

OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE MEMBRANAS DE PMMA CON PARTÍCULAS DE GRAFITO

Larissa AB Gomes^{1*}, Gabriel C Dias¹, Ronaldo C Viscosini¹, Washigton LF Santos²

1) Departamento de Ciencias, Universidad Estadual de Maringá Campus Regional de Goioerê, Goioerê, PR. Correo electrónico: larissagomeslarissa17@gmail.com

2) Departamento de Eng. Têxtil, Universidad Estadual de Maringá Campus Regional de Goioerê, Goioerê, PR

RESUMEN

Los efluentes de la industria en la mayoría de las veces no son correctamente eliminados. La obtención de membranas microporosas viene siendo ampliamente investigada por su gran versatilidad en aplicaciones tecnológicas como una alternativa sostenible para un tratamiento adecuado. En este trabajo se obtuvieron membranas microporosas de poli(metacrilato de metilo) (PMMA), disueltas en dimetilformamida (DMF) con la incorporación de grafito y estas fueron obtenidas a través del método de inversión de fases. Para la caracterización de las membranas fueron realizadas medidas de difracción de rayos X (DRX) y microscopia electrónica de barrido (MEB). Los resultados demuestran la cristalización de las fases características del PMMA, además de la formación de poros bien definidos, que son independientes de la incorporación del grafito, que potencializán el material obtenido para posible utilización como membranas de absorción.

Palabras clave: Membranas microporosas, PMMA, Grafito, Baño de coagulación.

ABSTRACT

Effluents from the industry are often not properly disposed of. The obtaining of microporous membranes has been widely investigated due to its great versatility in technological applications as a sustainable alternative for an appropriate treatment of these. In this work, the preparation of microporous membranes of poly(methyl methacrylate) (PMMA) dissolved in dimethylformamide (DMF) with the incorporation of graphite were obtained by means of the phase inversion method. X-ray diffraction (XRD) measurements and scanning electron microscopy (SEM) were used to characterize the membranes. The results demonstrate the crystallization of PMMA characteristics, besides the formation of well defined pores, which are independent of the incorporation of graphite, potentializing the material obtained for possible use as adsorption membranes.

Keywords: microporous membranes, PMMA, graphite, coagulation bath.

INTRODUCCIÓN

Las membranas son definidas como barreras semipermeables de separación física entre dos fases, utilizadas en procesos de separación selectiva de los componentes de misturas químicas o físicas [1,2]. En resumen, el proceso de separación de membranas se basa en el pasaje de una suspensión o solución por medio de la membrana, ocurriendo separación selectiva de los componentes. Esta separación selectiva dependerá de una serie de factores como la separación de iones, micro y macromoléculas, virus, bacterias, coloides, productos presentes en aguas residuales, purificación del agua, procesamiento de alimentos, enriquecimiento radioactivo, entre otros [4–5].

Con el pasar de los años diversas técnicas fueron optimizadas e intensivamente investigadas para la producción de membranas, como por ejemplo, cloración seguida de desinfección y entre otras [3,10]. Entre estos, el método de inversión de fases es uno de los métodos más empleados para la obtención de membranas poliméricas porosas. Así, las membranas son producidas por medio de la precipitación a partir de una solución polimérica y después la inmersión del material en un baño con un no disolvente [11–13].

La incorporación de cargas que presenten cierto comportamiento adsorbente, potencializa sus aplicaciones, como el grafito y sus alótrópios que presentan facilidad en la adsorción, por ejemplo de tintes textiles [11].

De esta manera, en este trabajo, membranas de polimetil metacrilato (PMMA) con la incorporación de partículas de grafito, fueron obtenidas por el método de inversión de fases a partir del baño de coagulación en no solventes. Estas fueron caracterizadas por medidas MEB e DRX.

EXPERIMENTACIÓN

Materiales. Poli(metacrilato de metilo) (PMMA) con masa molar media del orden de 10^5 g/mol fue obtenida de la empresa *Sigma Aldrich*. El disolvente utilizado fue el N–N–dimetil formamida obtenido de la empresa *LabSynth*. El grafito *GRAFIMAX CG12* fue amablemente cedido por la empresa *Nacional Grafite*[®] y también fue utilizado conforme recibido.

Obtención de las muestras. Las membranas fueron obtenidas por medio del proceso de inversión de fases. Para esto, fueron preparadas soluciones poliméricas de PMMA/DMF en las concentraciones 10, 20, y 30% (m/v) a la temperatura de 70°C bajo agitación constante durante una hora. La solución se dejó enfriar hasta la temperatura ambiente, y entonces se añadieron las partículas de grafito en las proporciones de 10, 20, y 30% (m/m). Las soluciones fueron entonces sumergidas en baño de coagulación de etanol y agua destilada 80:20 (v/v). Las muestras permanecieron durante cinco días en solución y posteriormente fueron retiradas y secadas a temperatura ambiente.

Caracterizaciones. La morfología de los filmes fue observada utilizando un microscopio electrónico de barrido, de la marca *FEI Company*, del modelo *QUANTA 250*, operando con el voltage de 20,00 kV. Sobre las muestras fue depositada una fina capa de oro utilizando un *sputtering* (modelo *HF–50 ION COATER, Shimadzu*). Las medidas de DRX fueron realizadas en un difractómetro de la marca *Bruker*, modelo *D2 Phaser*, con fuente de Cu (30 kV y 10 mA). Los parámetros utilizados fueron de 2θ , variando de 5 hasta 80°, con velocidad de barrido de $0,5^\circ \text{ min}^{-1}$.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Figura 1 presenta las micrografías obtenidas de las muestras a partir de la fractura vertical para las diferentes concentraciones del polímero utilizado. Se puede observar que, para las muestras que contienen 10% no hay formación de poros. Para la muestra con 20% (m/v) hay poca formación de poros, en los dos casos, esto puede estar relacionado con la propia concentración y el exceso de DMF [14], además del poco material polimérico, implicando imperfecciones. Encuanto que la muestra que contiene 30% de PMMA es evidente la formación de poros homogéneos por

toda la extensión de la muestra. Se presenta destacado el difractograma de rayos X del PMMA puro y se nota la presencia de picos difusos en $2\theta = 14,5; 29,8,$ y $40,85^\circ$ [JCPDS 13–0835]. La presencia de picos anchos es característica de los polímeros amorfos, que aquí usamos sólo para la comparación [15].

La Figura 2 presenta las micrografías en MEB para la muestra con incorporación de grafito. Con la incorporación de partículas se puede observar una dispersión de las partículas menos evidente para 10% (Figuras 2a y 2b), y por algunas aglomeraciones para las muestras con 20% (Figura 2c). Con el aumento de la cantidad de partículas se puede observar una distribución de estas partículas, mismo que aleatoria en la estructura de la membrana, más evidente para las muestras con el mayor contenido de partícula. La difracción destacada (Figura 2d) evidencia los picos característicos de la estructura cristalina del grafito, aquí presentado sólo en la muestra con 30% de grafito, evidenciando los picos relativos a las reflexiones en $2\theta = 26,3; 44,6; 54,8;$ y $77,8^\circ$ [JCPDS 41–1487].

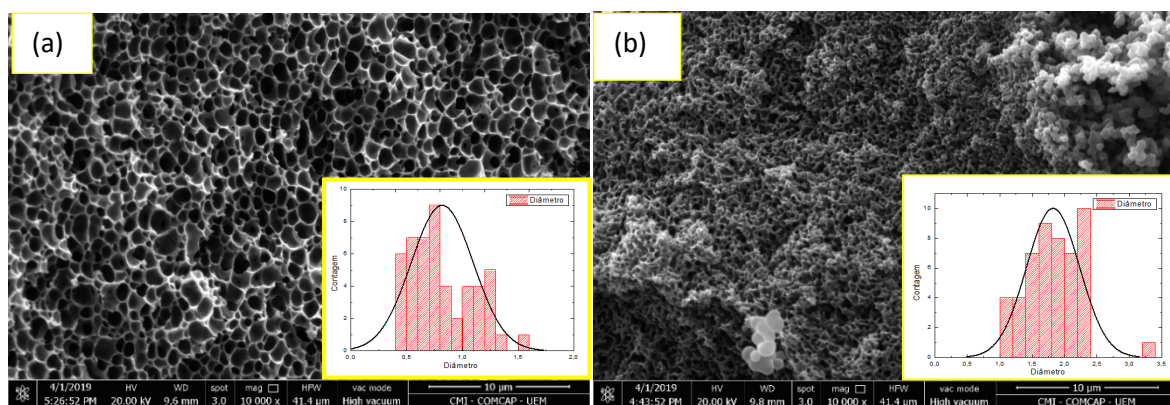


Figura 1. Micrografías en MEB de la membrana de PMMA/DMF y destacado se puede observar el gráfico de las dimensiones de los poros en las concentraciones de (a) 20 (m/v) y (b) 30% (m/v).

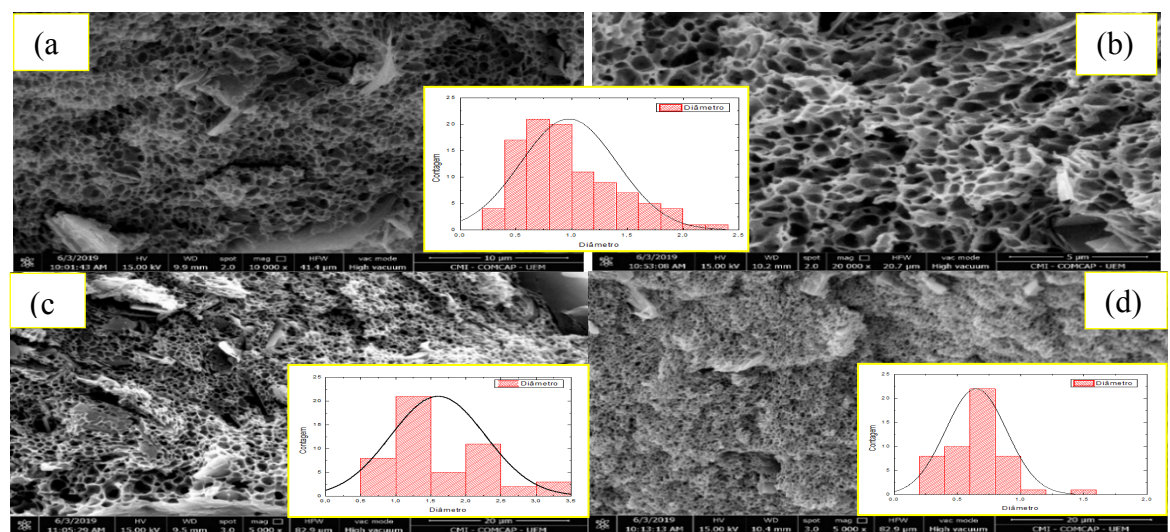


Figura 2. Micrografías en MEB para las membranas de PMMA/Grafito, destacando los gráficos de las dimensiones de los poros, para las concentraciones de (a) y (b) 10% (m/v), (c) 20% (m/v), y (d) 30% (m/v).

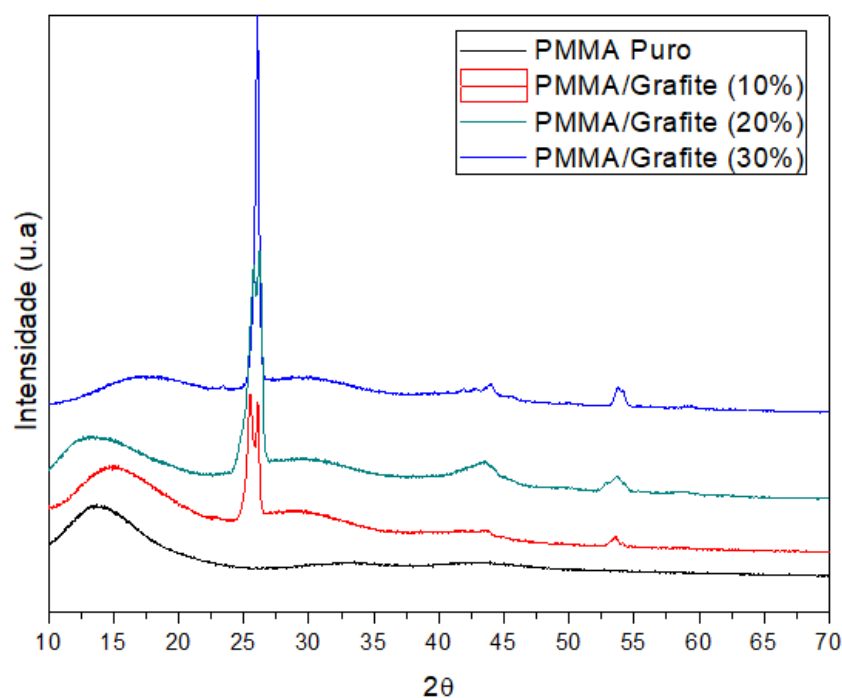


Figura 3. Difractometría de rayos X para las membranas de PMMA/DMF con la concentración de 30% (m/v) y para las membranas de PMMA/Grafito con las concentraciones de 10, 20, y 30% (m/v).

CONCLUSIONES

Los resultados parciales muestran que membranas microporosas de PMMA fueron obtidas con éxito a partir del proceso de inversión de fase. Las micrografías de MEB muestran la formación de poros bien definidos con pocas imperfecciones, que validan la metodología.

El espectro de difractometría de rayos X muestra que el PMMA cristaliza en sus fases características y el proceso de coagulación no cambia la estructura conformacional e configuracional de la matriz y mucho menos la incorporación de las partículas de grafito.

De esta manera, los resultados muestran que la membrana de PMMA obtenida puede ser utilizada en los campos de aplicación actuales y hasta en escala industrial. Para trabajos futuros, la membrana será testada frente a diferentes absorbentes y como la incorporación del grafito puede potenciar la adsorción de los colorantes textiles.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Machado RL, Dissertação de mestrado, Universidade Estadual de Campinas, 2003
- [2] Armoa MH, Junior MJ, *Ciência & Tecnologia*, **2(1)**, 80 (2011)
- [3] Morandi CG, Trabalho de Diplomação em Engenharia Química. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2011
- [4] Mohammad AW, Teowa YH, Ang WL, Chung YT, Oatley–Radcliffe DL, Hilal N, **356**, 226 (2015)
- [5] Barhate RS, Ramakrishna S, *J. Membr. Sci.*, **296**, 1 (2007)
- [6] Liu C, Hsu PC, Lee HW, Ye M, Zheng G, Liu N, Li W, Cui Y, *Nat. Commun.*, **6**, 6205 (2015)
- [7] Gao J, Thong Z, Wang KY, Chung TS, *J. Membr. Sci.*, **541**, 413 (2017)
- [8] Xin Hu M, LI JN, Zhang SL, Li L, Xu Z K, *CSB Biointerfaces*, **123**, 809 (2014)
- [9] Wang LY, Yu LE, Lai JY, Chung TS, **205**, 184 (2018)

- [10] Jinling LV, Zhang G, Zhang H, Zhao C, Yang F, *Applied Surface Sci.*, **440**, 1091 (2018)
- [11] Oliveira EHC, Tese de Doutorado, Universidade Estadual de Pernambuco, 2016
- [12] Young TH, Huang JH, Chuang WY, *Eur. Polym. J.*, **38(1)**, 63 (2012)
- [13] Bertoldo LC, Dissertação de Mestrado em Ciência em Engenharia Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2005
- [14] Thürmera MB, Poletto P, Marcolin M, Duarte J, Zeni M, **15(6)**, 884 (2012)
- [15] Hussain R, Mohammad D, Turk J, *Chem.*, **28**, 725 (2004)