



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE FEIRA DE SANTANA**

Autorizada pelo Decreto Federal nº 77.496 de 27/04/76  
Recredenciamento pelo Decreto nº 17.228 de 25/11/2016



**PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO**  
COORDENAÇÃO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA

## **XXIV SEMINÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UEFS SEMANA NACIONAL DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA - 2020**

### **CARACTERIZAÇÃO DE MEMBRANAS DE ULTRAFILTRAÇÃO PELA MWCO**

**Andreza Borba da Silva<sup>1</sup>; Andrea Limoeiro Carvalho<sup>2</sup>**

1. Bolsista FAPESB, Graduando em Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Feira de Santana, e-mail: [borba.andreza@hotmail.com](mailto:borba.andreza@hotmail.com)
2. Orientador, Departamento de Tecnologia, Universidade Estadual de Feira de Santana, e-mail: [limoeiro@uefs.br](mailto:limoeiro@uefs.br)

**PALAVRAS-CHAVE:** membrana, caracterização, PEG.

### **INTRODUÇÃO**

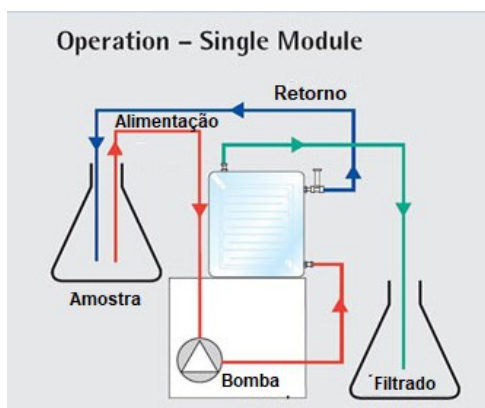
Existe um aumento no uso das membranas e, estudos estão sendo realizados para aprimorar o desempenho dos processos com membranas, entretanto é necessária uma escolha apropriada da membrana, o qual é um fator essencial para atingir esse objetivo. A seletividade depende do tamanho dos poros das membranas (ULUDAG; PARTRICK, 2000). A detecção dos tamanhos de poros das membranas pode ser definido por vários métodos analíticos, como, método de rejeição do soluto, método de ponto de bolha, método de sonda solúvel, substituição líquida e técnicas de observação visual (por exemplo, microscopia de força atômica e microscopia eletrônica de varredura) são os métodos comumente empregados para medir o tamanho dos poros das membranas (NAKAO, 1994; CARVALHO et al., 2011; KANG et al., 2014).

O polietileno glicol (PEG) têm sido extensivamente utilizado para a determinação da massa molar de corte de membranas (MWCO) (TANDON; GUTPTA, 1994). Isso porque suas propriedades coloidais são apenas ligeiramente sensíveis ao ambiente químico, dando baixos níveis de incrustação (CHO et al., 1999). Cho et al. (1999), em seus experimentos, propõem uma nova técnica que é rejeição fracionada de macromoléculas não-iônicas e carregadas para determinação de distribuições do tamanho do poro das membranas. Existem vários métodos de determinação para o PEG, os quais, em grande parte, se utiliza de equipamentos de última geração, como cromatografia líquida de alta performance (HPLC), para o qual se requer uma técnica cromatográfica estabelecida utilizando diluentes, colunas e detectores específicos (CHENG et al., 2012).

### **METODOLOGIA**

Duas diferentes membranas de ultrafiltração de Poliétersulfona (PES), existentes no Laboratório de Operações Unitárias da Universidade Estadual de Feira de Santana, foram caracterizadas. PEG com massas molares de 1 a 35 kDa (Sigma, Êxodo e Merk) foram utilizadas para a determinação do tamanho médio dos poros. O sistema de ultrafiltração utilizado foi da marca Sartorius, modelo Vivaflow 50, utilizando-se

membranas de PES com massa molecular de corte, segundo o fabricante, de 3 e 5 kDa. O esquema pode ser visto na Figura 1.



**Figura 1** – Esquema de montagem de sistema para ultrafiltração

Neste sistema foram permeadas soluções com diferentes massas molares de PEG em uma concentração final de  $400 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$  a uma temperatura constante e igual a  $25^\circ\text{C}$ , conforme procedimento experimental apresentado na Figura 1. A pressão operacional utilizada foi de 2,5 bar e todas as membranas foram pré-condicionadas com água deionizada até fluxo constante de permeado. Durante os experimentos, 100 mL de solução de PEG foram permeadas até que fosse coletado um volume de 40 mL de permeado. O percentual de rejeição e o fluxo de permeado foram então calculados.

Para a determinação da permeabilidade hidráulica foi utilizada água deionizada na alimentação do sistema, que era reabastecido pelo sistema de diafiltração. A água era bombeada através da membrana e o retentado retornava para o recipiente de alimentação. O filtrado era recolhido em um Erlenmeyer previamente pesado, para que a massa de permeado fosse anotada a cada minuto, durante 20 minutos. Esse processo foi repetido para as pressões de 1,0; 1,5; 2,0 e 2,5 bar.

Devido a necessidade de alteração das atividades que seriam realizadas em laboratório, foram elaborados protocolos de análise a partir de artigos pesquisados na internet, oriundos da revisão bibliográfica conduzida durante o período de pandemia.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

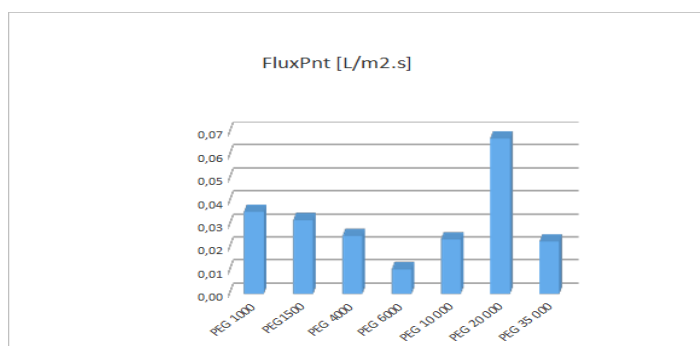
### Permeabilidade

Notou-se diferença entre as permeabilidades das membranas de 3kDa e 5KDa, a exemplo da membrana de 5 kDa, a qual tem sua permeabilidade maior quando comparada com a de 3 kDa, o que já era esperado, pois a mesma possui uma massa molar de corte maior que a de 3 kDa, de acordo com o fabricante, o que facilita a passagem das substâncias nesta.

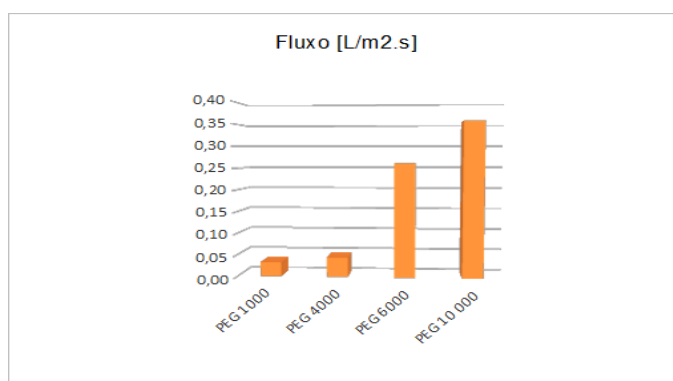
Foi possível observar um declínio na permeabilidade hidráulica das duas membranas, o qual pode ser explicado pelo mecanismo denominado por incrustação. A origem da incrustação é decorrente da deposição de substâncias dissolvidas ou suspensas na fase líquida na superfície da membrana (por exemplo, devido à adsorção) e/ou no interior de sua estrutura causando o entupimento dos poros.

## Processo

Analisando o fluxo na figura 1, era esperado que para as soluções com massas molares próximas às massas de corte indicado pelo fabricante os fluxos fossem menores, devido à incrustação, mas isso não foi observado para a de 3 kDa. Entretanto, isso se observou com as soluções de 6 kDa, o que pode indicar algum problema na definição da MWCO pelo fabricante.



**Figura 1:** Gráfico de fluxo das soluções de PEG's com a membrana de 3 KDa



**Figura 2:** Gráfico de fluxo das soluções de PEG's com a membrana de 5 KDa

Observando-se ambas as figuras e o comportamento dos gráficos presentes nelas, é possível notar a variação do fluxo devido à sua circulação transversal, a qual promoveu o arraste das moléculas maiores quando utilizávamos essas soluções. Diante disso, o escoamento paralelo à membrana limita o acúmulo do material retido sobre ela, tornando possível a operação do sistema em condições de regime estabelecido de transferência de massa. Logo, pela velocidade ser constante, evitou-se que o acúmulo na superfície da membrana impedisse o arraste das moléculas maiores de forma eficiente. Ou seja, o fluxo do permeado é capaz de manter-se constante com o tempo, porém em um valor menor do que o obtido com o solvente puro, na mesma pressão de operação, dado que o aumento da concentração das espécies retidas próximo à superfície da membrana provoca uma resistência adicional à transferência de massa do solvente.

## Protocolos de Análise

No Labiv - Laboratório de bioprospecção vegetal, laboratório com o qual fizemos parceria para essas análises, o equipamento HPLC disponível tinha um sensor UV, e colunas 5  $\mu$ m, C8 e C18, foi observado, dentre as metodologias estudadas, que não houve utilização de pré coluna, baseado nestas informações foi possível realizar uma revisão bibliográfica em busca de metodologias que pudessem ser aplicadas ou adaptadas para este trabalho.

Em cada protocolo elaborado, foi pré estabelecido os materiais e reagentes que podem ser utilizados, a preparação da PEG , as condições cromatográficas líquidas, preparação das amostras e a validação dos métodos. Desta forma é esperado um desempenho e otimização do tempo durante a realização dos experimentos.

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

É possível concluir que permeabilidade hidráulica da membrana de 3 kDa é melhor quando a solução utilizada tem moléculas com tamanhos menores que o identificado pelo fabricante como sendo de seu corte, com uma redução ao se utilizar soluções com massa molar de 10 kDa, recuperando novamente a permeabilidade com soluções de massas molares maiores. Já a membrana de 5 kDa se difere da anterior, pois observa-se um aumento da permeabilidade com o aumento da massa molar da solução utilizada.

Houve um declínio na permeabilidade hidráulica das membranas nas duas figuras 2 e 3, o qual pode ser explicado pelo mecanismo denominado por incrustação. Esta explicação inclui as duas membranas tanto a de 3kDa quanto a 5kDa.

Quanto ao fluxo era esperado que para as soluções com massas molares próximas às massas de corte indicado pelo fabricante os fluxos fossem menores, devido à incrustação, mas isso não foi observado para a de 3 kDa. Entretanto, isso se observou com as soluções de 6 kDa, o que pode indicar algum problema na definição da MWCO pelo fabricante. A variação do fluxo devido à sua circulação transversal, a qual promoveu o arraste das moléculas maiores quando utilizávamos essas soluções. Diante disso, o escoamento paralelo à membrana limita o acúmulo do material retido sobre ela, tornando possível a operação do sistema em condições de regime estabelecido de transferência de massa.

Contudo devido a Pandemia foram elaborados protocolos viáveis, que poderiam ser adaptados para este plano de trabalho, sendo estes baseados nos materiais que existem em laboratório. Estes trazem passo a passo de como devem ser conduzidos cada etapa do experimento, envolvendo o método HPLC para validação das PEG's.

## REFERÊNCIAS

BHAVE, R. **Inorganic Membranes Synthesis, Characteristics and Applications: Synthesis, characteristics, and applications**. Springer Science & Business Media, 2012.

CHENG, T.-L.; CHUANG, K.-H.; CHEN, B.-M.; ROFFLER, S. R. **Analytical measurement of PEGylated molecules**. *Bioconjugate Chem.*, v. 23, n. 5, p. 881-899, 2012.

CHO, J.; AMY, G.; PELLEGRINO, J. **Membrane filtration of natural organic matter: initial comparison of rejection and flux decline characteristics with ultrafiltration and nanofiltration membranes**. *Water Research*, v. 33, n. 11, p. 2517-2526, 1999.

MULDER, J. **Princípios básicos da tecnologia de membranas**. Springer Science & Business Media, 2012.

NAKAO, S.-I. **Determination of pore size and pore size distribution: 3. Filtration membranes**. *J. Membr. Sci.*, v. 96, n. 1-2, p. 131-165, 1994.

TANDON, A.; GUPTA, S. K.; AGRWAL, G. P. **Modeling of protein transmission through ultrafiltration membranes**. *J. Membr. Sci.*, v. 97, p. 83-90, 1994.