Pirrolidona (NMP) com 99,13% de pureza, adquirido da empresa Dinâmica, foi utilizado para dissolver a polissulfona e o óxido de zinco a fim de obter as membranas. A estrutura química do polímero de polissulfona é apresentada na Figura 3.

FIGURA 3 - ESTRUTURA QUÍMICA DA POLISSULFONA

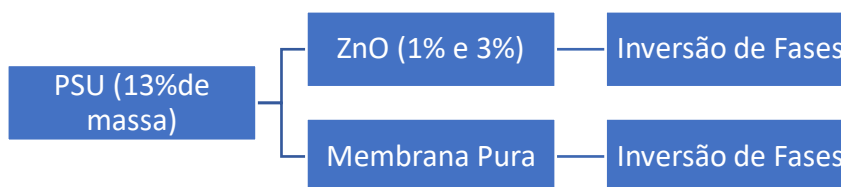


(FONTE: SIGMA ALDRICH, 2022)

3.2 Preparação das membranas

O processo de fabricação das membranas consistiu nas seguintes etapas: Produção das soluções polímero-solvente puras e seus híbridos com ZnO, as quais foram agitadas num período de 24h em temperatura ambiente; Para a produção das membranas híbridas adicionou-se o percentual de ZnO juntamente com o polímero antes da adição de solvente; Depósito da solução em placa de vidro e imersão em água destilada para formação do filme; Retirada da membrana da placa de vidro e secagem por 24h em temperatura ambiente. Este fluxograma pode ser observado na Figura 4.

FIGURA 4 - FLUXOGRAMA DE PREPARAÇÃO DAS MEMBRANAS



(FONTE: AUTORA)

3.3 Composição das membranas

Após a produção de membranas com diferentes percentuais de polissulfona e análise da literatura, decidiu-se trabalhar neste estudo com a produção de membranas na concentração de 13% de polissulfona em 87% de N-metil-pirrolidona (NMP). Além da composição pura da membrana, também foram produzidas membranas híbridas com cargas de 1% e 3% de ZnO. O percentual de carga foi obtido a partir do peso do soluto, no caso, do polímero de polissulfona.

3.4 Ensaios de fluxo

Para medição de parâmetros de fluxo, as membranas produzidas foram submetidas a ensaios de fluxo na célula de filtração Amicon® 200 ml da Millipore. Esse processo de filtração permite o uso de membranas planas com uma área efetiva (A) de em média 0,00283 m², suportando até 75 psi com o auxílio de um compressor de ar. Esse processo de filtração permite o uso de membranas planas com uma área efetiva (A) de em média 0,00283 m², suportando até 75 psi com o auxílio de um compressor de ar. Para realização desse estudo, foram realizados ensaios de curta duração (de até 40 min) para verificar o fluxo médio do efluente simulado através de cada membrana, com 30 psi de pressão e à 25 °C. Para medição do fluxo (J), utilizou-se a Equação 1 em função do volume

permeado (V) em litros, da área efetiva da membrana e do tempo (t) referente ao efluente permeado.

$$J = \frac{V}{At} \quad (1)$$

3.5 Caracterização de materiais

A fim de analisar os dados específicos referentes a cada membrana foram realizadas as seguintes caracterizações: Difração de Raio-X (DRX), Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), Ângulo de contato, Porosidade aparente, Microscopia de Força Atômica (AFM) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

3.5.1 Difração de Raio-X (DRX)

O óxido de zinco puro, o polímero de PSU e as membranas produzidas foram analisados à temperatura ambiente, no equipamento Bruker D2 Phaser, do Laboratório de Materiais Multifuncionais e Nanocompostos da Escola de Ciência e Tecnologia - LAMMEN da UFRN, com varredura de 3° a 70°.

3.5.2 Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

As membranas obtidas em forma de filmes finos foram analisadas por FTIR, em um espectrômetro BRUKER FT-IR VERTEX 70, com varredura de 4000 a 500 cm^{-1} , pertencente ao Laboratório de Materiais Multifuncionais e Experimentação Numérica – LAMMEN da UFRN.

3.5.3 Análise de Ângulo de Contato

O ensaio de ângulo de contato foi realizado no LABPLASMA através de um instrumento óptico destinado à medição do ângulo de contato com o auxílio

de uma pipeta volumétrica de 20 microlitros. O líquido escolhido para realização das análises foi a água destilada, a qual foi aplicada às membranas pelo método de gota séssil. Foram realizadas 10 medições para cada amostra, todas conduzidas em temperatura ambiente de 25 °C.

3.5.4 Porosidade Aparente

Para análise da porosidade aparente (PA) produziu-se três amostras de cada membrana de 19 cm², a fim de aumentar a assertividade dos resultados. Este ensaio permite analisar o volume de poros abertos na superfície das membranas, que irá guiar o processo de filtração. O método utilizado consiste na pesagem das amostras e, logo após, sua imersão em água destilada por 2 horas. Depois do período estimado, as membranas foram secas de forma superficial e fora realizada uma nova pesagem.

A equação utilizada para calcular a PA está descrita a seguir, onde P_m e P_s são os pesos da amostra molhada e seca, respectivamente.

$$PA = \left(\frac{P_m - P_s}{P_m} \right) * 100 \quad (2)$$

3.5.5 Microscopia de Força Atômica (AFM)

A Microscopia de Força Atômica consiste no mapeamento da superfície do material para obtenção de informações sobre topografia e morfologia das superfícies. A análise das imagens AFM e informações obtidas das membranas produzidas pode esclarecer sobre a rugosidade da superfície. Ensaio promovido pelo LABMAT - UFRN com o equipamento do modelo SPM-7000, da marca Shimadzu, pelo método de não contato em temperatura ambiente.

3.5.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Para melhor compreensão das estruturas físicas das membranas produzidas e a sua influência na filtração das substâncias e contaminantes dos

efluentes têxteis simulados, fez-se a análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Ensaio promovido pelo CTGAS com o equipamento do modelo Vega3, da marca Tescan, em temperatura ambiente. Foram feitas análises da superfície do material e da secção transversal. Para realização da análise da secção transversal da membrana realizou-se o corte criogênico das mesmas e para melhor visualização da estrutura da membrana foi feito a metalização com micropartículas de ouro.

3.6 Preparação do efluente têxtil simulado

Para produção de um efluente têxtil simulado, utilizou-se de uma solução estoque de 1 litro, preparada com água destilada e corante têxtil. O corante utilizado foi do tipo reativo AZUL BG-R, fabricado pela Golden Technology. Visando somente a realização dos testes de filtração com as membranas, neste processo o efluente simulado foi misturado em temperatura ambiente até total dissolução do corante. A concentração final do efluente simulado é de 20 ppm, obtida a partir de cálculos iniciais. Para este estudo, dispensaremos a adição de sais e aditivos no efluente simulado para verificar a filtração específica do corante utilizado no experimento.

3.7 Caracterizações do efluente têxtil simulado e tratado segundo a CONAMA 430/2011

Para análise das alterações do efluente têxtil simulado, constituído de água destilada e corante, e o efluente tratado com as membranas foram realizadas uma variedade de caracterizações. São elas: Análises de turbidez, Análise de pH, Oxigênio dissolvido e Análise de condutividade elétrica.

3.7.1 Análise de cor e turbidez

Um dos principais aspectos visíveis analisados em um efluente é sua coloração, que pode indicar de forma clara a presença de contaminantes ou substâncias indesejadas. Para a análise de cor do efluente utilizado neste estudo, utilizou-se de um Espectrofotômetro UV-VIS na varredura de 150 nm a

700 nm, a fim de determinar a quantidade de luz absorvida, transmitida e refletida, para fins de comparação entre o efluente simulado e o efluente tratado. Para referência de cor, analisou-se a variação da intensidade no comprimento de onda 590nm, pois é onde se encontra o pico característico do corante utilizado. Todo ensaio foi feito em temperatura ambiente.

A análise de turbidez permite a identificação da presença de partículas suspensas no efluente, quantificando, assim, a concentração das mesmas. O grau de turbidez é dado de acordo com a qualidade de partículas suspensas na solução, quanto maior esse número, maior a turbidez do efluente em questão. Para medição da turbidez utilizou-se o turbidímetro Instrutherm-TD-300.

3.7.2 Análise de pH

A medição do pH dos efluentes permite entender possíveis desequilíbrios químicos, funcionando também para estabelecer parâmetros que podem auxiliar na continuidade do tratamento deste efluente. É uma caracterização legalmente requisitada para tratamento e despejo correto de efluentes têxteis. A análise de pH foi realizada com fitas para medir pH da marca KASVI modelo K36 -014.

3.7.3 Temperatura

No despejo de efluentes industriais é necessário também verificar a temperatura, uma vez que para serem lançados em recursos hídricos o efluente precisa estar com a temperatura em até 40 °C. Para conferir a temperatura dos efluentes simulados e tratados neste estudo, utilizou-se de um termômetro analógico.

3.7.4 Oxigênio Dissolvido (DQO)

A análise da presença de oxigênio no efluente visa identificar sinais da presença de matéria orgânica e demais contaminantes. Esse reconhecimento se dá através da comparação da quantidade de oxigênio dissolvida no efluente e a

concentração da saturação. Nesta etapa utilizou-se do oxímetro MO-900 da marca Instrutherm.

3.7.5 Condutividade elétrica

Conhecer a condutividade elétrica se faz necessária a fim de alcançar uma identificação de forma indireta da presença de sais dissolvidos no efluente. Na análise de condutividade utilizou-se o medidor de condutividade Water Lucity Meter.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

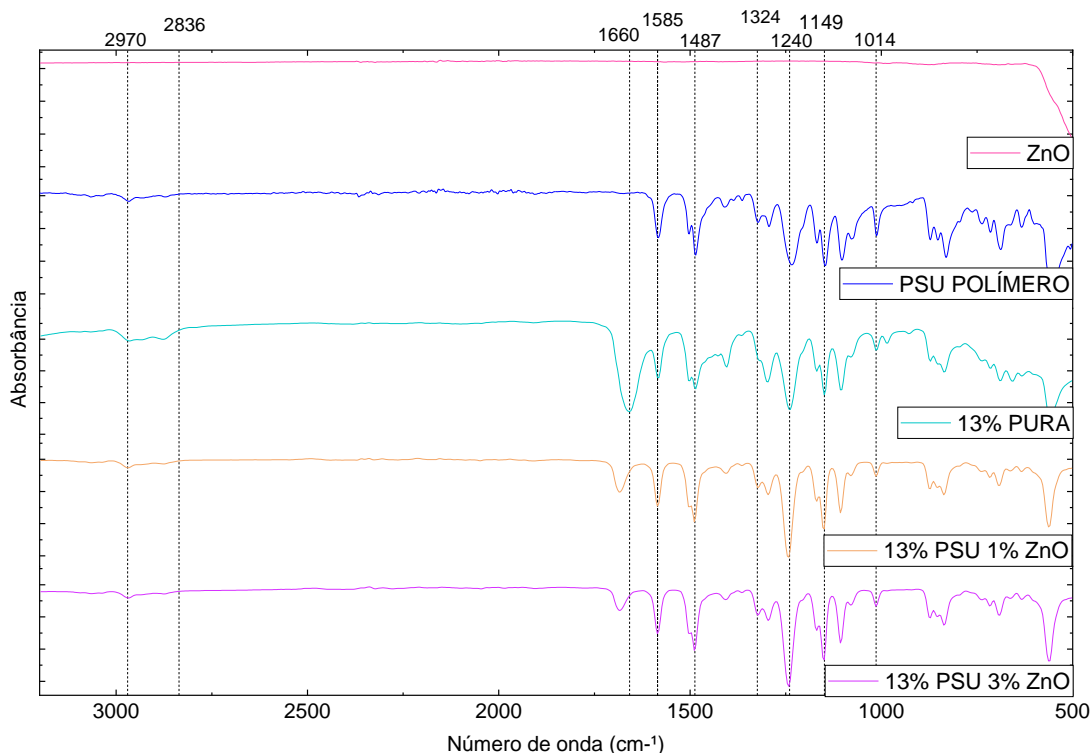
4.1 Caracterizações das membranas

4.1.1 FTIR

No Gráfico 1 são apresentadas as análises FTIR de todas as membranas híbridas, puras, do polímero de polissulfona e do ZnO. Dessa forma, nota-se as bandas características do polímero apresentadas na análise: em 1149 cm^{-1} , referente ao estiramento simétrico da sulfona; em 1240 cm^{-1} , do éter aromático; em 1324 cm^{-1} , do estiramento assimétrico da sulfona; em 2970 cm^{-1} , do estiramento aromático do CH_3 ; em 2836 cm^{-1} , referente ao estiramento alifático do CH_3 , em 1487 e 1585 cm^{-1} , referentes ao estiramento C-C dos aromáticos e em 1014 cm^{-1} , referente ao estiramento C-O assimétrico. Outra banda característica do solvente utilizado é perceptível na membrana de PSU pura referente à carbonila em 1660 cm^{-1} , característica do NMP, e nas híbridas há um ligeiro deslocamento dessa banda referente ao aumento da massa sólida e consequente diminuição do volume do solvente (NIST, 2023). Referências a estes picos característicos da polissulfona também podem ser encontrados nos trabalhos de Araújo et al (2021) e Mushtaq (2014). As bandas características da polissulfona aparecem tanto nas membranas puras quanto em seus híbridos com ZnO. No entanto, é importante ressaltar que essas bandas resultantes nas membranas são relacionadas tanto à PSU quanto ao óxido de zinco, uma vez que ambas se apresentam na mesma faixa de comprimento de onda.

Os dados FTIR, portanto, indicam a presença de PSU e óxido de zinco nas membranas híbridas, com sobreposição das bandas características dos dois materiais. Isso sugere que a interação entre os componentes ocorreu, e esses resultados são consistentes com as referências de trabalhos anteriores.

GRÁFICO 1 - ANÁLISES FTIR DAS MEMBRANAS HÍBRIDAS, DA MEMBRANA DE POLISSULFONA PURA, DO POLÍMERO POLISSULFONA E DO ÓXIDO DE ZINCO.



Fonte: AUTORA, 2023

4.1.2 DRX

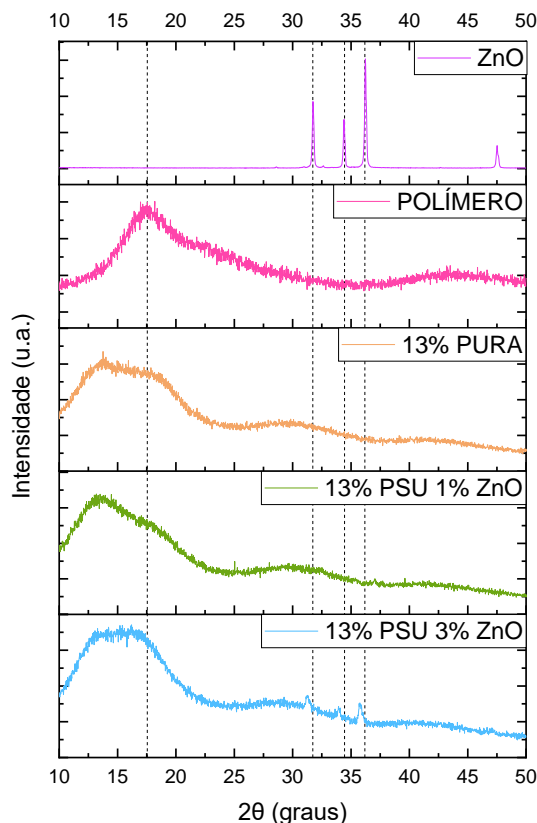
No Gráfico 2, pode-se observar que o DRX do polímero de polissulfona apresentou um pico característico entre 15° e 20°, conforme foi observado também por Araújo et al. (2021) e Anadão et al. (2010), além de se perceber o alargamento do pico conforme a alteração na concentração do polímero na solução, caracterizando a diminuição da cristalinidade da amostra. Isso sugere que a formação da membrana, possivelmente influenciada pela presença do óxido de zinco, promoveu uma redução nas regiões cristalinas e um aumento

nas regiões amorfas. A presença de ZnO nas membranas híbridas sugere um impacto na cristalinidade da estrutura da PSU, mas os resultados obtidos não são suficientes para entender em detalhes como essa influência ocorre.

Todas as membranas, puras e híbridas, apresentaram o mesmo comportamento com um pico característico da estrutura da polissulfona. Constatou-se também nas híbridas, de maneira geral, três picos característicos do ZnO entre os 30° e 40°. Os picos característicos do ZnO são relacionados à fase wurtzita hexagonal da substância, de acordo com o difratograma padrão ICSD 180050, também visto no trabalho de BIRON et al (2020).

Nota-se que nos gráficos das membranas híbridas, especificamente na amostra com 3% de ZnO, apareçam os picos característicos do óxido de zinco, enquanto na amostra com 1% eles não são tão evidentes. Isso levanta a questão da distribuição homogênea do ZnO na matriz da membrana. É possível que, na amostra com 1%, o ZnO não tenha se dispersado uniformemente, e o DRX tenha registrado apenas em uma região onde a carga não estava presente. Portanto, faz-se necessária uma análise posterior da distribuição do ZnO na matriz em detalhes para compreender essa diferença nos resultados.

GRÁFICO 2 - COMPARAÇÃO DAS ANÁLISES DRX DAS MEMBRANAS HÍBRIDAS, DAS MEMBRANAS DE POLISSULFONAS PURAS, DO POLÍMERO POLISSULFONA E DO ÓXIDO DE ZINCO.



Fonte: AUTORA, 2023.

4.1.3 Ângulo de contato

Analisando os resultados desta análise, é importante observar que a maior média entre os experimentos fora da membrana pura (13% polissulfona), com $62,63^\circ$. Já o resultado com maior absorção de água foi o com maior adição de carga (3%), sendo de $59,04^\circ$. Foram realizadas 10 leituras de cada uma das 3 amostras de cada membrana, e o desvio padrão da membrana de PSU, da com 1% ZnO e 3% ZnO foram, respectivamente, 0,815414; 0,78848; e 0,630106. Nota-se, portanto, uma maior molhabilidade da membrana conforme o aumento do ZnO, assim como reportado na literatura por SOUZA et al (2021).

Para adequar o uso da membrana produzida com polissulfona à limpeza de efluentes, é importante que haja um aumento da hidrofiliabilidade dessa membrana, a fim de que ela possa permitir um maior fluxo de água e separar as partículas contaminantes.

GRÁFICO 3 – MÉDIA DOS VALORES OBTIDOS NA ANÁLISE DE ÂNGULO DE CONTATO DA MEMBRANA PURA E HÍBRIDAS.

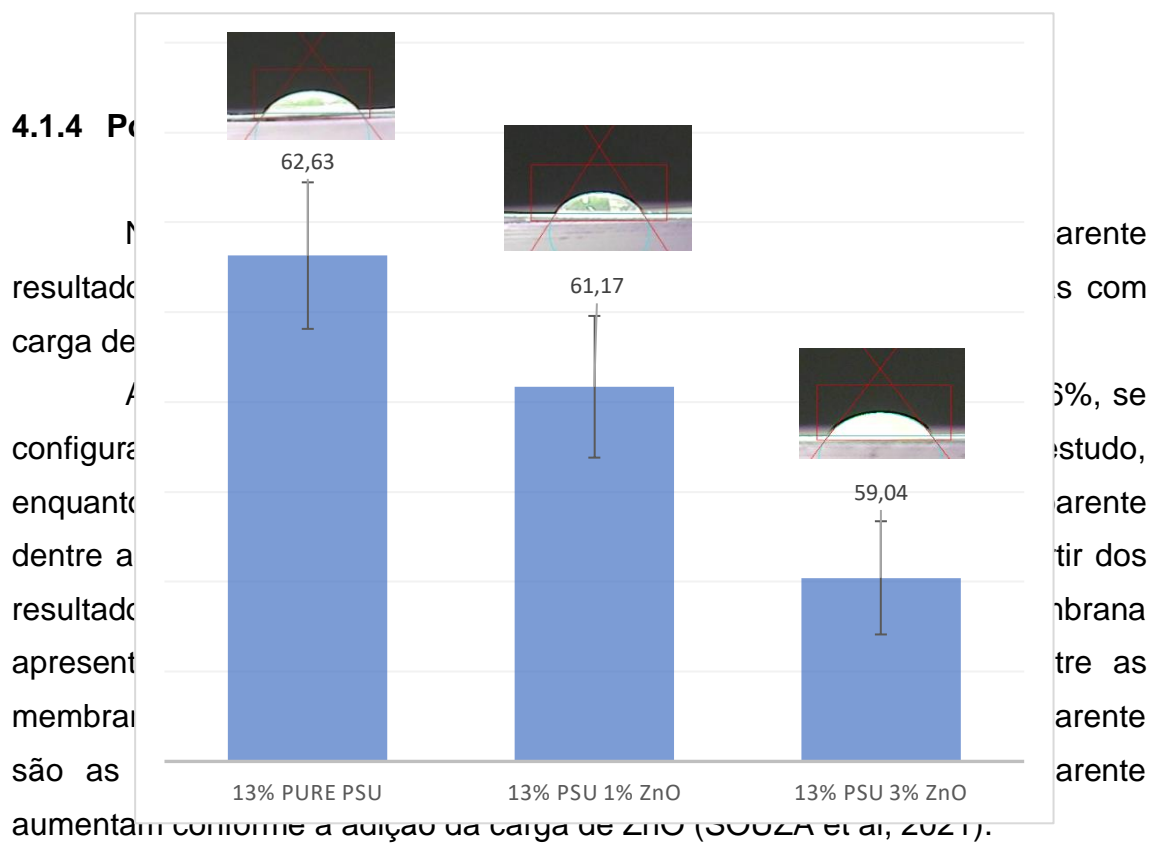
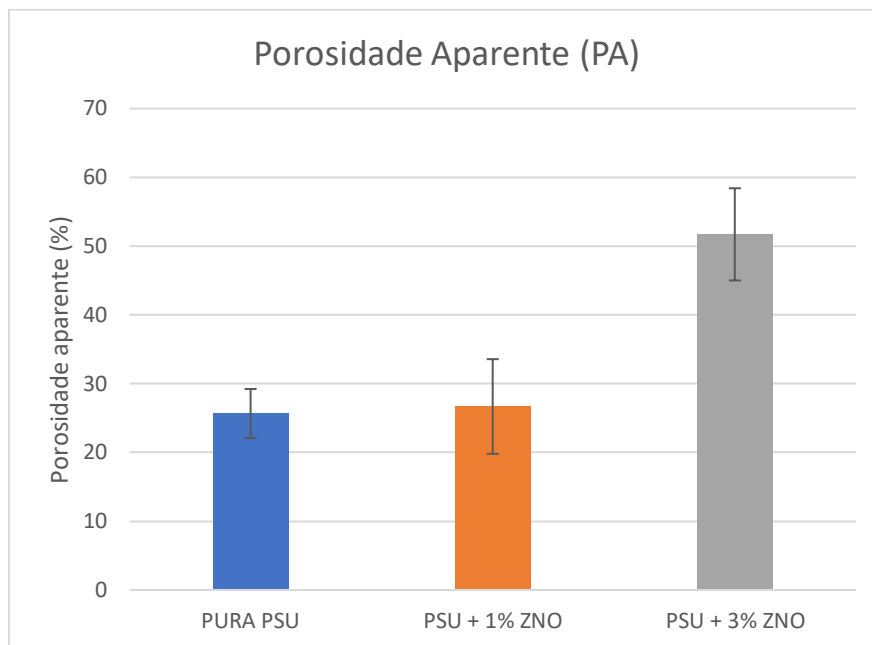


GRÁFICO 4 – POROSIDADE APARENTE DAS MEMBRANAS



Fonte: AUTORA, 2023.

4.1.5 Microscopia Eletrônica de Varredura

Na análise das micrografias das membranas produzidas percebe-se que a adição de ZnO na solução tem influência nas suas espessuras. A membrana de PSU pura possui uma espessura média de 269,71 μ m, enquanto a com 1% e 3% de ZnO possuem 239,37 μ m e 208,14 μ m, respectivamente. Essa diminuição na espessura das membranas pode ser justificada pela diminuição da viscosidade da solução polimérica das membranas que também ocorreu a partir da adição da carga de ZnO. O óxido de zinco apresenta alta hidrofiliabilidade, o que pode justificar esta diminuição na espessura das membranas (SHEN, 2020).

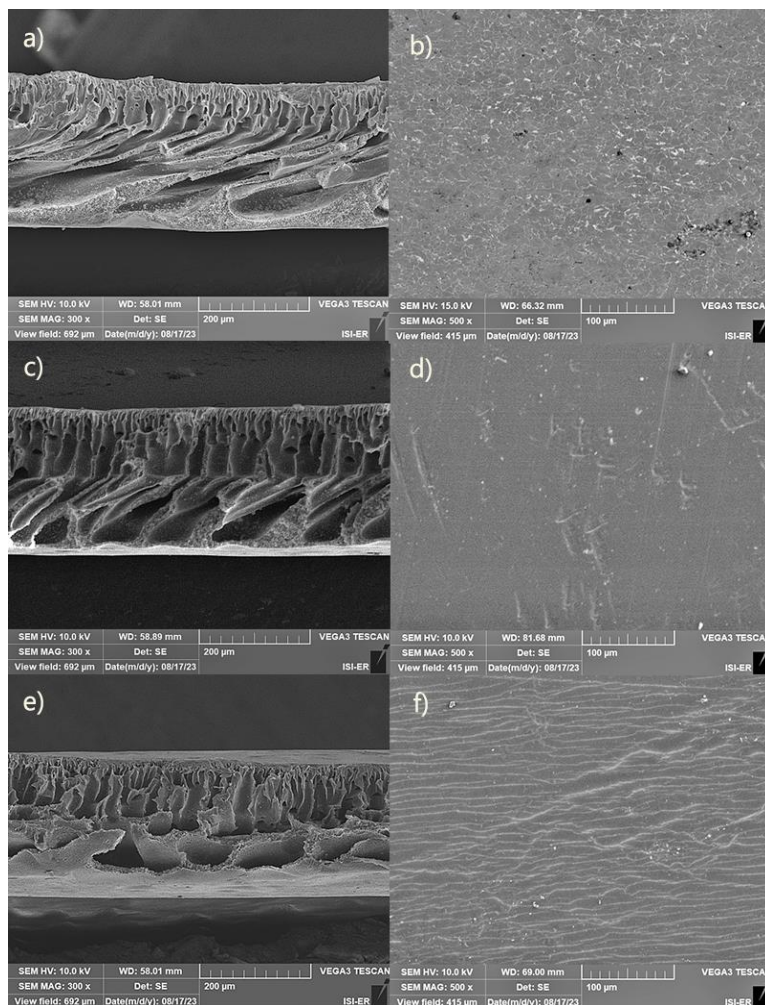
Também é possível notar o aumento de canais chamadas *fingers* conforme a adição de ZnO. De acordo com relatos na literatura, esses poros em forma de dedos não se assemelham a canais regulares, mas sim a estruturas porosas que se desenvolvem durante o processo de formação da membrana. Anadão (2010), que também trabalha com o mesmo polímero, descreve essas estruturas como resultado da técnica de inversão de fases por imersão em um líquido não-solvente e relaciona sua formação à dinâmica complexa do processo.

Ao examinar as imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), podemos claramente distinguir duas categorias diferentes de imagens. Ao observar a superfície superior na Figura 5, notamos que ela geralmente não apresenta poros visíveis e possui uma superfície contínua com algumas marcas possivelmente relacionadas ao processo de fabricação da membrana (COSTA et al, 2022). Por outro lado, ao analisar a seção transversal, identificamos uma morfologia assimétrica da membrana. As imagens da coluna da esquerda representam a seção transversal da membrana, enquanto as da coluna da direita representam a superfície superior.

Na parte superior da seção transversal, os poros são menores e à medida que nos movemos ao longo dessa seção transversal, eles se alongam e aumentam em tamanho. Essa característica é típica da técnica de inversão de fases por imersão em um líquido não-solvente e é bem documentada na literatura científica. A variação na morfologia da membrana ao longo dessa seção transversal tem implicações diretas na eficácia do processo de filtração, pois os poros menores na parte superior podem evitar resistência excessiva durante o procedimento (ROSHANI et al, 2018).

Além disso, quando comparamos nossos resultados com o trabalho de Roshani et al (2018), podemos observar diferenças significativas na estrutura das membranas devido à inclusão do óxido de zinco. Essas discrepâncias podem ter consequências relevantes em relação ao desempenho e às aplicações práticas dessas membranas.

FIGURA 5 – IMAGENS MEV DAS MEMBRANAS PURA (A, B), COM 1% (C, D) E 3% (E, F) DE ZNO.



Fonte: AUTORA, 2023.

4.1.6 Microscopia de Força Atômica

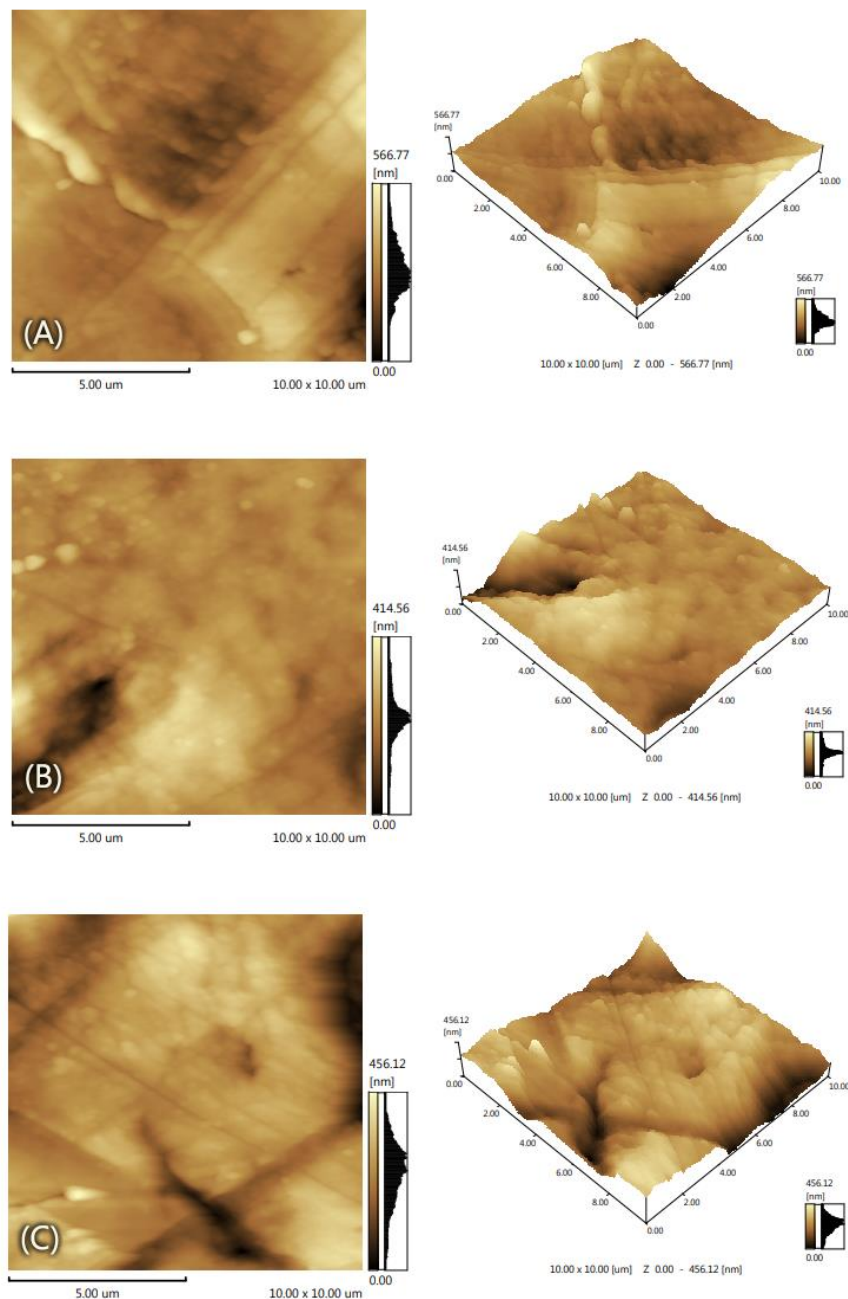
Na Figura 5 e na Tabela 3 estão apresentadas, respectivamente, imagens AFM de superfície e 3D das membranas puras e com adição de 1% e 3% de ZnO e os parâmetros de rugosidade obtidos de cada uma.

TABELA 3 – PARÂMETROS DE RUGOSIDADE

PARÂMETROS DE RUGOSIDADE	PSU PURA	PSU + 1% ZnO	PSU +3% ZnO
Ra (nm)	60.967	37.035	59.118
Rz (nm)	566.157	414.369	455.719
Rq (nm)	77.201	52.768	74.376
Rp (nm)	273.908	190.648	208.012

Fonte: AUTORA, 2023.

FIGURA 6 – IMAGENS AFM DAS MEMBRANAS PURA (A), COM 1% (B) E 3% (C) DE ZNO.



Fonte: AUTORA, 2023.

Com base nos dados da Tabela 3, pode-se concluir que a membrana com 1% de carga tem a superfície mais suave em termos de aspereza média (R_a) e rugosidade eficaz (R_q), enquanto a membrana de PSU pura tem a maior variação na altura das irregularidades (R_z) e a maior profundidade dos vales (R_p). A membrana com adição de 3% de ZnO está em algum lugar entre as duas em termos de rugosidade, com valores intermediários para a maioria dos parâmetros. Isso sugere que a menor adição de ZnO na membrana diminuiu consideravelmente a rugosidade da membrana, promovendo uma diminuição na

variação das irregularidades da sua superfície. Mas o aumento da carga na membrana causa efeito contrário, aumentando todos os parâmetros de rugosidade, indicando uma possível saturação da membrana.

As micrografias AFM da superfície revelam uma maior rugosidade e potencial aumento de porosidade nas membranas à medida que o óxido de zinco é adicionado, a qual foi também constatada nos estudos realizados por Hosseine et al. (2018), onde a incorporação de partículas hidrofílicas de dióxido de titânio na fabricação da membrana indicou um aumento na porosidade da mesma. Os estudos de Sazanova et al. (2022) também retrataram um aumento na rugosidade das membranas produzidas com carga de nanopartículas de ZnO conforme o aumento do percentual de carga.

4.2 Ensaio de Fluxo

Dentre as membranas testadas o melhor fluxo ocorreu na membrana com 1% de carga de ZnO. A membrana pura também permitiu uma retirada expressiva do corante, mostrando a adequação da composição da membrana (polímero e solvente utilizados) para tratamento de efluentes têxteis. Todas as membranas tiveram um desempenho eficaz filtrando mais de 80% do corante presente nos efluentes simulados. No entanto, apesar do melhor resultado de fluxo e remoção de cor ter sido apresentado no permeado da membrana com 1% de carga, o permeado advindo da membrana com adição de 3% de ZnO teve um ligeiro aumento de cor comparado com o permeado da membrana pura. Em contra-partida, o fluxo da membrana com 3% de ZnO aumentou em 15% em relação à membrana pura, o que sugere que a adição de ZnO nas membranas funcionou como facilitador para passagem de água, como sugere o trabalho de Al-Maliki et al (2022).

Além de ter melhorado a passagem de água, é fundamental observar que a concentração de ZnO na membrana com 1% também propiciou uma melhor eficiência de filtração do corante, como visto na Figura 7. Essa melhora sugere que a aglomeração das partículas de ZnO nas membranas com uma concentração mais elevada, como 3%, pode não apenas afetar negativamente a capacidade de filtração, como também pode contribuir para uma obstrução dos

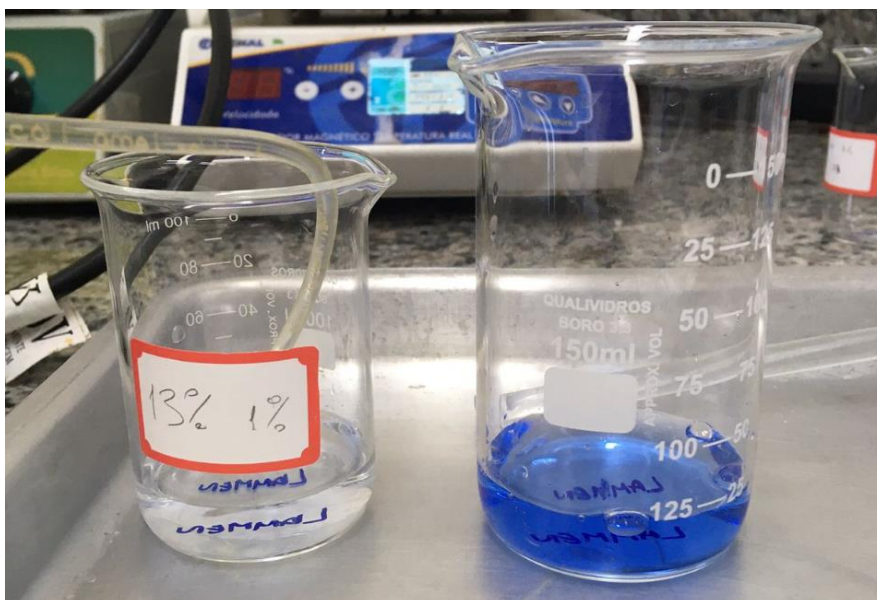
microcanais, prejudicando a passagem de moléculas contaminantes, como também foi relatado no estudo de Jyothi et al. (2016) com TiO_2 .

TABELA 4 – FLUXO E REDUÇÃO DE COR DO EFLUENTE PERMEADO

MEMBRANA	FLUXO (L/m ² .h)	REDUÇÃO DE COR (%)
PURA PSU	33,958 ± 1,132	82,89%
PSU + 1% ZnO	39,348 ± 1,083	83,72%
PSU + 3% ZnO	34,141 ± 2,112	82,73%

Fonte: Autora, 2023.

FIGURA 7 – IMAGEM DO PERMEADO DA MEMBRANA 1% EM COMPARAÇÃO COM A SOLUÇÃO DE CORANTE ANTES DA FILTRAÇÃO



Fonte: AUTORA, 2023

4.3 Caracterizações do efluente simulado e permeado

A Tabela 5 demonstra os resultados obtidos a partir da caracterização dos permeados feitos em triplicatas de cada uma das membranas.

TABELA 5 – CARACTERIZAÇÕES DO CORANTE, DA SOLUÇÃO COM ZnO E DOS EFLUENTES PERMEADOS

	PERMEADO PURA PSU	PERMEADO PSU + 1% ZnO	PERMEADO PSU + 3% ZnO	CORANTE 20PPM	SOLUÇÃO ZnO 100PPM
CONDUTIVIDADE	7,25	26,2	42,2	9,5	63,4
TURBIDEZ	1,59	0	2,22	4,67	135
COR*	0,0515	0,049	0,055	0,301	N/A
pH	5	5	5	5	5
O₂ DISSOLVIDO	9,35	10,8	12,3	9,1	14,8

Na análise dos dados relativos à condutividade, percebe-se a diminuição do seu coeficiente quando o tratamento foi realizado pela membrana sem adição de ZnO, porque o óxido aumenta a condutividade elétrica do efluente devido a presença do metal Zinco (Miller, 1941). Da mesma forma, o coeficiente de condutividade aumentou nos permeados das membranas híbridas com ZnO, entendendo-se que parte do óxido presente na membrana passou para o efluente permeado. A presença de óxido de Zinco no permeado pode sugerir também que suas propriedades antifúngicas e bactericidas estejam ativas no efluente tratado (Sur & Mukhopadhyay, 2019; Jose et al, 2020).

Em todos os permeados foi possível ver a redução do grau de turbidez em relação ao corante. Nota-se que a maior redução, no entanto, se dá no permeado advindo da membrana com 1% de ZnO, seguido pelo permeado da membrana pura e, por último, pela membrana com 3% de ZnO. O aumento da turbidez também está relacionado ao aumento da carga de ZnO, uma vez que a solução com ZnO apresenta um grau de turbidez elevado, conforme os dados da Tabela 5.

O coeficiente de O₂ dissolvido dos permeados de todas as membranas teve um aumento em relação aos parâmetros do corante. Isso se deve tanto pelo processo de filtração utilizado quanto pela adição de Óxido de Zinco nas membranas híbridas. A célula de filtração utilizada nesse estudo promove um isolamento da pressão injetada na mesma para comprimir o efluente simulado presente e acelerar a etapa de filtração. Dessa forma, todo oxigênio presente na célula também é incorporado ao efluente permeado no momento da filtração, aumentando sua quantidade de O₂ dissolvido como sugere o estudo de QAMBRANI & OH (2013).

A análise de pH mostrou que todas as soluções apresentaram o mesmo pH, mostrando que esse parâmetro não se alterou durante as filtrações,

permanecendo adequado para lançamentos em recursos hídricos conforme prevê a resolução CONAMA 430/2011.

5 CONCLUSÕES

Diante dos resultados obtidos, observa-se que a preparação das membranas híbridas de polissulfona (PSU) com a adição de Óxido de Zinco (ZnO) foi bem-sucedida. A presença dos picos característicos da PSU nos difratogramas e as bandas específicas identificadas nos espectros de infravermelho confirmam a efetiva incorporação do ZnO nas membranas, consolidando a base para avanços significativos no tratamento de efluentes têxteis.

A análise das micrografias por MEV revelou uma redução na espessura das membranas com o aumento de ZnO, acompanhada pelo aumento de finger, fatores que contribuíram para o aumento do fluxo de permeado. A observação em AFM corroborou esses achados ao evidenciar um aumento na rugosidade e, possivelmente, na porosidade das membranas híbridas, proporcionando um cenário ideal para uma filtração eficiente.

Além disso, a análise da hidrofiliicidade das membranas demonstrou um aumento notável com a adição de ZnO. O ângulo de contato revelou uma maior molhabilidade e hidrofiliicidade nas membranas híbridas, indicando uma interação mais eficaz com a água. Essas características são cruciais para otimizar o transporte de substâncias durante o processo de filtração de efluentes.

No que concerne ao desempenho, os testes indicaram que a membrana com 1% de ZnO apresentou um percentual de remoção de cor superior, e a membrana com 3% de ZnO destacou-se com um fluxo maior que a membrana pura, resultando em eficiência e redução de tempo no tratamento de efluentes.

Em suma, os resultados obtidos com as membranas híbridas de PSU e ZnO proporcionam uma perspectiva promissora para a indústria têxtil. Dentre as membranas estudadas, a mais indicada para a utilização industrial é a com 1% de ZnO pois foi a que apresentou melhor coeficiente de remoção de cor além de proporcionar um aumento no fluxo de permeado.

A eficiência aprimorada na remoção de cor do efluente, juntamente com propriedades hidrofílicas melhoradas, destaca essas membranas como candidatas ideais para processos de tratamento. Estas descobertas contribuem

substancialmente para o avanço da tecnologia de filtração de efluentes, destacando a importância das membranas híbridas para impulsionar a eficácia dos processos de tratamento na indústria.

6. TRABALHOS APRESENTADOS EM CONGRESSOS

6.1 Síntese de Membrana Híbrida de Polissulfona com Óxido de Zinco para Limpeza de Efluentes Têxteis - [Link](#)

Este trabalho foi apresentado no 18º Congresso Romeno de Têxteis e Couro (Novembro, 2022) e abordou a primeira parte dos estudos onde foram desenvolvidas membranas de polissulfona com óxido de zinco com variações na concentração do polímero e da carga. A intenção dessa primeira etapa foi desenvolver uma membrana de PSU-ZnO e analisar o comportamento das membranas quando se alterava as concentrações dos componentes da membrana.

Para alcançar esse objetivo, o método de inversão de fases foi empregado na síntese das membranas, que foram posteriormente analisadas por FTIR e DRX. Os resultados demonstraram que as membranas híbridas preservaram as características da PSU, com traços distintivos de ZnO. Essa pesquisa possibilita um melhor direcionamento para práticas mais sustentáveis na indústria têxtil.

6.2 Produção e Caracterização de Membranas de Polissulfona para Tratamento de Efluentes Têxteis

Este estudo foi apresentado em Agosto de 2023 no Senai São Paulo no 9º Congresso Científico Têxtil e de Moda, um evento relevante para a pesquisa no campo têxtil nacional. Como uma continuação da primeira parte do estudo, fora apresentado neste artigo um pouco mais sobre a morfologia das membranas de PSU e híbridas com ZnO, neste caso foram utilizadas somente a análise das membranas de 10% PSU que foram as que possuíram melhor desempenho dentre as concentrações anteriormente trabalhadas. O método de inversão de fases também foi empregado na produção das membranas, que foram

posteriormente avaliadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia de força atômica (AFM).

A adição de ZnO resultou em uma morfologia de membrana alongada, sugerindo uma maior seletividade e retenção de contaminantes. Além disso, a superfície das membranas tornou-se mais rugosa, indicando um possível aumento na porosidade.

7. PERSPECTIVAS DE ESTUDOS FUTUROS

Este estudo sobre membranas poliméricas de polissulfona com variações de 1% a 3% de óxido de zinco esclareceu informações essenciais sobre o processo de fabricação desta membrana, mas há caminhos promissores para futuras investigações. É essencial explorar concentrações intermediárias na faixa de 1% a 3% de óxido de zinco para otimizar o desempenho da membrana.

Além disso, deve-se avaliar a composição do efluente permeado para entender melhor o processo de filtração. Testar as membranas com diferentes tipos de cargas e efluentes permitirá ampliar suas aplicações, e a validação da eficácia das membranas em condições do mundo real é crucial. A incorporação de técnicas de caracterização mais avançadas proporcionará uma visão mais detalhada das propriedades da membrana. Essas perspectivas de estudos futuros permitirão aprimorar o desempenho e a aplicabilidade das membranas de polissulfona com óxido de zinco, especialmente na indústria têxtil, contribuindo para avanços significativos em várias aplicações, como tratamento de água e separação de componentes.

REFERÊNCIAS

ADANE, T.; ADUGNA, A. T.; ALEMAYEHU, E. Textile Industry Effluent Treatment Techniques. *Journal of Chemistry*, v. 2021, 2021.

AL-MALIKI, Raghad M.; ALSALHY, Qusay F.; AL-JUBOURI, Sama; SALIH, Issam K.; ABDULRAZAK, Adnan A.; SHEHAB, Mohammed Ahmed; NÉMETH, Zoltán; HERNADI, Klara. Classification of Nanomaterials and the Effect of Graphene Oxide (GO) and Recently Developed Nanoparticles on the Ultrafiltration Membrane and Their Applications: A Review. *Membranes*, v. 12, n. 11, p. 1043, 2022. DOI: <https://doi.org/10.3390/membranes12111043>.

AMARAL, M. C. S. et al.. Avaliação do emprego de microfiltração para remoção de fibras do efluente de branqueamento de polpa celulósica. *Engenharia Sanitaria e Ambiental*, v. 18, n. 1, p. 65–74, jan. 2013.

AMMAYAPPAN, L.; JOSE, S.; ARPUTHA RAJ, A. Sustainable production processes in textile dyeing. [s.l.: 2016].

ANADÃO, P. Ciência e tecnologia de membranas. Artliber Editora Ltda. São Paulo, 2010.

ARAÚJO, B. A.; DE MEDEIROS, K. M. Membranas de polisulfona e híbridas aplicadas no tratamento de efluentes líquidos e gasosos. IV Congresso Nacional de Pesquisa e Ensino em Ciências, p. 6 p, 2019.

ARAÚJO, B. A. et al. Membranas de polissulfona com dióxido de titânio obtidas por meio da Técnica de Inversão de Fases para o tratamento de efluentes têxtil. *Research, Society and Development*, v. 10, n. 11, p. e210101119605, 2021.

ARAÚJO, Géssica Conrado; ROSA, Thaís de Souza; OLIVEIRA, Tiago Marcel. Dessalinização de água salobra por osmose reversa: uma revisão de literatura. *Journal of Exact Sciences – JES*, vol. 31, n. 1, pp. 18-24, out.-dez. 2021. ISSN online: 2358-0348. Disponível em: https://www.mastereditora.com.br/periodico/20211013_095530.pdf.

BELLINCANTA, T., POLETTO, P., THÜRMER, M. B., DUARTE, J., TOSCAN, A. ZENI, M. (2011). Preparação e caracterização de membranas poliméricas a partir da blenda polisulfona/ poliuretano. *Polímeros*, v. 21, p. 229-232. <https://doi.org/10.1590/S0104-14282011005000045>

BIRON, Dionisio da Silva; SANTOS, Venina dos; BERGMANN, Carlos Pérez. Synthesis and Characterization of Zinc Oxide Obtained by Combining Zinc Nitrate with Sodium Hydroxide in Polyol Medium. *Materials Research*, São Paulo, v. 23, n. 2, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2020-0080>. Acesso em: 28-03-2023.

BRUGGEN, B. V.; CURCIO, E.; DRIOLLI, E. Process intensification in the textile industry: the role of membrane technology. *Journal of Environmental Management*, v. 73, p. 267-274, 2004.

CERQUEIRA, A. A; MARQUES, M. R. C; RUSSO, C. Avaliação do Processo Eletrolítico em Corrente alternada no Tratamento de Água de Produção. *Química Nova*, v.34, n.1, p.59-63, 2011.

COELHO, E. R. C.; REIS, D. P.. Ultrafiltração na remoção de glifosato e ácido aminometilfosfônico em águas de abastecimento. *Engenharia Sanitaria e Ambiental*, v. 26, n. 5, p. 837–843, set. 2021.

COSTA, José Arnaldo Santana; VERMEERSCH, Lilian Aparecida Fiorini; PARANHOS, Caio Marcio; PESSAN, Luiz Antonio; "Membranas Poliméricas", p. 233 -274. In: *Nanotecnologia Aplicada a Polímeros*. São Paulo: Blucher, 2022.

DENG, D. et al. Textiles wastewater treatment technology: A review. *Water Environment Research*, v. 92, n. 10, p. 1805–1810, 2020.

FERNANDES, P. M.; MEDEIROS, K. M.; ARAÚJO, E. M.; ARAUJO, B. A.; FILHO, E. A. S. Membranas de polisulfona/argila: influência de diferentes argilas na propriedade de barreira. *Matéria*, v. 23, n/ 1, p. 1-14, 2018.

FERSI, C.; DHAHBI, M. Treatment of textile plant effluent by ultrafiltration and/or nanofiltration for water reuse. *Desalination*, v. 222, n. 1–3, p. 263–271, 2008.

FERSI, C.; GZARA, L.; DHAHBI, M. Treatment of textile effluents by membrane technologies. *Desalination*, v. 185, n. 1–3, p. 399–409, 2005.

FILHO, Edson Antonio Dos Santos et al.. Tratamento de água por meio de membranas híbridas. *Anais III WIASB...* Campina Grande: Realize Editora, 2017.

FLECK, L.; TAVARES, M. H. F.; EYNG, E. Utilização da técnica de eletrofloculação para o tratamento de efluentes têxteis: uma revisão. *Revista Eixo*, v. 2, n. 2, p. 51, 2013.

GANESH, R.; BOARDMAN, G. D.; MICHELSEN, D. Fate of azo dyes in sludges. *Water Research*, v. 28, n. 6, p. 1367–1376, 1994.

GUARATINI, C. C. I.; ZANONI, M. V. B. Corantes têxteis. *Química Nova*, v. 23, n. 01, p. 71-78, 2000.

HOLKAR, C. R. et al. A critical review on textile wastewater treatments: Possible approaches. *Journal of Environmental Management*, v. 182, p. 351–366, 2016.

HOSSEINI, S. S. et al. Fabrication, characterization, and performance evaluation of polyethersulfone/TiO₂ nanocomposite ultrafiltration membranes for produced water treatment. *Polymers for Advanced Technologies*, v. 29, n. 2, p. 889-899, 2018.

JYOTHI, M. S. et al. Aminated polysulfone/TiO₂ composite membranes for an effective removal of Cr (VI). *Chemical Engineering Journal*, v. 283, p. 1494-1505, 2016. DOI: 10.1016/j.cej.2015.08.116.

JOSE, Linta Maria; KURIAKOSE, Sunny; THOMAS, Sabu. Fabrication, Characterization and In Vitro Antifungal Property Evaluation of Biocompatible Lignin-Stabilized Zinc Oxide Nanoparticles Against Selected Pathogenic Fungal Strains. *BioNanoScience*, v. 10, p. 583-596, 2020. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s12668-020-00763-y>. Acesso em: 08/10/2023.

LEO, C. P. et al. Polysulfone membranes blended with ZnO nanoparticles for reducing fouling by oleic acid. *Separation and Purification Technology*, v. 89, p. 51–56, 2012.

LESAK, Giuliana Varela Garcia. Influência da adição de óxidos de nióbio e titânio em membranas cerâmicas: avaliação de propriedades e aplicação na separação de emulsão óleo-em-água. *Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal do Paraná, Setor de Tecnologia, 2021. Orientador: Prof. Dr. Rafael Bruno Vieira. Coorientador: Prof. Dr. Éliton Fontana.*

MACARTHUR, E.; MCCARTNEY, S. Vision of a circular economy for fashion. *Ellen MacArthur Foundation's*, 2017.

MADHAV, S. et al. A review of textile industry: Wet processing, environmental impacts, and effluent treatment methods. *Environmental Quality Management*, v. 27, n. 3, p. 31–41, 2018.

MANI, S.; CHOWDHARY, P.; BHARAGAVA, R. N. Textile wastewater dyes: toxicity profile and treatment approaches. In: BHARAGAVA, R. N.; CHOWDHARY, P. (Eds.). *Emerging and Eco-Friendly Approaches for Waste Management*. Singapore: Springer, 2019. p. 219-244.

MARQUES, A.; SOUSA, E.; BROEGA, C. Presence of sustainability approaches in fashion design academic curricula: evidences from Southern Europe. In: *Proceedings of EDULEARN18 conference*, pp 671–676. (2018) <https://doi.org/10.21125/edulearn.2018.0254>

MAXWELL, D.; MCANDREW RYAN, L. . *The State of the Apparel Sector 2015 Special Report - Water*. 2015.

MENGTING, Z. et al. Applicability of BaTiO₃/graphene oxide (GO) composite for enhanced photodegradation of methylene blue (MB) in synthetic wastewater under UV–vis irradiation. *Environmental Pollution*, v. 255, 2019.

MILLER, P. H. Jr. The Electrical Conductivity of Zinc Oxide. *Physical Review*, v. 60, p. 890, 15 dez. 1941.

MULDER, M. *Basic Principles of Membrane Technology*. Dordrecht: Kluwer Academic Publishers, 1996.

NIST (National Institute of Standards and Technology). 2-Pyrrolidinone, 1-methyl-. Disponível em: <https://webbook.nist.gov/cgi/cbook.cgi?ID=C872504&Mask=80>. Acesso em 16/10/2023.

MASROOR, Sheerin. Basics of metal oxides: properties and applications. In: VERMA, Chandrabhan; ASLAM, Jeenat; HUSSAIN, Chaudhery Mustansar (Eds.). *Inorganic Anticorrosive Materials*. Elsevier, 2022. p. 85-94. ISBN 978-0323904100. DOI: 10.1016/B978-0-323-90410-0.00005-2.

MUKHERJEE, R.; DE, S. Preparation of polysulfone titanium di oxide mixed matrix hollow fiber membrane and elimination of long term fouling by in situ photoexcitation during filtration of phenolic compounds. *Chemical Engineering Journal*, v. 302, p. 773-785, 2016.

MUSHTAQ, A.; MUKHTAR, H. BIN; SHARIFF, A. M. FTIR study of enhanced polymeric blend membrane with amines. *Research Journal of Applied Sciences, Engineering and Technology*, v. 7, n. 9, p. 1811–1820, 2014.

PAVANATTI, S. L. et al.. Estudo sobre a biocompatibilidade da polisulfona sob a forma de partículas e bastões. *Acta Ortopédica Brasileira*, v. 9, n. 3, p. 11–18, jul. 2001.

QUEIROZ, M. T. A. et al. Restructuring in the flow of textile wastewater treatment and its relationship with water quality in Doce River, MG, Brazil. *Gestao e Producao*, v. 26, n. 1, 2019.

RODRIGUES, Maria Isabel e IEMMA, Antônio Francisco. Planejamento de experimentos e otimização de processos: uma estratégia sequencial de planejamentos. Campinas: Casa do Pão, 2005.

ROSHANI, R.; ARDESHIRI, F.; PEYRAVI, M.; JAHANSHAHI, M. Highly permeable PVDF membrane with PS/ZnO nanocomposite incorporated for distillation process. *RSC Advances*, v. 8, n. 42, 2018.

SAZANOVA, Tatyana Sergeevna et al. Morphology Effect of Zinc Oxide Nanoparticles on the Gas Separation Performance of Polyurethane Mixed Matrix Membranes for CO₂ Recovery from CH₄, O₂, and N₂. *Membranes*, v. 12, n. 6, p. 577, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/membranes12060577>. Acesso em: 08/10/2023

SHEN, L. et al. Polymeric membranes incorporated with ZnO nanoparticles for membrane fouling mitigation: a brief review. *Frontiers in Chemistry*, v. 8, p. 224, 2020. DOI: 10.3389/fchem.2020.00224.

SIGMA ALDRICH. Polysulfone average Mw ~35,000 by LS, average Mn ~16,000 by MO, pellets. Disponível em: <https://www.sigmaaldrich.com/BR/pt/product/aldrich/428302> Acesso em 18/08/2022.

SILVA, Victoria Cardoso da; CHIERIGHINI, Melissa Alves; DEMARCHI, Enrico Ferro; PEREIRA, Ana Luiza Cardoso (co-orientadora); GABRIEL, Laís Pellizzer (orientadora). Métodos de incorporação de óxido de grafeno em membranas poliméricas. In: Anais do XXIX Congresso de Iniciação Científica da UNICAMP, 2021.

SOUZA, Adeilson de Oliveira. Avaliação das propriedades mecânicas e de barreira de filmes de EVA/Argila. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Centro de Tecnologia, Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica, Natal, 2019.

SOARES DE SOUZA, José Everton et al. Membranas de nanocompósitos poliméricos com óxido de zinco para o tratamento de efluentes: Revisão de literatura. *Research, Society and Development*, v. 10, n. 8, e46510817402, 2021. ISSN 2525-3409. DOI: <http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v10i8.17402>. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v10i8.17402>.

SUR, Dharmesh H.; MUKHOPADHYAY, Mausumi. Role of zinc oxide nanoparticles for effluent treatment using *Pseudomonas putida* and *Pseudomonas aureofaciens*. *Bioprocess and Biosystems Engineering*, v. 42, p. 187-198, 2019. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s00449-018-2039-5>. Acesso em: 08/10/2023.

TRINDADE, R. S. Caracterização de membranas poliméricas aplicadas ao processo de microfiltração. UFRGS, 2010.

VAN DER BRUGGEN, B.; CURCIO, E.; DRIOLI, E. Process intensification in the textile industry: The role of membrane technology. *Journal of Environmental Management*, v. 73, n. 3, p. 267–274, 2004.

VICENTINI, F. C. et al. Planejamento fatorial e superfície de resposta: Otimização de um método voltamétrico para a determinação de Ag(I) empregando um eletrodo de pasta de nanotubos de carbono. *Química Nova*, v. 34, n. 5, p. 825–830, 2011.

WEN, Y. et al. Polymeric nanocomposite membranes for water treatment: a review. *Environmental Chemistry Letters*, v. 17, p. 1539-1551, 2019. DOI: 10.1007/s10311-019-00895-9.

ZAID, Muhammad et al. Investigating the Antibacterial Activity of Polymeric Membranes Fabricated with Aminated Graphene Oxide. *Membranes*, v. 11, n. 7, p. 510, 2021.