



República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(21) BR 102016024239-8 A2

(22) Data do Depósito: 18/10/2016

(43) Data da Publicação: 02/05/2018



(54) Título: PROCESSO DE OBTENÇÃO DE MEMBRANAS HOMOGÊNEAS CATIÔNICAS PARA ELETRODIÁLISE

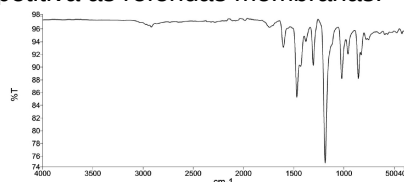
(51) Int. Cl.: C08L 71/12; B01D 71/52

(73) Titular(es): ASSOCIAÇÃO PRÓ ENSINO SUPERIOR EM NOVO HAMBURGO

(72) Inventor(es): CARLOS ARTHUR FERREIRA; MICHEL VINICIUS FLACH; MARCO ANTÔNIO SIQUEIRA RODRIGUES; ANA CAROLINA KAYSER; VANUSCA DALOSTO JAHNO; FABRICIO CELSO; RICARDO MARTINS DE MARTINS; LUIZ CARLOS ROBINSON; GRACIELA MACHADO DA SILVEIRA; NAIARA CAMILA MARTINS; JOANA FARIAS CORTE; FELIPE TIAGO DO NASCIMENTO; WALTER DE OLIVEIRA; JANE ZOPPAS FERREIRA; ANDREA MOURA BERNARDES

(74) Procurador(es): LEÃO PROPRIEDADE INTELECTUAL

(57) Resumo: RESUMO PROCESSO DE OBTENÇÃO DE MEMBRANAS HOMOGÊNEAS CATIÔNICAS PARA ELETRODIÁLISE A presente invenção pertence ao setor tecnológico de engenharia de matérias e refere-se, mais especificamente, a um processo de obtenção de membranas homogêneas catiônicas por meio da sulfonação, sendo essas membranas aplicáveis no setor de tratamento de efluentes industriais, domésticos e água para abastecimento público, resultando em novo método de preparo de membranas de troca iônica homogêneas destinadas à montagem de equipamentos de eletrodiálise. O processo em questão consiste basicamente na sulfonação do PPO e posterior formação dos filmes. Com isso, a patente de invenção visa propor uma solução para o elevado custo das membranas de troca catiônica homogênea presentes no mercado nacional atual, devido ao fato de não existirem empresas no Brasil que desenvolvam e produzam de forma competitiva as referidas membranas.



PROCESSO DE OBTENÇÃO DE MEMBRANAS HOMOGÊNEAS CATIÔNICAS PARA ELETRODIÁLISE

Setor tecnológico da invenção

[01] De uma maneira geral a presente invenção pertence ao setor tecnológico de engenharia de materiais e se refere, mais especificamente, a um processo de obtenção de membranas homogêneas catiônicas por meio da sulfonação, sendo essas membranas aplicáveis no setor de tratamento de efluentes industriais, domésticos e água para abastecimento público, resultando em novo método de preparo de membranas de troca iônica homogêneas.

Estado da técnica conhecido

[02] A escassez dos mananciais de água potável próximos aos grandes centros urbanos, aliada à restrição cada vez maior nos limites da concentração de contaminantes químicos e patogênicos em águas para consumo humano e nos efluentes tratados, têm favorecido o surgimento de tecnologias alternativas de tratamento de água e esgoto. Os métodos convencionais normalmente utilizados para o tratamento de efluentes apresentam diversas limitações, especialmente o não atendimento quanto aos limites das concentrações de compostos no efluente tratado e a geração de resíduos perigosos durante o tratamento. Nesse sentido, há uma crescente demanda por pesquisas voltadas para o desenvolvimento de tecnologias limpas no Brasil.

[03] A tecnologia de eletrodiálise é um processo que visa remover essencialmente íons com carga positiva e/ou negativa de uma solução aquosa. (SINGH; HANKINS, 2016; STRATHMANN, 2010). Para tanto, esse processo utiliza membranas de troca iônica sob a influência de uma diferença de potencial elétrico (STRATHMANN, 1995). As membranas de troca iônica são sistemas sólidos carregados com cargas elétricas (positivas ou negativas), sendo que estas cargas excluem parcialmente ou completamente os íons de mesma carga e possibilitam a permeação de íons com carga oposta. Nesse sentido, as membranas aniônicas contêm cargas positivas, e agem durante o processo, excluindo os íons positivos e permitindo a permeação dos íons negativos. O contrário acontece com as

membranas catiônicas, que são carregadas com grupos aniônicos, possibilitando a passagem dos íons positivos e excluindo os negativos. Esse processo promove uma alta qualidade no efluente tratado, sem que haja a necessidade de utilizar reagentes químicos.

[04] As membranas de troca iônica são os principais componentes de um processo de eletrodialise. O Poli óxido de 2,6-dimetil-1,4-fenileno (PPO) consiste em um polímero de alto desempenho com custo relativamente baixo e, depois de modificado, possui propriedades adequadas para a sua aplicação como membrana de troca iônica. Como qualquer polímero aromático, o PPO pode ser sulfonado, utilizando ácido sulfúrico concentrado, ácido clorossulfônico e sulfato de acetila. A sulfonação pode ser controlada, ajustando-se tempo, temperatura, concentração e solventes.

[05] A reação de sulfonação do PPO é mais comumente realizada empregando-se ácido clorossulfônico como agente sulfonante (KRUCZEK, 2001). Huang e Kim, (1984), investigaram a sulfonação em fase homogênea do PPO, recorrendo ao uso de ácido clorossulfônico e de clorofórmio como solvente, na temperatura de 20°C. Utilizando o ácido clorossulfônico, diversos autores conseguiram obter o SPPO com grau de sulfonação de até 40%, que é o ideal para este material atingir as características necessárias de modo a se produzir uma membrana aplicável na técnica de eletrodialise.

[06] Wang, Yuhui e Cong (1995) desenvolveram um método para sulfonar o PPO em uma reação homogênea na presença de ácido sulfúrico fumegante como agente sulfonante e clorofórmio como solvente. A reação ocorreu por 3-4 horas à temperatura constante e foram obtidos polímeros com grau de sulfonação entre 26% e 70%, dependendo da quantidade de agente sulfonante adicionado.

[07] Conhece-se ainda o fato de que a sulfonação do PPO também foi realizada em meio fortemente ácido (ácido sulfúrico concentrado) em uma reação heterogênea à temperatura ambiente. Utilizando esse método, os autores Fu, Jia e Xu (1994) alcançaram um grau de sulfonação entre 2,5% e 3,8% para reações de 5 e 10 horas, respectivamente, enquanto que Schauer, Loupour e Vacik (1986)

obtiveram, em 5 horas de reação, um polímero com 1,2% de sulfonação. Esse método de reação promove uma baixa conversão do polímero ao polímero sulfonado.

[08] O PPO também foi modificado por intermédio da utilização do sulfato de acetila (CÁNOVAS; ACOSTA; LINARES, 2005; JUNG; KIM; YANG, 2004; SOBRADOS et al., 2007). A reação homogênea com sulfato de acetila envolve uma etapa a mais que as reações já mencionadas. Nesse método, o sulfato de acetila deve ser preparado previamente através de uma reação entre o ácido sulfúrico e o acetato de etila e posteriormente adicionado à reação de sulfonação. No trabalho de Jung, Kim e Yang (2004), o PPO foi sulfonado por esse método, utilizando clorofórmio como solvente em uma reação entre 3 e 4 horas, atmosfera inerte de nitrogênio e temperatura controlada em 70°C, tendo sido obtidos graus de sulfonação entre 7 e 38%. A utilização do ácido sulfúrico concentrado como agente sulfonante apenas ocorreu em reações heterogêneas e não apresentou resultados satisfatórios, enquanto que os outros reagentes apresentam métodos consolidados para a modificação do PPO.

[09] Ainda assim, também existem algumas alternativas que representam o atual estado da técnica e que são descritas em documentos de patentes. Alguns exemplos podem ser observados como no caso da patente de invenção nº PI 0114764-1 – “MEMBRANAS PARA A APLICAÇÃO EM CÉLULAS DE COMBUSTÍVEIS COM UMA MECÂNICA APERFEIÇOADA”, que é atribuída a uma membrana de material plástico contendo uma ou mais camadas, destinada ao uso em células combustíveis. Tais camadas são dopadas com ácido e a referida membrana apresenta pelo menos uma camada constituída de uma mistura de polímeros. Por utilizar pelo menos uma camada de uma mistura de polímeros, ser dopada com ácido e ter a aplicação do produto final destinada à célula combustível, o invento citado se difere da solução desse relatório descritivo, o qual relata uma membrana de troca iônica catiônica a partir da modificação química do polióxido de fenileno (PPO).

[010] Além disso, a patente de invenção de nº PI 9303661-2 – “PROCESSO E INSTALAÇÃO PARA RECUPERAÇÃO DE NITROGÊNIO DE AR” descreve um processo de recuperação de nitrogênio de ar por meio da passagem do ar através de uma membrana de separação de gás. A membrana possui duas camadas, sendo uma delas de fibras ocas de poli(óxido de 2,6-dimetil-p-fenileno) e uma camada superior densa do mesmo polímero. O que difere do objeto requerido nesse relatório descritivo é que a produção da membrana de troca iônica ocorre por modificação química do PPO (poli(óxido de 2,6-dimetil-p-fenileno)). Os campos de aplicação também são distintos.

[011] Outro exemplo de membranas pode ser observado no documento nº PI 9612305-2 – “MEMBRANAS DE MESCLAS BASEADAS EM POLI(ÓXIDO DE FENILENO) SULFONADO PARA CÉLULAS ELETROQUÍMICAS DE POLÍMEROS INTENSIFICADAS”, que descreve membranas de polímeros sólidos compreendidas por um poli(óxido de fenileno) sulfonado com alta densidade de carga usado sozinho ou mesclado com poli(fluoreto de vinilideno) em várias proporções. Tais membranas possuem condutividade iônica e são apropriadas para uso em acumuladores com eletrólito de membrana polimérica.

[012] A patente de invenção nº PI 9912947-7 – “MEMBRANAS MISTAS À BASE DE POLI(ÓXIDO DE FENILENO) SULFONADO PARA BATERIAS ELETROQUÍMICAS POLIMÉRICAS APERFEIÇOADAS” – trata de membranas poliméricas sólidas compostas de um poli(óxido de fenileno) sulfonado de elevada densidade misturado com poli(fluoreto de vinilideno) em razões variadas. Por possuírem uma condutividade iônica elevada, são adequadas para uso em baterias de membrana de eletrólito polimérico, capacitor de camada dupla de eletrólito e baterias de zinco-haleto recarregável. As referidas têm seu campo de aplicação diferenciado da invenção descrita nesse documento, a qual também se singulariza das anterioridades por não utilizar mescla com nenhum tipo de material.

[013] A patente CN103304830 “*Homogeneous Anion-Exchange Membrane And Preparation Method Thereof*” refere-se a uma membrana de troca iônica aniônica e o ao seu método de preparo. Outro documento de patente chinesa nº

CN101306331 "*Homogeneous Anion-Exchange Membrane And Preparation Method Thereof*" também se refere a uma membrana de troca iônica aniônica e ao seu método de preparo. Salienta-se então que a inovação que solicita o presente pedido de patente está relacionada a uma membrana de troca iônica catiônica à base da modificação química do polióxido de fenileno (PPO) para aplicação em eletrodialise. Sendo assim, de forma análoga, o que difere a patente solicitada da CN103304830 é o tipo de membrana e o método de preparo proposto no presente documento.

[014] O documento de patente japonesa nº JPH0365227 - "*Manufacture of poly(phentlene oxide) nonsymmetrical gas separation membrane*" – refere-se ao método de preparo de uma membrana para separação de gás. A inovação que solicita patente está relacionada a uma membrana de troca iônica catiônica à base da modificação química do polióxido de fenileno (PPO) para aplicação em eletrodialise. Assim, é importante mencionar que o que difere a patente solicitada da anterioridade JPH0365227 é o tipo de membrana e o método de preparo. A membrana citada na patente anterioridade em questão não é caracterizada como uma membrana de troca iônica, e o polímero utilizado para a sua produção não é modificado quimicamente.

[015] Outra patente japonesa nº JPS63229109 (A) – "*Preparation of complex semi-permeable membrane of sulfonated polyphenylene oxide*" – refere-se ao método de preparo de uma membrana semipermeável à base de polióxido de fenileno sulfonado e de uma membrana de ultrafiltração de polissulfona. O que difere a patente solicitada da anterioridade citada consiste no tipo de membrana e a sua aplicação. A membrana citada no documento de patente JPH0724276 é constituída de duas camadas, sendo uma delas de polióxido de fenileno sulfonado e a outra de uma membrana de ultrafiltração de polissulfona, levando à formação de uma membrana semipermeável.

[016] O documento nº CN 20131272066 – "*Homogeneous anion-exchange membrane and preparation method thereof*" – e o documento nº CN 2008120560 – "*Homogeneous phase anion-exchange membrane and preparation method*

thereof – apresentam membranas de troca aniônica à base de polímeros e seus processos de obtenção. Tais inventos possuem um tipo diferente de membrana se comparada àquela proposta neste relatório descritivo. Os processos de obtenção das membranas também se diferem do presente invento.

[017] A patente de invenção nº PI 9402589-4 – “Membrana composto; membrana capaz de separar pelo menos um componente fluido de uma mistura de fluidos; processo para fabricação de membrana compósito; processo para a produção de polímero de poli(óxido de fenileno); processo para separação de um componente de gás a partir de uma mistura de gás e processo para separação de pelo menos um componente fluido de uma mistura fluida” refere-se a membranas compósito de poli(óxido de fenileno) que são formadas a partir de polímeros de poli(óxido de fenileno), tendo propriedades de formação de filme e características de separação aperfeiçoadas. Entretanto, dita patente de invenção descreve um processo de sulfonação distinto ao reivindicado no presente relatório descritivo e envolve polímero de poli(óxido de fenileno) e polímero de poli(óxido de fenileno) sulfonado. A patente nº JP 19940168635 – “*Membrane for separation of fluid wherein modified poly(phenylene sulfide) is used as base material*” – se refere ao método de preparo de uma membrana porosa, a qual é composta por pelo menos uma camada de poli(óxido de fenileno) modificado. O invento se difere da solução proposta neste relatório descritivo, pois a membrana tem seu uso destinado para a separação de fluidos.

[018] Com isso, a partir de todos os inconvenientes encontrados nos sistemas e equipamentos atualmente utilizados, descritos anteriormente no estado da técnica, é visível a existência de uma lacuna no processo de produção de uma membrana de troca catiônica homogênea para utilização em equipamentos de eletrodialise.

Novidades e objetivos da invenção

[019] Com o objetivo de sanar as falhas do estado atual da técnica destacadas previamente, a presente patente de invenção visa propor uma solução para desenvolver membranas homogêneas catiônicas por um processo de sulfonação simples, devido ao fato de que no Brasil ainda não existem empresas que

desenvolvam e produzam as referidas membranas a serem utilizadas em equipamentos de eletrodialise.

[020] Tendo isso em vista, a presente solução apresenta uma membrana homogênea de troca catiônica e seu processo de obtenção, a qual é produzida a partir do poli (óxido de fenileno). A metodologia empregada para a síntese das membranas consiste basicamente na sulfonação do PPO, seguida da etapa da formação de filmes, isto é, o produto final. Portanto, o invento proposto é o principal componente dos equipamentos de eletrodialise, os quais são dotados de uma tecnologia limpa que permite tratar os efluentes de maneira a resultar em uma água de elevada qualidade, possibilitando sua reutilização.

Descrição dos desenhos anexos

[021] Com o propósito de que a presente invenção seja plenamente compreendida e levada à prática por qualquer técnico deste setor tecnológico, a mesma será descrita de forma clara, concisa e suficiente, tendo como base os desenhos anexos, que a ilustram e subsidiam abaixo listados.

[022] **Figura 1** representa o espectro na região do infravermelho do PPO.

[023] **Figura 2** representa o espectro na região do infravermelho de 400 cm^{-1} à 2500 cm^{-1} .

[024] **Figura 3** representa o espectro na região infravermelho de 2000 cm^{-1} à 450 cm^{-1} .

[025] **Figura 4** representa o resultado do teste de eletrodialise em bancada, em relação à condutividade.

[026] **Figura 5** representa o resultado do teste de eletrodialise em bancada.

Descrição detalhada da invenção

[027] A presente invenção apresenta uma nova forma de sintetizar membranas homogêneas de troca catiônica produzidas por meio da sulfonação do poli (óxido de fenileno) (PPO) e seu processo de obtenção. As membranas obtidas a partir de tal tecnologia possuem características que as permitem ser utilizadas em equipamentos de eletrodialise. Esta é uma operação unitária na qual os componentes que a compõem são induzidos por uma corrente elétrica. Esse

método é fundamentado em uma série de membranas catiônicas e aniônicas intercaladas. Tais membranas são o principal componente dos equipamentos de eletrodialise.

[028] A referida tecnologia tem o intuito de simplificar o método utilizado na obtenção de membranas homogêneas catiônicas presentes no mercado atual. Basicamente, o preparo das membranas é realizado através da modificação do poli(óxido de fenileno), e posterior formação de filme.

[029] O processo de modificação da membrana catiônica é realizado por meio de uma sulfonação no polímero. O sistema utilizado nas reações de sulfonação compreende basicamente um reator de 5 entradas conectado a um condensador, um agitador mecânico com hélice de Teflon e um termômetro. Em uma das entradas do reator, é conectada à entrada de gás nitrogênio, e na saída do condensador foi acoplado um *trap* para a recuperação do solvente. Além disso, com o intuito de tornar mais efetiva a recuperação do solvente, durante todo o processo o sistema recebe a inserção de água gelada no condensador.

[030] Inicialmente, o PPO é dissolvido em um solvente adequado (clorofórmio, NMP ou DMF) à temperatura entre 40°C e 60°C (a temperatura e as proporções das substâncias utilizadas dependem do grau de sulfonação desejado). Após a dissolução completa do PPO, é adicionado à solução, gota a gota, o ácido sulfúrico e, a partir disso, inicia-se a contagem do tempo de reação. A quantidade de ácido sulfúrico, em relação à quantidade de PPO, adicionada à reação atua diretamente no grau de sulfonação desejado do polímero obtido, sendo que a mesma deve ser ajustada de acordo com o valor desejado para este parâmetro.

[031] Após o tempo de reação adequado entre 1 e 8 horas, o polímero é precipitado em água ou metanol. Em seguida, após a precipitação, o polímero é lavado com água destilada e deionizada com o objetivo de retirar o excesso de ácido sulfúrico e, posteriormente, é submetido a um tratamento de troca dos íons H^+ por íons Na^+ por meio da utilização de uma solução de hidróxido de sódio com concentração fixada entre 0,5M e 1M. Após estes procedimentos, o polímero é

depositado à área de secagem em uma estufa à temperatura configurada entre 60°C e 80°C durante um intervalo entre 24 e 72 horas.

[032] Os filmes foram obtidos a partir do processo *casting*. Nesse tipo de procedimento, o polímero é dissolvido em um solvente adequado, que varia de acordo com o seu grau de sulfonação, para formar uma solução 10% m/v, resultante das quantidades utilizadas para fazer a solução. O solvente é então evaporado a uma temperatura de 40 a 80°C.

[033] A partir da obtenção das membranas, foram realizadas análises para comprovar a eficiência e caracterização das mesmas. Foi realizada uma análise de infravermelho visando caracterizar a estrutura química do PPO, dos produtos de reação e dos filmes produzidos, na qual as varreduras utilizadas foram de 400 a 4.000 cm^{-1} e de 1.500 a 400 cm^{-1} . Em seguida, foi realizada a determinação da capacidade de troca iônica (CTI), para a qual o método utilizado foi o de titulação e a quantidade de amostras de membrana utilizadas para tal caracterização foi igual a três. O método consiste na prévia secagem de cortes de aproximadamente 1 cm^2 de membrana, durante o tempo de 24 horas à temperatura de 40°C. Feito isso, as membranas têm suas massas determinadas e são imersas em uma solução de HCl 1M durante o período de 72 horas. Em seguida, as membranas são lavadas com água destilada e deionizada e imersas em uma solução de NaCl 1M durante o tempo de 24 horas, para promover a substituição dos íons H^+ da membrana pelos íons Na^+ . A CTI foi determinada por titulação com solução de NaOH 0,005M, em triplicata, e calculada de acordo com a equação 1 a seguir:

$$CTI = \frac{\text{Concentração NaOH} * \text{Volume NaOH}}{m_{seca}}$$

Equação 1

[034] Onde qual m_{seca} representa a massa seca de polímero.

[035] O grau de sulfonação foi obtido utilizando os resultados de capacidade de troca iônica observados no método de titulação. A equação 2 que se segue representa a relação entre a CTI e o percentual de sulfonação.

$$\% \text{Sulfonação} = \frac{120 * CTI}{1000 + 120 * CTI - 200CTI}$$

Equação 2

[036] Outra questão relevante em relação ao processo de produção das membranas é a quantidade de absorção de água. Essa determinação teve início com o equilíbrio das membranas em água deionizada à temperatura ambiente, tendo sido medida a sua massa. Feito isso, a membrana é transferida para uma estufa, à temperatura de 60°C durante 24 horas, e logo após teve sua massa determinada novamente. A quantidade de água absorvida pela membrana é então definida pela diferença entre as massas úmida e seca, sendo que tal diferença corresponde à média de absorção de água é expressa em percentual, conforme descrito na equação 3 disposta a seguir. Para cada uma das membranas a caracterização foi realizada em triplicata.

$$\text{Absorção}(\%) = \frac{M_{\text{úmida}} - M_{\text{seca}}}{M_{\text{seca}}} \times 100$$

Equação 3

[037] Ainda em relação à caracterização das membranas, é preciso estimar a condutividade por impedância eletroquímica, a qual foi calculada a partir de medidas de resistividade realizadas em uma amostra retangular de membrana inserida em uma célula eletroquímica medida no sentido longitudinal. No analisador de impedâncias, foi estabelecida a varredura de frequências entre 1 Hz e 1*10⁷ Hz,

à temperatura de 20°C e 100% de umidade relativa. Para cada uma das membranas, foram caracterizadas três amostras. A equação 4 foi utilizada para a determinação da condutividade, na qual σ é a condutividade iônica (S/cm), C é o comprimento da amostra na célula (cm), R é a resistividade medida no ensaio medida em ohm, E é a espessura da amostra da célula (cm) e L é a largura da amostra na célula (cm).

$$\sigma = \frac{C}{R \cdot E \cdot L}$$

Equação 4

[038] Após a caracterização das membranas, é possível realizar os ensaios em eletrodiálise, os quais foram conduzidos em uma célula de bancada de cinco compartimentos com eletrodos de TiRuO₂, como ânodo e cátodo, à temperatura ambiente. As membranas testadas, cuja área superficial apresentou um valor de 16 cm², ficaram imersas em solução de Na₂SO₄ 1 g.L⁻¹ por 24 h, tendo sido submetidas a uma densidade de corrente contínua aplicada por intermédio de uma fonte externa. Tal solução é responsável por preencher os compartimentos centrais, onde estão localizados o concentrado de cátions e de ânions e o efluente para tratamento. Já nos compartimentos de eletrodos, ânodo e cátodo, encontra-se a solução Na₂SO₄ 4 g.L⁻¹. Todo o sistema foi induzido por uma corrente contínua, oriunda de uma fonte externa.

[039] Seguindo na mesma ideia de caracterização dos elementos da produção das membranas, ainda é realizada a caracterização por meio da FTIR dos polímeros sulfonados. Na figura 1 é representado o espectro na região do infravermelho do PPO puro. É possível observar no referido espectro a banda centrada em 2920 cm⁻¹, característica do grupo CH₃. A absorção acima de 3000 cm⁻¹ se refere aos grupos aromáticos. Em 1605 cm⁻¹, 1474,2 cm⁻¹ e 1422,7 cm⁻¹, observam-se as vibrações que envolvem a deformação axial das ligações carbono-carbono do anel aromático.

As bandas intensas em 860 cm^{-1} e 824 cm^{-1} provêm da deformação angular fora do plano das ligações C-H do anel. Já as bandas características da ligação C-O-C podem ser visualizadas em 1189 cm^{-1} e 1113 cm^{-1} .

[040] Por sua vez, as figuras 2 e 3 apresentam o espectro na região de infravermelho do SPPO, nas quais é possível notar o aparecimento das seguintes bandas: 3400 cm^{-1} , atribuída aos grupos OH das moléculas de água absorvidas pelo material; 1069 cm^{-1} , associada ao estiramento da ligação S-O do grupo sulfônico; e a banda em 670 cm^{-1} , vinculada à vibração C-S. Ademais, como também pode ser percebido nos referidos espectros, as bandas relacionadas com os grupos sulfônicos apresentaram maior intensidade com o aumento da relação PPO/agente sulfonante utilizado na reação.

[041] Verificou-se que utilizando proporções molares entre 1:0,33 e 1:4,4, (PPO:ácido sulfúrico concentrado) foi possível a obtenção de polímeros com capacidade de troca iônica entre $0,2\text{ mmol/g}$ e $2,6\text{ mmol/g}$, valores de condutividade entre 0 e $0,015\text{ S/cm}$, bem como absorção de água entre 0,30% e 45%.

[042] Por fim, chegam-se aos dados adquiridos do desempenho da membrana na eletrodialise, os quais são apresentados nas figuras 4 e 5. O teste de eletrodialise em bancada utilizou 2 mA/cm^2 de densidade de corrente em um ensaio de 3 horas e 30 minutos de duração. Conforme observado nos gráficos, a membrana desenvolvida apresenta em torno de 60% de extração de condutividade do compartimento central, onde as membranas com diferentes capacidades de troca iônica e condutividade apresentaram os mesmos resultados.

[043] É importante salientar que as figuras e descrição realizadas não possuem o condão de limitar as formas de execução do conceito inventivo ora proposto, mas sim de ilustrar e tornar compreensíveis as inovações conceituais reveladas nesta solução. Desse modo, as descrições e imagens devem ser interpretadas de forma ilustrativa e não limitativa, podendo existir outras formas equivalentes ou análogas de implementação do conceito inventivo ora revelado e que não fujam do espectro de proteção delineado na solução proposta.

[044] Tratou-se no presente relatório descritivo de uma nova forma de produzir membranas homogêneas catiônicas a serem utilizadas em equipamentos de eletrodialise e seu processo de obtenção, dotado de novidade, atividade inventiva, suficiência descritiva e aplicação industrial, conseqüentemente, revestido de todos os requisitos essenciais para a concessão do privilégio pleiteado.

REIVINDICAÇÕES

1 - PROCESSO DE OBTENÇÃO DE MEMBRANAS HOMOGÊNEAS CATIÔNICAS PARA ELETRODIÁLISE o qual compreende o preparo de membrana de troca iônica catiônica modificada **caracterizado por** compreender as seguintes etapas:

- a) Dissolver o PPO com solvente à temperatura entre 40°C e 60°C;
- b) Adicionar ácido sulfúrico à solução;
- c) Manter solução sob um tempo de reação durante um período entre 1 e 8 horas;
- d) Precipitar o polímero em água ou metanol;
- e) Lavar o polímero com água destilada e deionizada;
- f) Realizar troca iônica dos íons H⁺ por íons Na⁺;
- g) Realizar a secagem do polímero em estufa;
- h) Obter filmes em processo *casting*;

2 - PROCESSO DE OBTENÇÃO DE MEMBRANAS HOMOGÊNEAS CATIÔNICAS PARA ELETRODIÁLISE, de acordo com a reivindicação 1, e ainda **caracterizada pela** etapa “b” ser realizada gota a gota de acordo com o grau de sulfonação requerido.

3 - PROCESSO DE OBTENÇÃO DE MEMBRANAS HOMOGÊNEAS CATIÔNICAS PARA ELETRODIÁLISE, de acordo com a reivindicação 1, e ainda **caracterizada pela** etapa “f” compreender a utilização de solução de hidróxido de sódio 0,5M a 1M.

4 - PROCESSO DE OBTENÇÃO DE MEMBRANAS HOMOGÊNEAS CATIÔNICAS PARA ELETRODIÁLISE, de acordo com a reivindicação 1, e ainda **caracterizada pela** etapa “g” ser realizada à temperatura de 60°C a 80°C durante um intervalo de 24 a 72 horas.

5 - PROCESSO DE OBTENÇÃO DE MEMBRANAS HOMOGÊNEAS CATIÔNICAS PARA ELETRODIÁLISE, de acordo com a reivindicação 1, e ainda **caracterizada pela** obtenção dos filmes compreender a dissolução do polímero em

solvente até formação uma solução 10% m/v com posterior evaporação do solvente sob temperatura de 40 a 80°C.

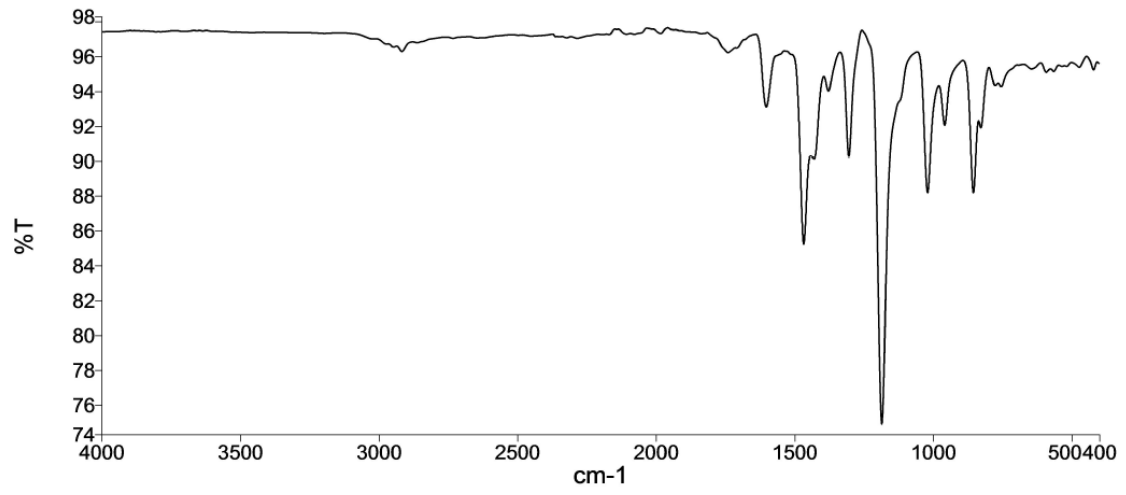


Fig. 1

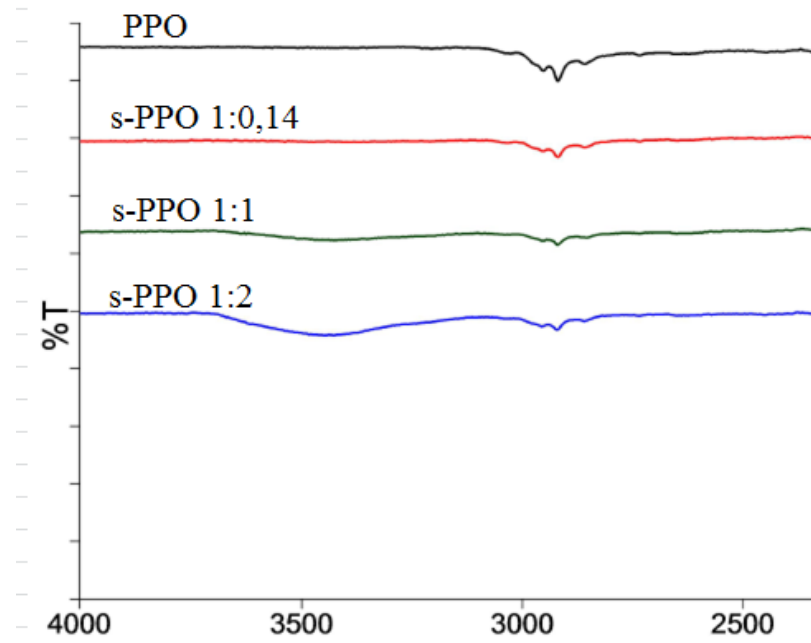


Fig. 2

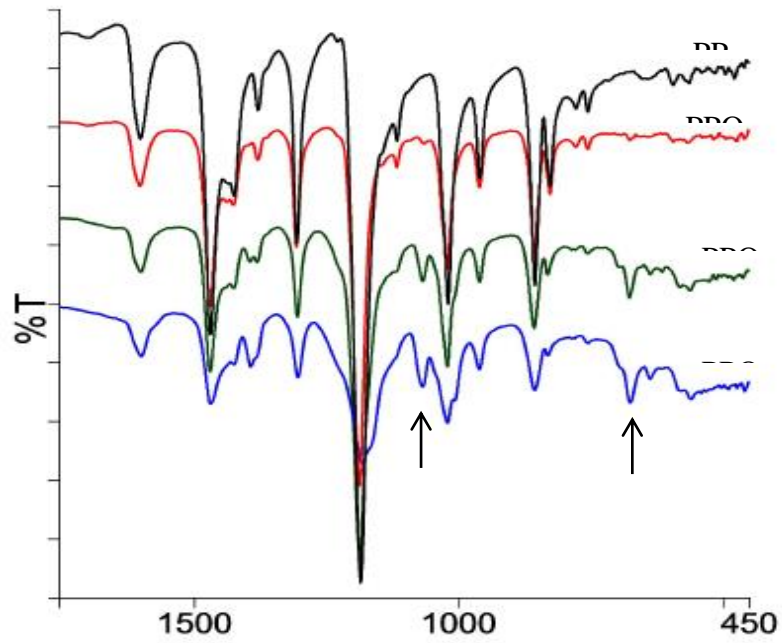


Fig.3

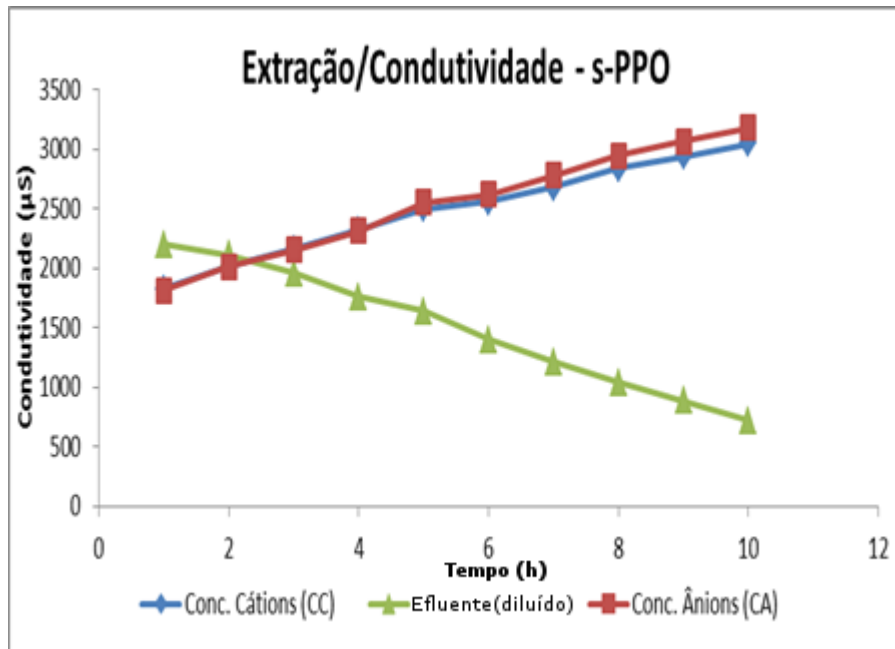


Fig.4

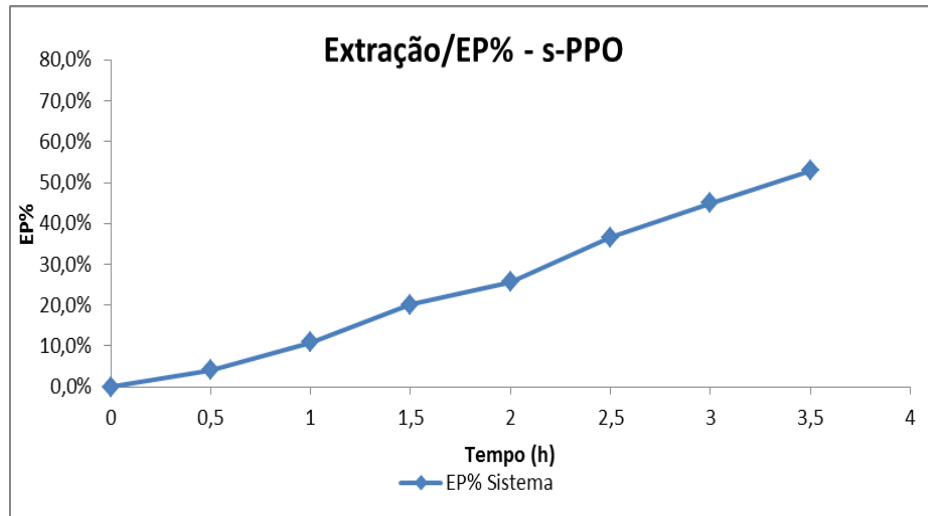


Fig. 5

RESUMO
PROCESSO DE OBTENÇÃO DE MEMBRANAS HOMOGÊNEAS
CATIÔNICAS PARA ELETRODIÁLISE

A presente invenção pertence ao setor tecnológico de engenharia de matérias e refere-se, mais especificamente, a um processo de obtenção de membranas homogêneas catiônicas por meio da sulfonação, sendo essas membranas aplicáveis no setor de tratamento de efluentes industriais, domésticos e água para abastecimento público, resultando em novo método de preparo de membranas de troca iônica homogêneas destinadas à montagem de equipamentos de eletrodiálise. O processo em questão consiste basicamente na sulfonação do PPO e posterior formação dos filmes. Com isso, a patente de invenção visa propor uma solução para o elevado custo das membranas de troca catiônica homogênea presentes no mercado nacional atual, devido ao fato de não existirem empresas no Brasil que desenvolvam e produzam de forma competitiva as referidas membranas.