



XXII CONGRESSO  
BRASILEIRO DE  
ENGENHARIA QUÍMICA  
23 a 26 de Setembro de 2018  
Hotel Maksoud Plaza  
São Paulo – SP



XVII ENCONTRO BRASILEIRO  
SOBRE O ENSINO DE  
ENGENHARIA QUÍMICA  
27 a 28 de Setembro de 2018  
USP  
São Paulo – SP

# CARACTERIZAÇÃO ENERGÉTICA DE MONÓLITOS DE CORDIERITA IMPREGNADOS COM AMINA

SOUSA W. A., MAIA D. A. S., MOURA K. O., DUARTE L. L., BASTOS-NETO M.,  
AZEVEDO D. C. S.

Universidade Federal do Ceará, Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia  
Química, GPSA/LPACO2

E-mail para contato: diana@gpsa.ufc.br

*RESUMO – A caracterização dos materiais adsorventes é imprescindível para processos de adsorção em meio líquido, como por exemplo, a purificação de águas residuais. Neste trabalho foi avaliada a interação energética da água com monólitos de cordierita pura e como suporte de talco impregnado com 3-aminopropiltrióxissilano (AMPTS). As amostras foram testadas usando um microcalorímetro C80 (Setaram) com um sistema de injeção adaptado. Os resultados mostram que a massa de água sorvida por massa de amostra é constante, indicando a boa aplicabilidade dessas amostras para adsorção em meio aquoso. Já o calor de interação do monólito com a água decresce com o aumento da quantidade impregnada, justificando o uso dessas amostras para captura de moléculas que tenham afinidade por grupos amino.*

## 1. INTRODUÇÃO

Uma das emergentes tecnologias para o tratamento de águas residuais é o uso de membranas cerâmicas. Estas possuem baixo consumo de energia, vida útil longa, facilidade de limpeza e ocupam pouco espaço físico. Além disso, são mais estáveis química e biologicamente, como também resistentes a altas temperaturas e pressões quando comparados com as membranas poliméricas (Silva and Lira, 2006). Devido as suas vantagens socioambientais e de processamento industrial, pesquisas estão sendo desenvolvidas a respeito, conduzindo a necessidade de uma maior demanda por matérias-primas naturais para a fabricação dessas membranas.

Uma das matérias-primas que servem de insumo na produção das membranas cerâmicas é a cordierita, um material pouco explorado até o momento (Samacia et al., 2018). Por esse motivo uma caracterização completa deve ser feita, estudando também as interações desse material principalmente com a água, que é o meio líquido mais comum nesses casos. É importante que a interação desse material com a água seja mínima possível para que a membrana capture o máximo de poluente.

Dessa forma, essa pesquisa propõe o uso de microcalorimetria em fase líquida a fim de obter dados sobre a interação da água com a cordierita pura e o seu uso como suporte para talco funcionalizado com 50% e 100% de 3-aminopropiltrióxissilano (AMPTS).

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1. Materiais

Nesse trabalho foram utilizados monólitos cúbicos de cordierita ( $2\text{MgO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{SiO}_2$ , Umicore Brasil) do tipo *honeycomb*, puros e utilizados como suportes de talco funcionalizado com 50% e 100% de 3-aminopropiltrióxissilano (AMPTS, Sigma Aldrich) e água destilada. A síntese do talco foi realizada de acordo com a literatura (Moura and Pastore, 2014).

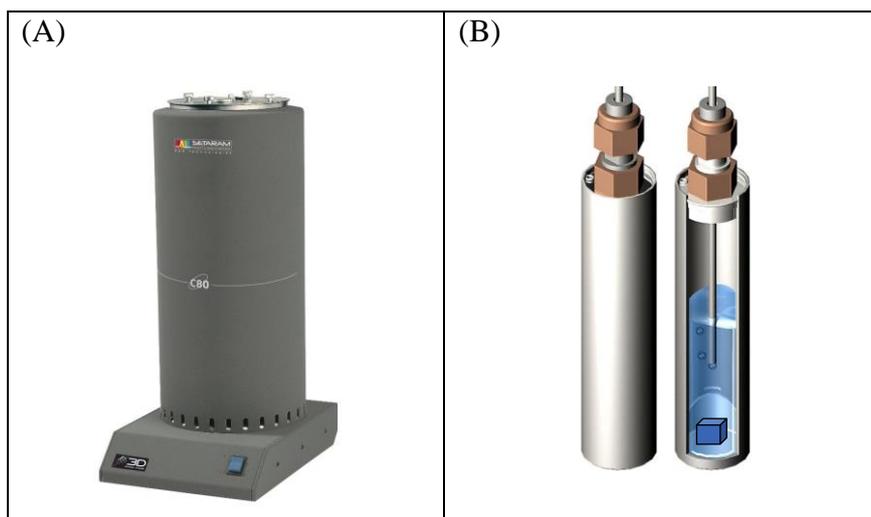
### 2.2. Caracterização

Difração de Raios X: os difratogramas de raios X utilizados para identificar as fases referentes a cordierita foram obtidos através de um difratômetro de modelo Shimadzu XRD 7000, operando em modo contínuo de varredura, com radiação  $\text{Cu K}\alpha$  ( $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$ ).

Microscopia eletrônica de Varredura: as microscopias das amostras foram obtidas em um microscópio eletrônico de varredura de modelo FEI Quanta 250, operado em 2 kV.

Microcalorimetria em fase líquida: dados da caracterização energética foram determinados utilizando microcalorímetro Setaram C80 (Figura 1-A). Cada amostra, inicialmente regenerada a  $180 \text{ }^\circ\text{C}$  durante 4 h, é pesada, colocada na célula do microcalorímetro e mantida a  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ . Quando a linha base do microcalorímetro atinge o equilíbrio, 3 mL de água é injetada e a resposta dos sensores é processada pelo Software Calisto. A água é injetada através de um capilar de metal que acessa o interior da célula (Figura 1-B) e molha a amostra de forma uniforme.

Figura 1 – A: Microcalorímetro C80; B: Esquema da célula de injeção.



A temperatura dentro da célula fica em torno de  $24,8 \text{ }^\circ\text{C}$ . Dessa forma a água entra em temperatura mais baixa e gera um pico endotérmico maior que o pico que seria gerado somente pela interação da água com a amostra. Por esse motivo foram feitos brancos em triplicata para corrigir e conhecer somente os dados da caracterização energética. Esses dados foram

representados em termos de calor de interação  $Q_{int}$  (J/g) e Entalpia da sorção de água  $H_a$  (kJ/mol) (Moura et al., 2012). Ao final do experimento, as amostras são levemente secas com papel para tirar o excesso e pesadas para conhecer a massa de água sorvida pela amostra.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### 3.1. Caracterização dos materiais

A Figura 2A mostra os difratogramas de raios X da cordierita pura (a) e modificada (b). Picos de difração típicos são observados em  $2\theta$  de 10,2, 17,9, 18,9, 21,6, 26,1, 28,2, 29,3 e 33,7, correspondendo à estrutura da cerâmica ( $2MgO-2Al_2O_3-5SiO_2$ ). Não é observada diferenças significativas, indicando que essa síntese não causa mudanças na estrutura da cordierita. Além disso, a camada de talco funcionalizado não é detectada pela DRX, sugerindo que essa técnica não indica a presença do filme na superfície dos monólitos.

A Figura 2B mostra as micrografias para as amostras estudadas. A cordierita pura, macroscopicamente, tem forma bem definida com superfícies lisas. Para a amostra modificada foi possível observar uma significativa cobertura de talco funcionalizado (b), independente da proporção de aminas usadas, não notado no suporte sólido puro (a). A presença dessa camada rugosa nos monólitos de cordierita pura são indícios de presença do sólido na sua superfície.

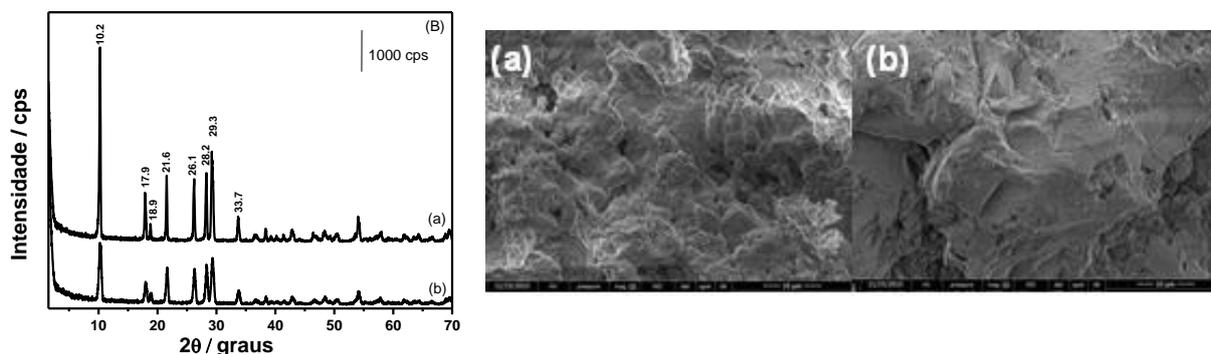


Figura 2 – Difratograma de Raios X (A) e Microscopia Eletrônica de varredura (B) das amostras natural (a) e modificada com 50% AMPTS.

#### 3.2. Microcalorimetria em fase líquida

A Tabela 1 resume os dados obtidos com as análises de microcalorimetria em fase líquida. A razão entre as massas medidas antes e depois do experimento está representada na quarta coluna. A massa de sorção de água é calculada pela diferença entre a massa da amostra depois do contato com a água e a massa inicial regenerada. Comparando os dados, observa-se uma constância entre as razões mássicas, mostrando que independente da impregnação a quantidade de água sorvida, por grama de amostra, é mantida.

Considerando os dados da caracterização energética, estes são mais sensíveis ao processo de impregnação. Como mostrado na Tabela 1, tanto o calor de interação, que é calculado por massa de amostra (calor integral) como a entalpia de sorção de água, diminuem com o aumento da quantidade de grupos amino na cordierita. Estes resultados sugerem um



XXII CONGRESSO  
BRASILEIRO DE  
ENGENHARIA QUÍMICA  
23 a 26 de Setembro de 2018  
Hotel Maksoud Plaza  
São Paulo – SP



XVII ENCONTRO BRASILEIRO  
SOBRE O ENSINO DE  
ENGENHARIA QUÍMICA  
27 a 28 de Setembro de 2018  
USP  
São Paulo – SP

aumento da hidrofobicidade, que pode estar relacionada com o enfraquecimento da interação do material com a água, causado pela presença dos grupos nitrogenados ancorados a superfície. Segundo a literatura (Picard et al., 2004), o uso desse tipo modificação química conduz a um aumento da hidrofobicidade de materiais como a cordierita, resultados estes observados no presente trabalho.

Tabela 1 – Dados obtidos para a caracterização energética dos materiais

Amostra	$Q_{int}$ (J/g)	$H_a$ (kJ/mol)	$m_s/m_{ai}$ (g/g)
Cordierita Pura	108,74	11,51	0,1720
Cordierita 50%	101,11	10,34	0,1793
Cordierita 100%	93,12	9,65	0,1773

Além disso, existe uma concordância entre os dados obtidos, uma vez que quando os dados de calor de interação em função da quantidade de amina presente são graficados, estes formam uma linha reta com  $R^2$  próximo de 1, mostrando uma evolução linear decrescente nas energias com o aumento da porcentagem de impregnação.

## 4. CONCLUSÃO

Neste trabalho foi usada a microcalorimetria em fase líquida a fim de obter dados sobre a interação da água com a cordierita pura, e suportada com talco impregnado com 50% e 100% de AMPTS. Os resultados mostram que a massa de água sorvida por massa de amostra é constante, mostrando a boa aplicabilidade dessas amostras para adsorção em meio aquoso. Já o calor de interação e a entalpia de sorção de água decrescem com o aumento da quantidade impregnada, justificando o uso dessas amostras para captura de moléculas que tenham afinidade por grupos amino.

## 5. REFERÊNCIAS

MOURA KO, PASTORE HO, Physico-chemical of organo-functionalized magnesium phyllosilicate prepared by microwave heating. *Microporous and Mesoporous Materials*, v.190, p. 292-300, 2014.

MOURA KO, VIEIRA EFS, CESTARI AR, The use of solution microcalorimetry to evaluate chemically modified fish scales as a viable adsorbent for heavy metals. *J Therm Anal Calorim*, v.107, p. 999-1005, 2012.

PICARD C, LARBOT A, TRONEL-PEYROZ E, BERJOAN R, Characterisation of hydrophilic ceramic membranes modified by fluoroalkylsilanes into hydrophobic membranes. *Solid State Sciences*, v.6, p. 605–612, 2004.

SAMAEIA SM, GATO-TRINIDADADA S, ALTAEEB A, The application of pressure-driven ceramic membrane technology for the treatment of industrial wastewaters – A review. *Separation and Purification Technology*, v.200, p.198-220, 2018.

SILVA FA, LIRA HL, Preparação e caracterização de membranas cerâmicas de cordierita. *Cerâmica*, v.52, p. 276-282, 2006.