

4. Resultados e Discussão

Nas Figuras de 4.1 a 4.4 são apresentados os resultados experimentais da vazão transmembrana do permeado em $l/h.m^2$ em função do tempo (minutos), para experimentos realizados com misturas de gomas Xantana e Guar e para misturas puras, a uma temperatura de 25°C (parte a) e 40°C (parte b) durante no mínimo 60 minutos de processo de microfiltração. As membrana utilizadas são do tipo comercial importada, monocanal, com o tamanho do poro de 0,2 e 0,4 μm . Foi utilizada também uma membrana multicanal com o tamanho do poro de 0,2 μm e um tubo microporoso de origem nacional com tamanho do poro de 0,3 μm . Em todos os experimentos, tem-se uma diminuição do fluxo, indicando assim uma queda de vazão devido à formação de camada de resistência gel polarizada durante o processo. Observa-se nos gráficos que o regime se torna permanente após cerca de 30 minutos de operação.

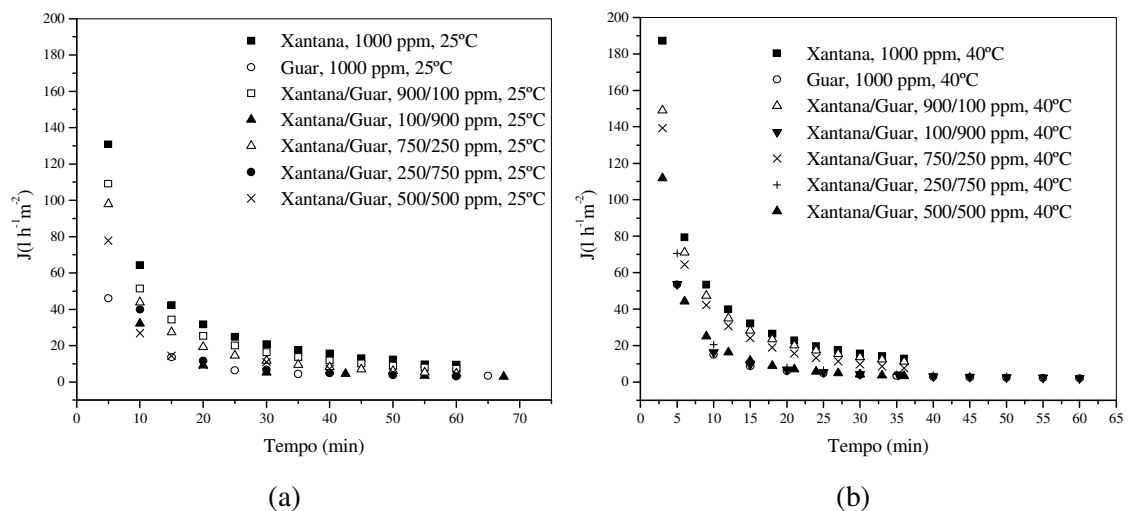


Figura 4.1: Vazão transmembrana em função do tempo (a) Membrana monocanal com tamanho do poro de 0,2 μm a 25°C; (b) Membrana monocanal com tamanho do poro de 0,2 μm a 40°C.

As Figuras 4.1.a e 4.1.b mostram que o processo com as misturas aquosas de apenas goma Xantana (1000 ppm) apresenta os maiores valores da vazão transmembrana, enquanto os menores valores da vazão de permeado ocorrem com as misturas aquosas de apenas goma Guar (1000 ppm). A temperatura proporcionou um efeito significativo na vazão transmembrana em todos os experimentos. Na temperatura de 40°C o fluxo inicial para a mistura pura de goma Xantana foi de 190 l/h.m², já para a temperatura de 25°C foi de 130 l/h.m². O fluxo final para as misturas puras de Xantana e proporcionais com concentrações predominantes de Xantana foi próximo de 20 l/h.m², já para as misturas puras de Guar e proporcionais com maior concentração desta goma, foi abaixo de 10 l/h.m², em ambas as temperaturas de processo.

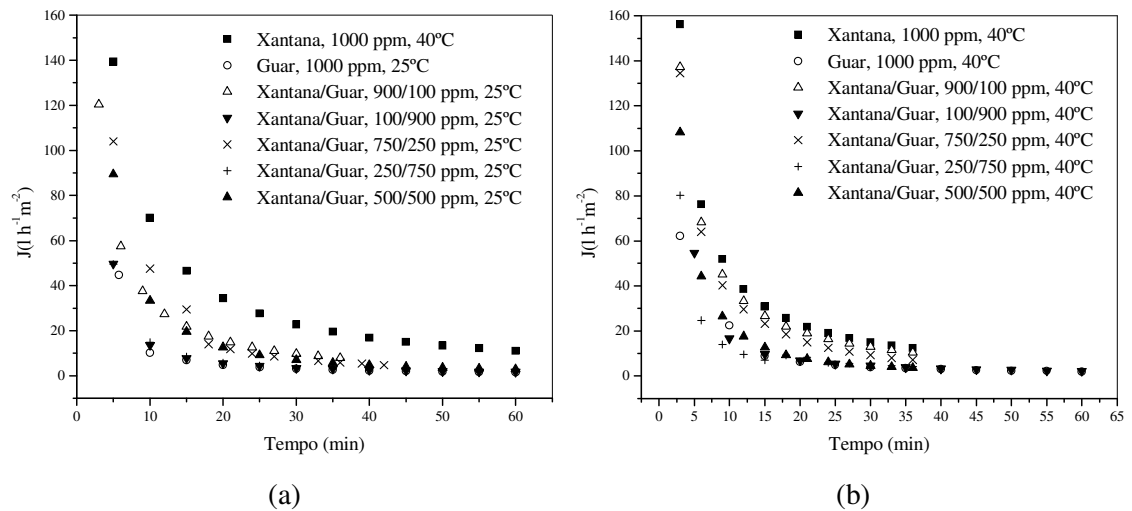


Figura 4.2: Vazão transmembrana em função do tempo (a) Membrana monocanal com tamanho do poro de 0,4 μm a 25°C; (b) Membrana monocanal com tamanho do poro de 0,4 μm a 40°C.

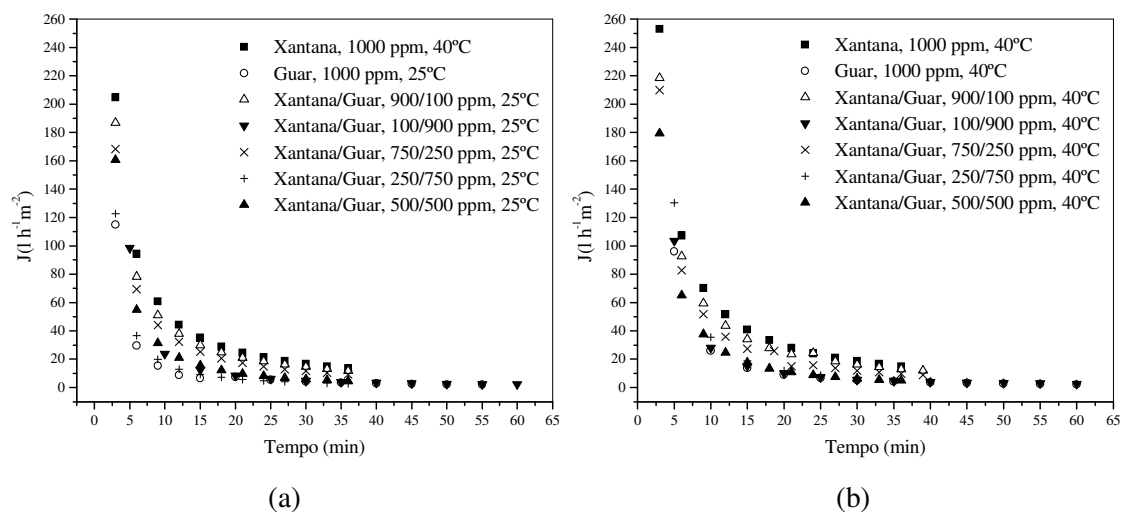


Figura 4.3: Vazão transmembrana em função do tempo (a) Membrana multicanal com tamanho do poro de 0,2 μm a 25°C; (b) Membrana multicanal com tamanho do poro de 0,2 μm a 40°C.

Observa-se nas Figuras 4.2 a 4.4 que o comportamento da vazão foi semelhante nos processos, com tubo microporoso nacional com tamanho do poro de $0,3 \mu\text{m}$, membrana tubular comercial monocanal com tamanho de poros de $0,2$ e $0,4 \mu\text{m}$ e a membrana multicanal com tamanho do poro de $0,2 \mu\text{m}$, nas duas temperaturas em estudo. Nas misturas puras e proporcionais com goma Xantana predominante, obteve-se maior fluxo através da membrana em todas as membranas testadas e no tubo microporoso. Já para as misturas puras e proporcionais com a goma Guar predominante, os valores da vazão transmembrana foram menores. Pode-se notar que a vazão inicial para as membranas com o tamanho dos poros de $0,2 \mu\text{m}$ e $0,4 \mu\text{m}$ a 25°C tiveram valores próximos a 140 l/h.m^2 (Figuras 4.1.a e 4.2.a). Para a temperatura de 40°C , os resultados da vazão estão entre 160 e 190 l/h.m^2 (Figuras 4.1.b e 4.2.b) enquanto com a membrana multicanal (Figuras 4.3.a e 4.3.b) tiveram um fluxo inicial maior, 200 l/h.m^2 para a temperatura de 25°C e 250 l/h.m^2 para a temperatura de 40°C . Observa-se na Figura 4.4 um fluxo inicial maior na membrana comercial em relação ao tubo microporoso e um valor final de vazão próximo para as membranas em estudo.

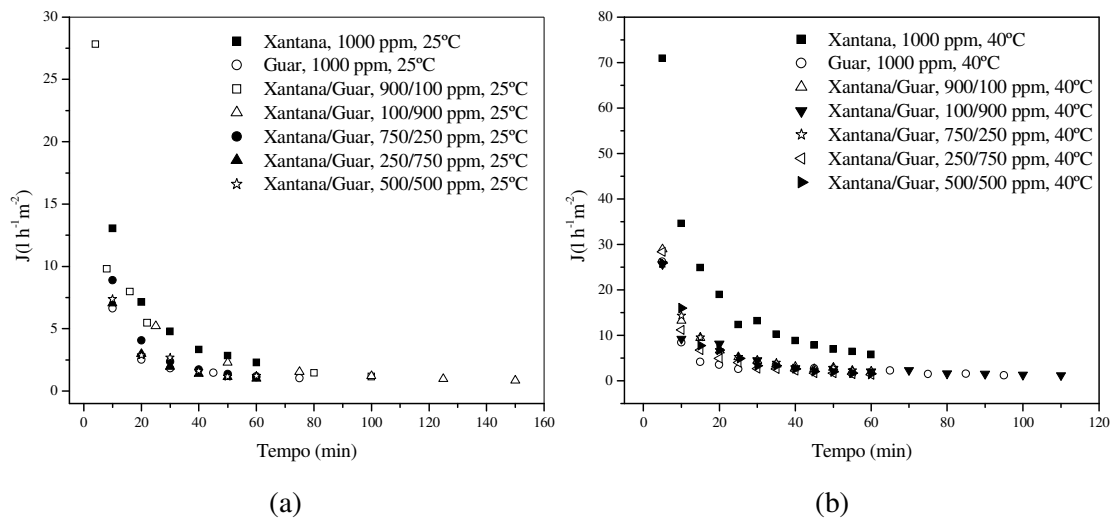


Figura 4.4: Vazão transmembrana em função do tempo (a) Tubo microporoso com tamanho do poro de $0,3 \mu\text{m}$ a 25°C ; (b) Tubo microporoso com tamanho do poro de $0,3 \mu\text{m}$ a 40°C .

As Figuras 4.1 a 4.4, mostram que nas duas temperaturas em questão, a goma Guar, tanto em mistura pura, quanto em concentrações proporcionais dominantes, apresenta os menores valores de vazão transmembrana, devido a maior formação da camada de resistência. Este fato indica que predominam as interações de superfície entre a goma e o material da membrana. As misturas proporcionais apresentaram

valores desta vazão entre os valores máximos de Xantana e mínimos de Guar. A compactação dos resultados da vazão transmembrana entre as duas curvas, indica que as misturas, submetidas ao processo de microfiltração, apresentam boa sinergia, sem mudanças estruturais, formação de gel, de comportamento reológico e efeitos de superfície predominantes.

As Figuras 4.5 a 4.8 mostram a variação da vazão transmembrana ($l/h.m^2$) em função do tempo (min) para apenas três concentrações das gomas, 1000 ppm Xantana, 1000 ppm Guar e 500 ppm Xantana e 500 ppm Guar, no caso dos experimentos com a membrana monocanal de $0,4 \mu m$ e para apenas 1000 ppm Xantana para os experimentos com diferentes tubos microporosos. Pode-se verificar nestes gráficos que há um declínio na vazão transmembrana atingindo um regime permanente em torno de 30 minutos, devido à formação da camada de polarização.

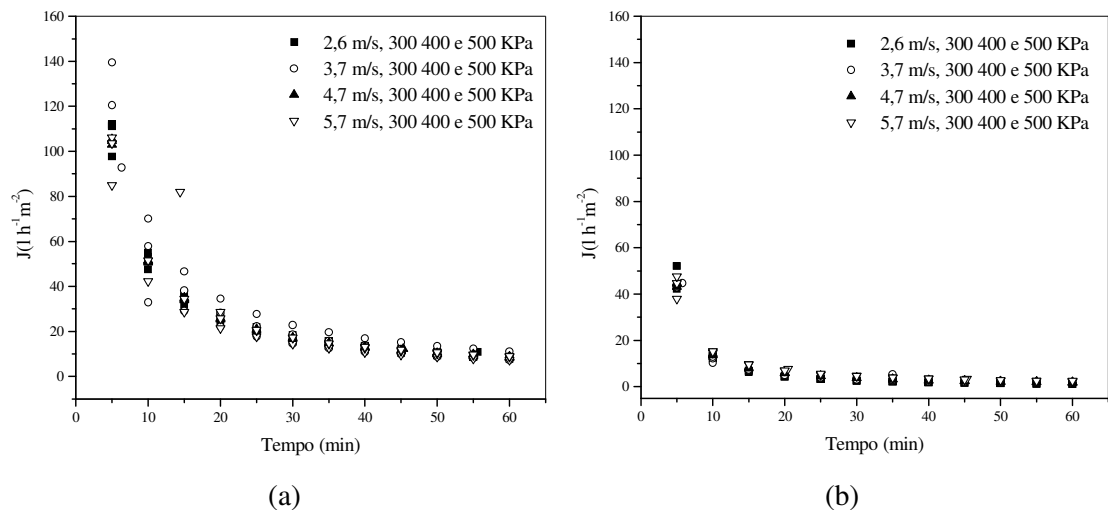


Figura 4.5: Vazão transmembrana em função do tempo (a) Membrana monocanal com tamanho do poro de $0,4 \mu m$ a $25^\circ C$, Xantana 1000 ppm; (b) Membrana monocanal com tamanho do poro de $0,4 \mu m$ a $25^\circ C$, Guar 1000 ppm.

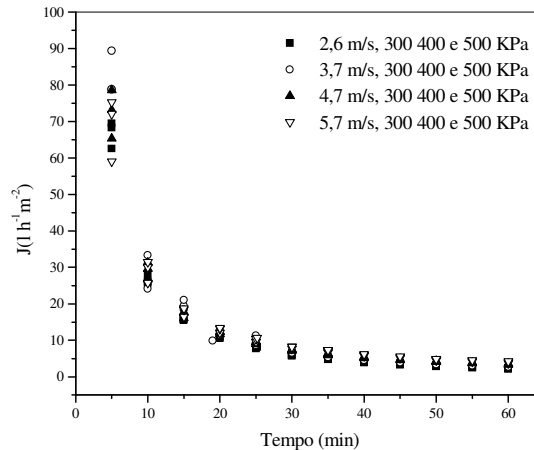


Figura 4.6: Vazão transmembrana em função do tempo Membrana monocanal com tamanho do poro de 0,4 µm a 25°C, mistura de Xantana 500 ppm e Guar 500 ppm.

Observa-se ainda nas Figuras 4.5 e 4.6 que os valores da vazão transmembrana (J) ao longo do processo para as misturas puras de Xantana foram duas vezes maior em relação às misturas puras de Guar e mistura proporcional (500/500 ppm Xantana/Guar). A presença de Guar na Xantana reduziu o valor de “ J ” no regime permanente, ou seja próximos a 5 l/h.m², enquanto com apenas Xantana o valor correspondente é próximo a 10 l/h.m², prevalecendo uma interação físico-química e a conseqüente formação da camada de polarização. Observa-se também que as variações nos parâmetros fluidodinâmicos do processo (pressão transmembrana e velocidade média do escoamento) não proporcionaram mudanças significativas na vazão transmembrana.

Charcosset e Choplin (1996), relataram que o fluxo de soluções macromoleculares a altas pressões em ultrafiltração é independente da pressão aplicada e que fluidos pseudoplásticos em altas concentrações têm pouco efeito na velocidade axial.

Observa-se nas Figuras 4.7 e 4.8, que os processos com uso de tubos microporosos apresentaram valores de “ J ” inferiores aos obtidos com membranas. Dois casos particulares que são os das Figuras 4.7.a e 4.8.a, indicam que o aumento da velocidade média do escoamento alterou significativamente a vazão transmembrana, enquanto a variação na pressão transmembrana não provocou mudanças em “ J ”.

Em particular o uso no processo do tubo C4T+ apresentou valores de “ J ” significativamente inferiores aos demais. Neste caso a porosimetria do meio (Anexo D) indica apenas poros menores que 0,3 µm. Este comportamento diferenciado deve-se a estrutura do meio filtrante que no caso de tubos envolve uma camada espessa de 2 mm

de alumina, não se comportando como uma membrana. A complexidade no entendimento do processo é ainda maior com tubos, ao tratar-se de um meio mais susceptível a incrustação de matéria do polissacarídeo e predominância na formação da camada de polarização.

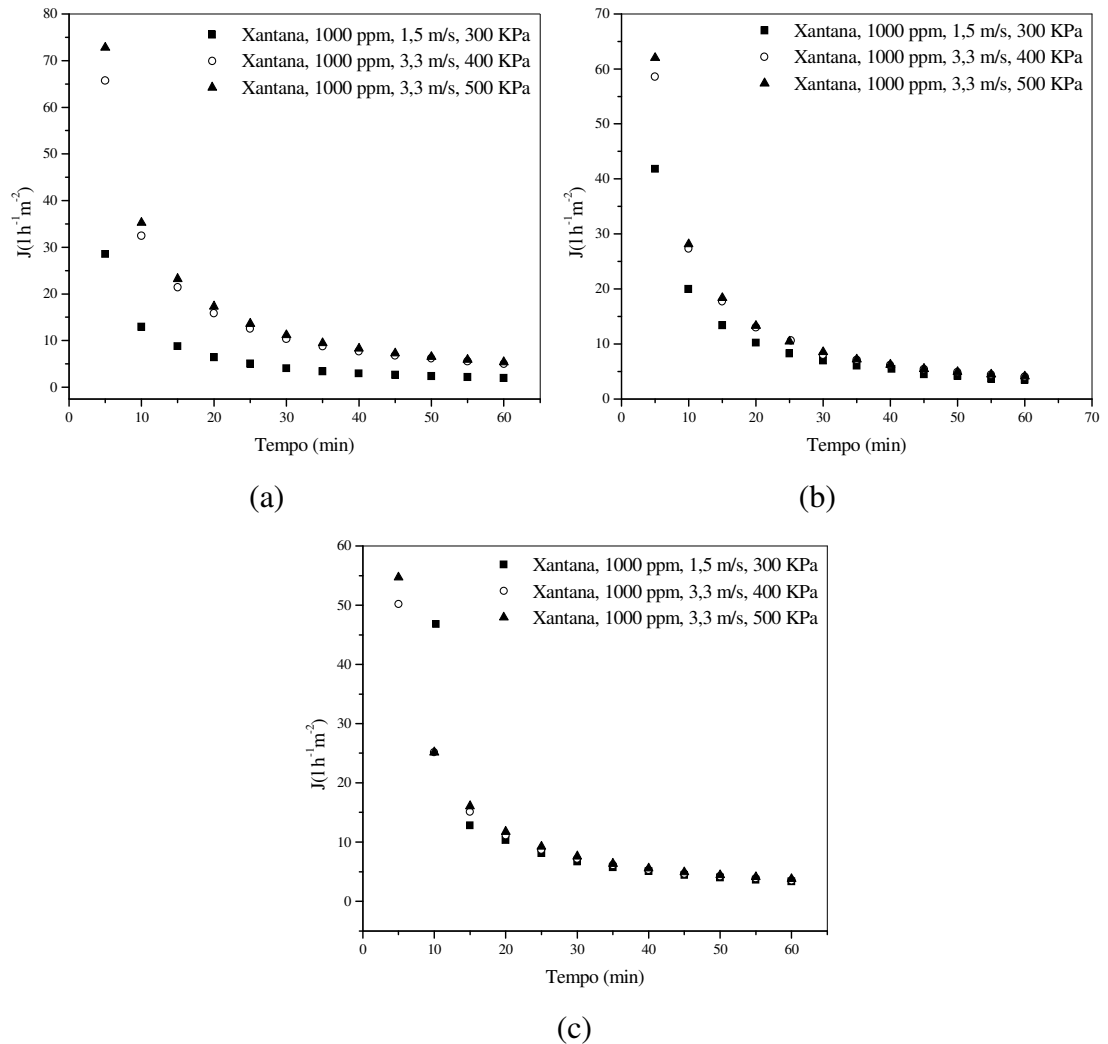


Figura 4.7: Vazão transmembrana em função do tempo (a) Tubo microporoso (C1T-) a 25°C com Xantana 1000 ppm; (b) Tubo microporoso (C2T-) a 25°C com Xantana 1000 ppm; (c) Tubo microporoso (C2T+) a 25°C com Xantana 1000 ppm. Variação de pressão e velocidade.

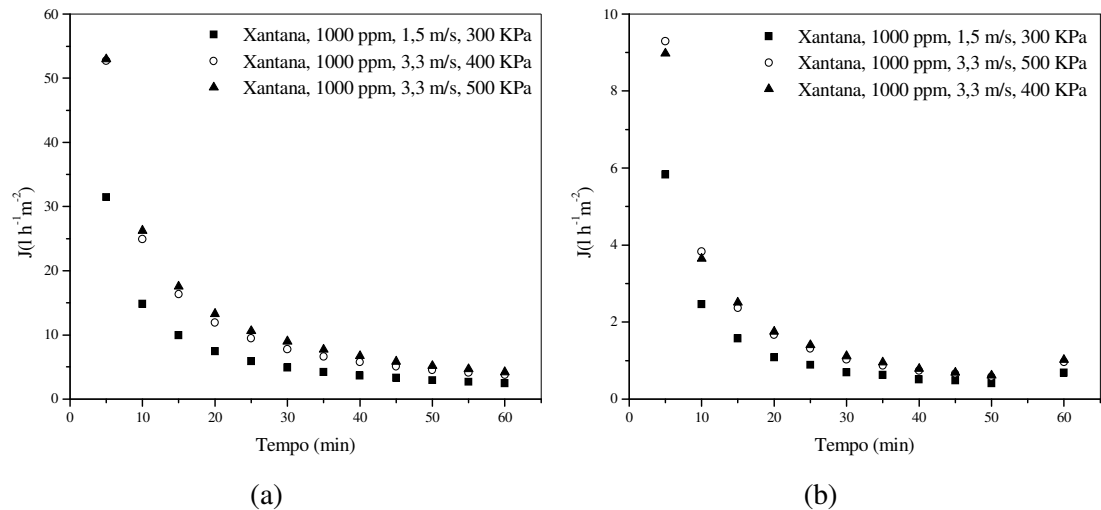


Figura 4.8: Vazão transmembrana em função do tempo (a) Tubo microporoso (C3T-) a 25°C com Xantana 1000 ppm; (b) Tubo microporoso (C4T+) a 25°C com Xantana 1000 ppm. Variação de pressão e velocidade.

Uma análise adimensional da vazão transmembrana J ($l/h.m^2$) em função do tempo (min) é apresentada a seguir. No escoamento em estudo são fundamentais os seguintes parâmetros $J = \phi(\Delta P_{tm}, \Delta P, \mu, \rho, u, D)$ que significam respectivamente, pressão transmembrana, variação de pressão, viscosidade, densidade, velocidade média e diâmetro do tubo. A análise dimensional pelo teorema de Bickingham permite obter o adimensional: $\Pi = \Delta P_{tm}/\rho.J^2$ (BIRD, 1960).

Os gráficos a seguir mostram os resultados do fluxo adimensional através da membrana J/J_0 , onde J_0 é fluxo no início do processo em função do produto também adimensional $\Pi = \Delta P_{tm}/\rho.J^2$.

As Figuras 4.9 a 4.12 apresentam, respectivamente os adimensionais para as misturas puras e proporcionais das gomas Xantana e Guar, cujos resultados foram apresentados nas Figuras 4.1 a 4.4. Pode-se notar que houve uma inversão de valores em relação à curva dimensional, pois no gráfico de J por t , a goma Xantana indicava os maiores valores, já neste adimensional os valores da goma Xantana foram os menores.

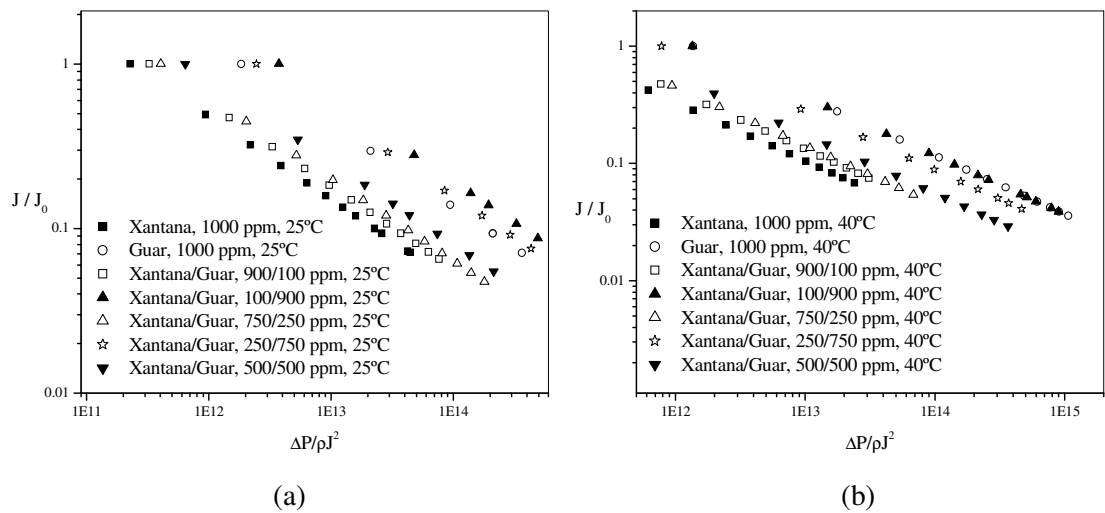


Figura 4.9: (a) Membrana monocanal com tamanho do poro de 0,2 μm a 25°C; (b) Membrana monocanal com tamanho do poro de 0,2 μm a 40°C. Adimensional.

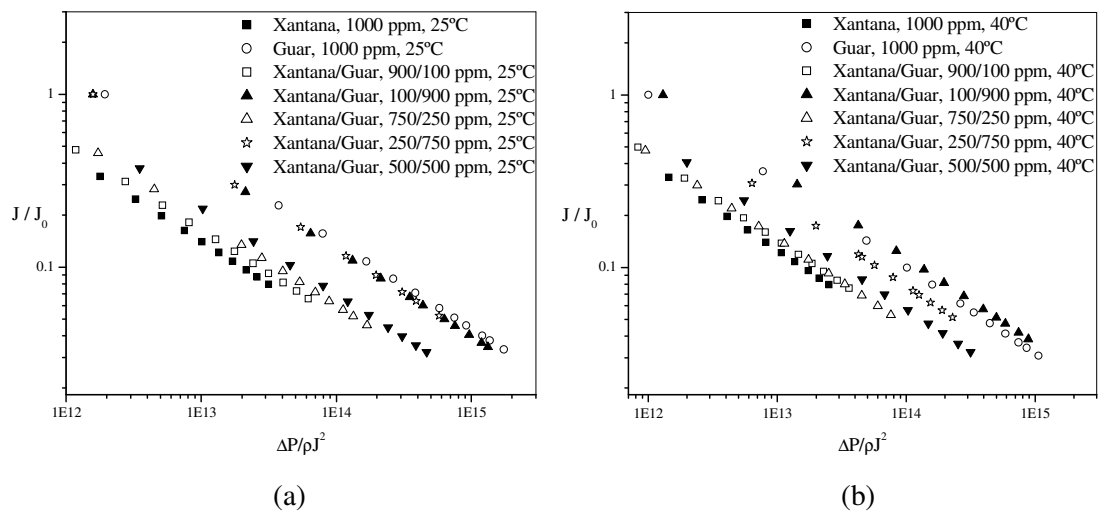


Figura 4.10: (a) Membrana monocanal com tamanho do poro de 0,4 μm a 25°C; (b) Membrana monocanal com tamanho do poro de 0,4 μm a 40°C. Adimensional.

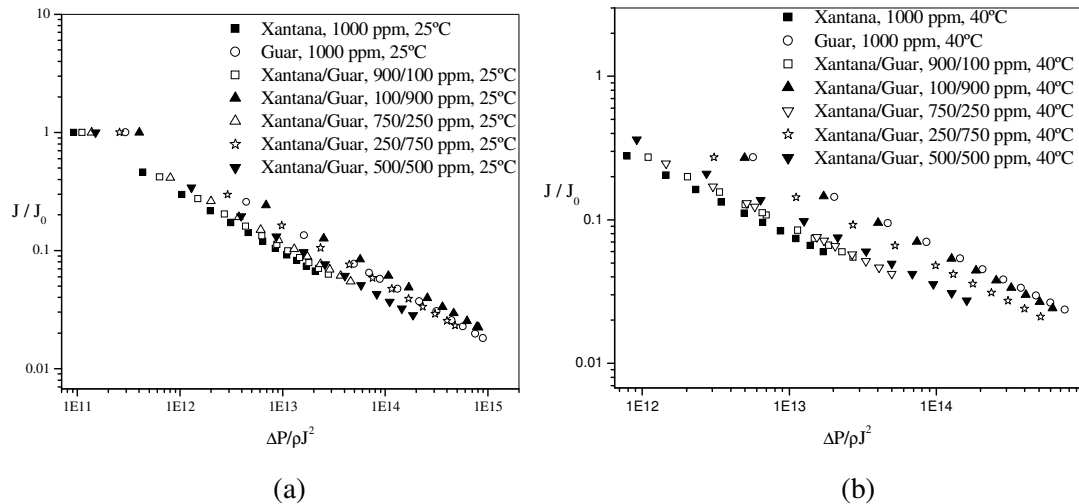


Figura 4.11: (a) Membrana multicanal com tamanho do poro de 0,2 μm a 25°C; (b) Membrana multicanal com tamanho do poro de 0,2 μm a 40°C. Adimensional.

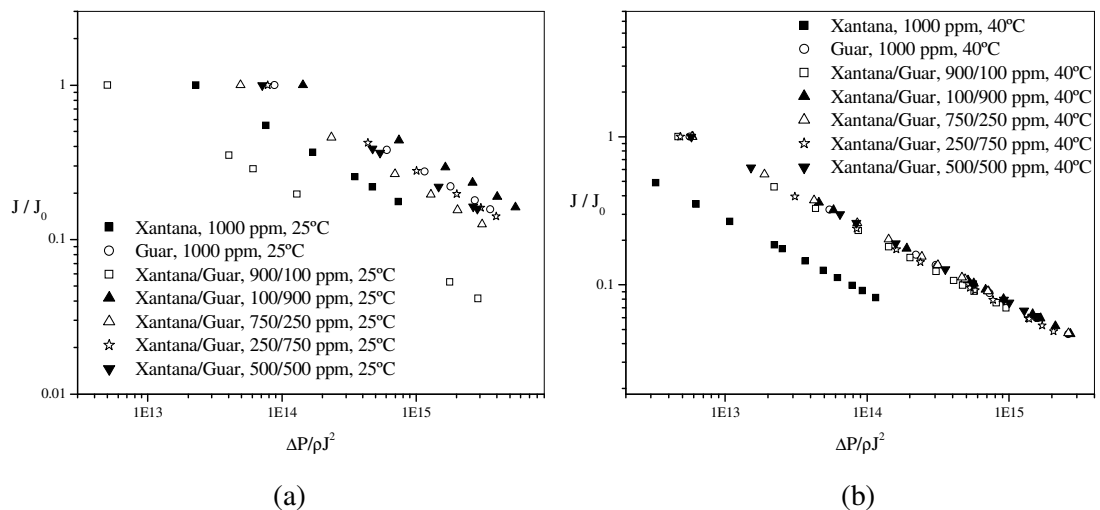


Figura 4.12: (a) Tubo microporoso com poro de 0,3 μm a 25°C; (b) Tubo microporoso com poro de 0,3 μm a 40°C. Adimensional.

As Figuras 4.13.a, 4.13.b e 4.14.a, mostram, respectivamente, os adimensionais para os experimentos realizados a 25°C com variação de pressão e velocidade tangencial para a membrana com poro 0,4 μm para 1000 ppm de goma Xantana, 1000 ppm de goma Guar e mistura proporcional de 500 ppm Xantana, 500 ppm Guar. Os gráficos 4.14.b, 4.15.a, 4.15.b, 4.16.a e 4.16.b, apresentam os experimentos realizados para 1000 ppm de goma Xantana a 25°C para os respectivos tubos C1T-, C2T-, C2T+, C3T- e C4T+. Estes gráficos mostram a não influência da velocidade e pressão na curva para o caso da membrana de 0,4 μm , já para os tubos houve uma variação entre as velocidades de 1,5 m/s e 3,3 m/s.

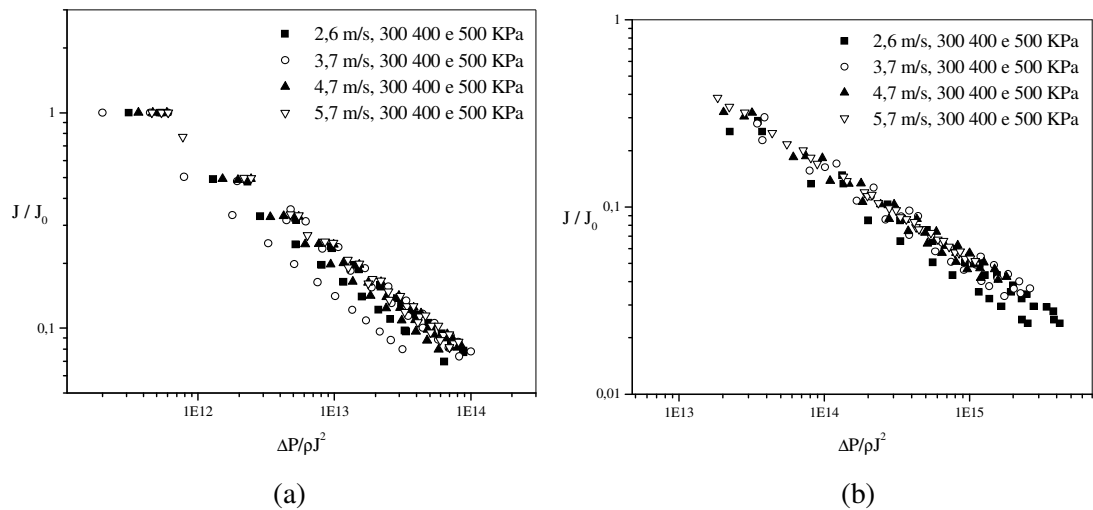


Figura 4.13: (a) Membrana monocanal com tamanho do poro de 0,4 μm a 25°C, Xantana 1000 ppm; (b) Membrana monocanal com tamanho do poro de 0,4 μm a 25°C, Guar 1000 ppm. Variação de pressão e velocidade. Adimensional.

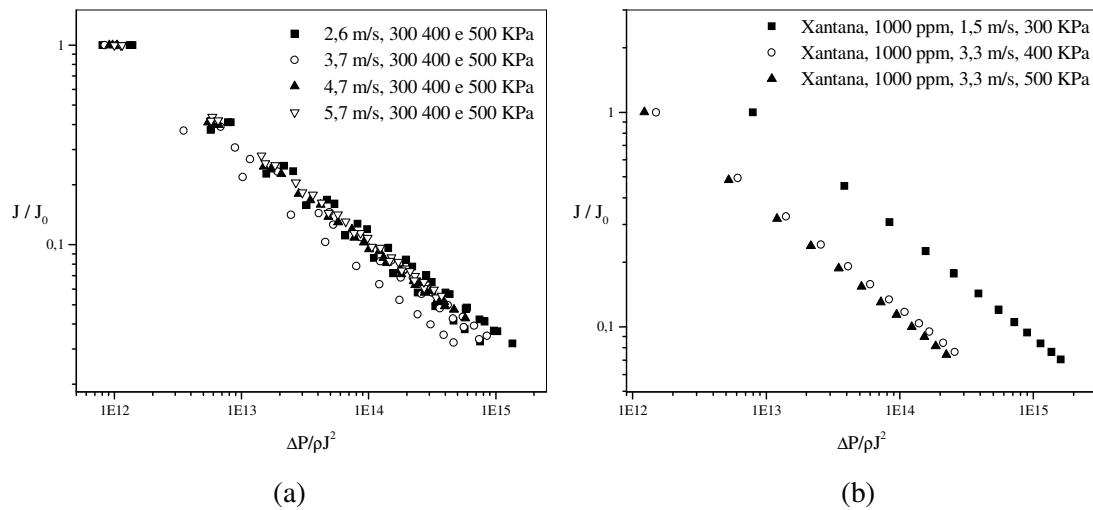


Figura 4.14: (a) Membrana monocanal com tamanho do poro de 0,4 μm a 25°C, mistura de Xantana 500 ppm e Guar 500 ppm; (b) Tubo microporoso (C1T-) a 25°C com Xantana 1000 ppm. Variação de pressão e velocidade. Adimensional.

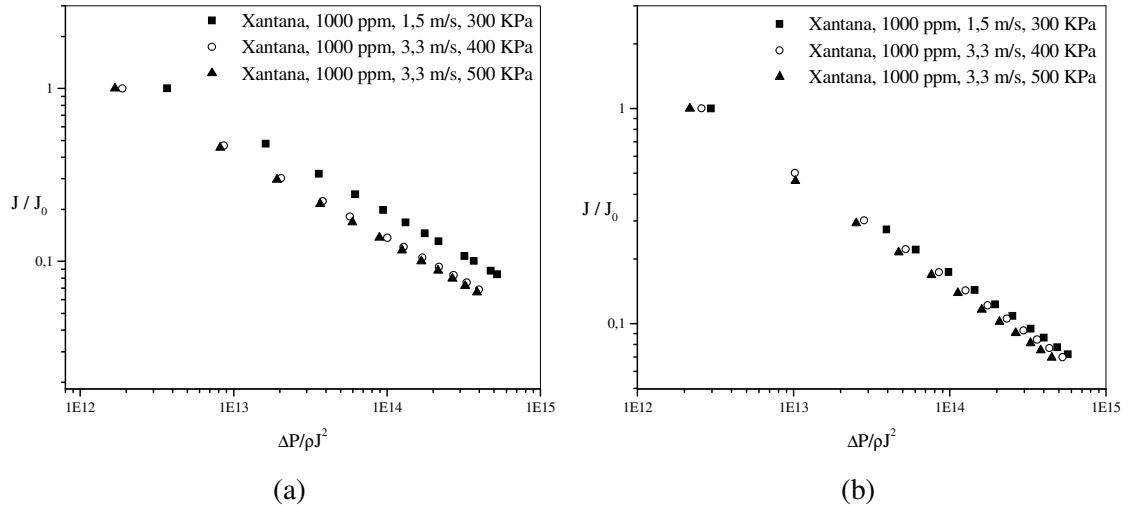


Figura 4.15: (a) Tubo microporoso (C2T-) a 25°C com Xantana 1000 ppm; (b) Tubo microporoso (C2T+) a 25°C com Xantana 1000 ppm. Variação de pressão e velocidade. Adimensional.

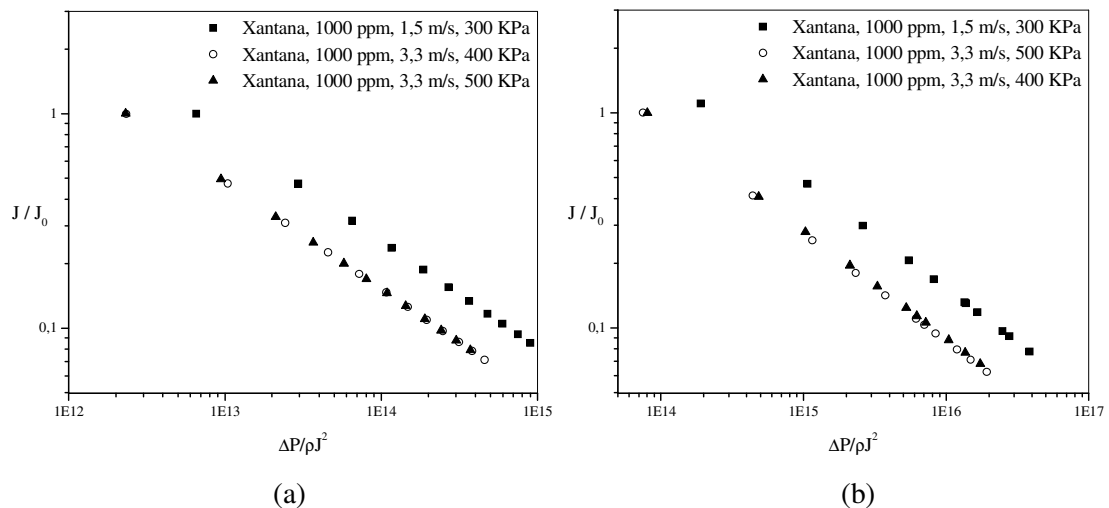


Figura 4.16: (a) Tubo microporoso (C3T-) a 25°C com Xantana 1000 ppm; (b) Tubo microporoso (C4T+) a 25°C com Xantana 1000 ppm. Variação de pressão e velocidade. Adimensional.

As Figuras mostram, em todos os casos, que a relação do fluxo adimensional pelo produto $\Pi = \Delta P_{tm}/\rho \cdot J^2$ em coordenadas logarítmicas é linear, indicando que os efeitos de superfície são análogos em todos processos e independentes do meio filtrante. Esta primeira análise adimensional restringe a obtenção de “J”, pois é necessário conhecer o fluxo inicial (J_0). Os resultados também foram analisados para o adimensional J/u em função de Π e são mostrados nas Figuras 4.17 a 4.19, correspondentes respectivamente às Figuras 4.13, 4.14 e 4.15.

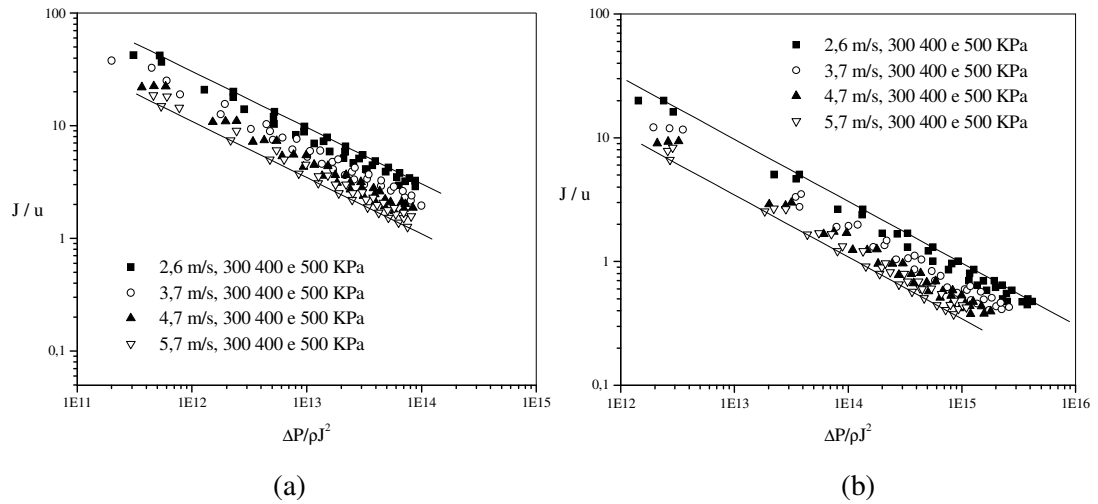


Figura 4.17: (a) Membrana monocanal com tamanho do poro de $0,4 \mu\text{m}$ a 25°C , Xantana 1000 ppm; (b) Membrana monocanal com tamanho do poro de $0,4 \mu\text{m}$ a 25°C , Guar 1000 ppm. Variação de pressão e velocidade. Adimensional.

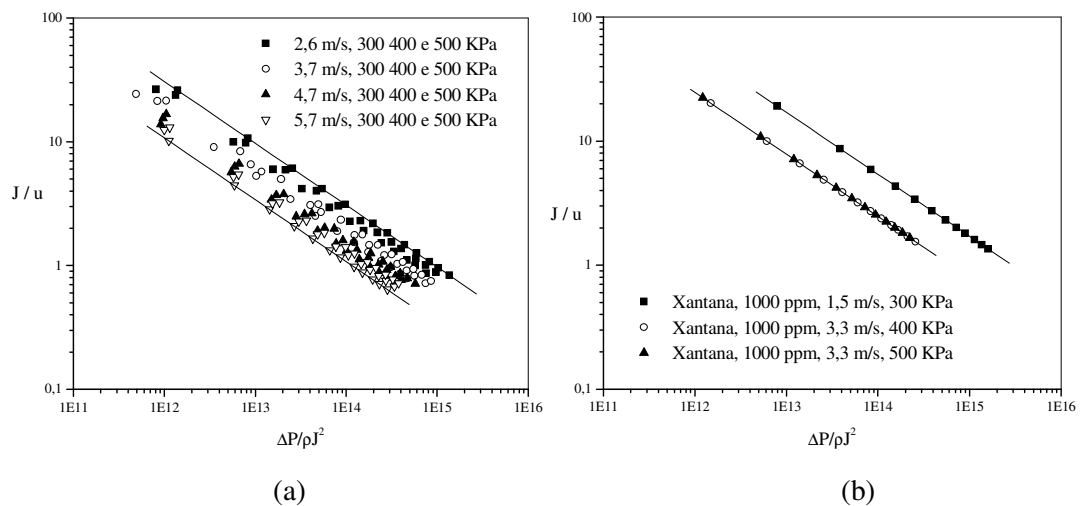


Figura 4.18: (a) Membrana monocanal com tamanho do poro de $0,4 \mu\text{m}$ a 25°C , mistura de Xantana 500 ppm e Guar 500 ppm; (b) Tubo microporoso (C1T-) a 25°C com Xantana 1000 ppm. Variação de pressão e velocidade. Adimensional.

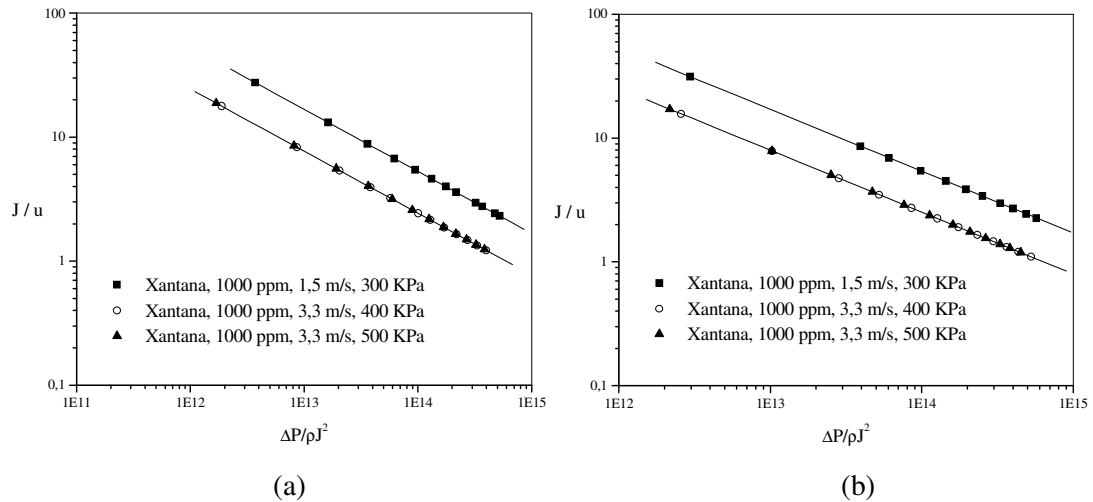


Figura 4.19: (a) Tubo microporoso (C2T-) a 25°C com Xantana 1000 ppm; (b) Tubo microporoso (C2T+) a 25°C com Xantana 1000 ppm. Variação de pressão e velocidade. Adimensional.

Observa-se boa correlação linear em escala logarítmica nas Figuras 4.17 a 4.19. Para as misturas puras e proporcionais das gomas Xantana e Guar na membrana monocanal com tamanho de poro nominal a 0,4 μm , as curvas de ajuste nas velocidades de 2,6 e 5,7 m/s são dadas respectivamente por:

$$y(x) = 7,48 - 0,5 x; u = 2,6 \text{ m/s}$$

$$y(x) = 7,03 - 0,5 x; u = 5,7 \text{ m/s}$$

No caso da mistura pura de Xantana em três diferentes tubos microporosos as curvas de ajuste nas velocidades de 1,5 e 3,3 m/s são respectivamente:

$$y(x) = 7,73 - 0,5 x; u = 1,5 \text{ m/s}$$

$$y(x) = 7,39 - 0,5 x; u = 3,3 \text{ m/s}$$

Observa-se o mesmo valor numérico para a inclinação e pouca variação no valor de interseção com o eixo vertical (J/u). Correlações deste tipo permitem avaliar “ J ” para outros valores de “ u ”.

Os próximos gráficos ilustram os resultados do número de Sherwood ($Sh = k.d/D$) em função do Reynolds generalizado. O número de Sherwood foi calculado a partir da equação diferencial de conservação das espécies, desprezando o termo de difusão axial e integrada para toda seção transversal do tubo. O procedimento da

literatura (DEEN, 1999) considera a rejeição total (100 %) da espécie em solução, conduzindo a seguinte relação entre a concentração do meio fluido (mistura), C_b e a concentração na entrada do tubo (inicial), C_0 : $C_b(L)/C_0 = \exp(-2.L.k/Ru)$, onde “k” é o coeficiente global de transferência de massa. O coeficiente de difusividade utilizado foi o valor obtido na literatura de $2,6 \times 10^{-8} \text{ m}^2/\text{s}$ (ZEMAN e ZYDNEY, 1996).

O cálculo de “k” considera a área de filtragem e as concentrações foram calculadas para o intervalo de no mínimo 36 minutos, ou seja, de $t = 0 \text{ min.}$ até $t \text{ final}$, que varia a cada experimento (estado estacionário do processo). “ C_0 ” é o valor para $t = 0 \text{ min.}$ e “ C_b ” é o valor para $t \text{ final}$, o último corrigido na concentração para o permeado removido no respectivo intervalo de tempo.

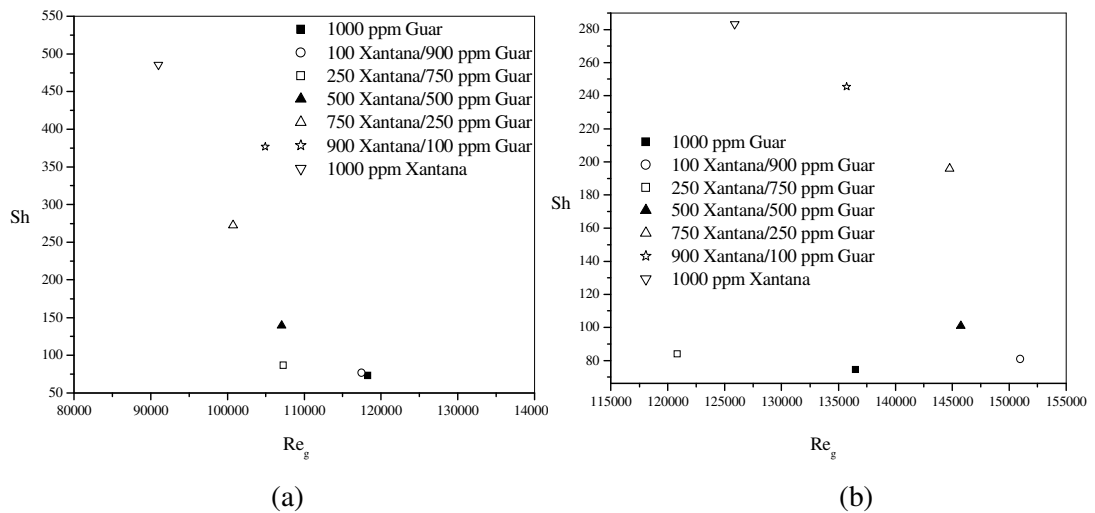


Figura 4.20: (a) Membrana monocanal com tamanho do poro de $0,2 \mu\text{m}$ a 25°C ; (b) Membrana monocanal com tamanho do poro de $0,2 \mu\text{m}$ a 40°C . Adimensional.

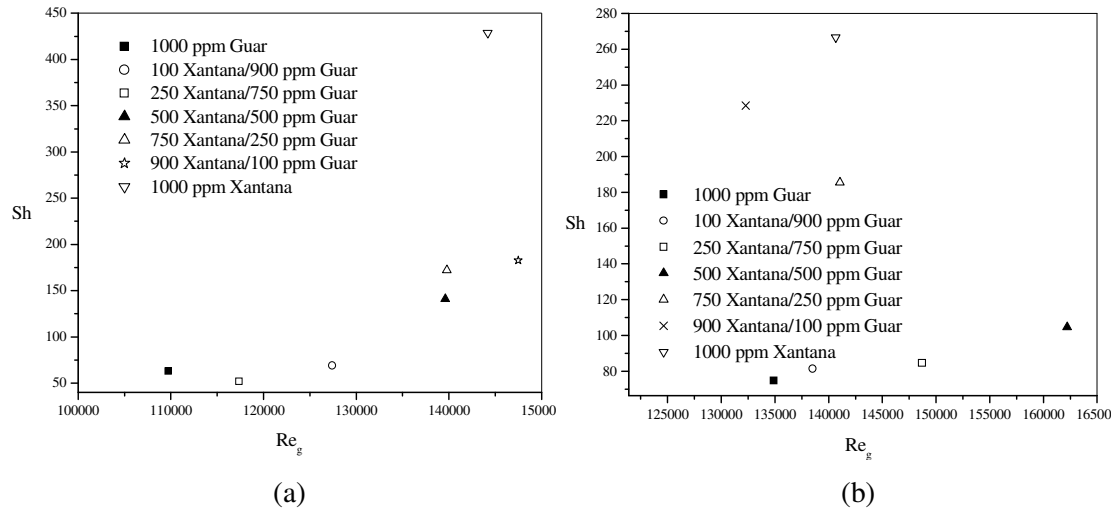


Figura 4.21: (a) Membrana monocanal com tamanho do poro de $0,4 \mu\text{m}$ a 25°C ; (b) Membrana monocanal com tamanho do poro de $0,4 \mu\text{m}$ a 40°C . Adimensional.

Pode ser observado que todos os experimentos estão de acordo com o regime de escoamento turbulento, pois o número de Reynolds foi maior que 2200, valor crítico (CHARCOSSET e CHOPLIN, 1996). Dos experimentos realizados com mistura pura e proporcional predominante de goma Xantana foram obtidos menores números de Reynolds, devido a maior viscosidade em relação à goma Guar, mas por outro lado os valores de Sherwood foram maiores, ou seja, predominando o mecanismo de transferência de massa (maior “k”).

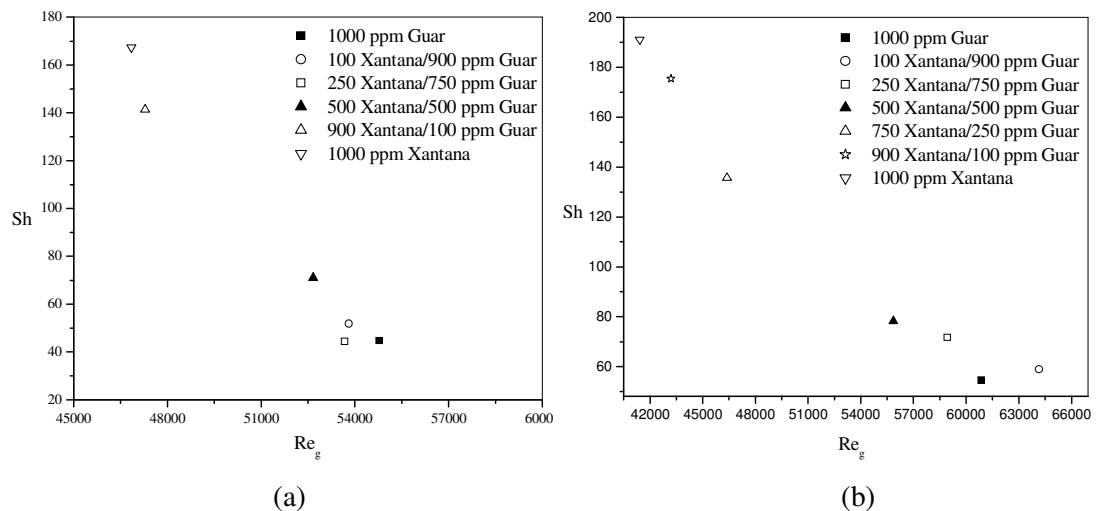


Figura 4.22: (a) Membrana multicanal com tamanho do poro de $0,2 \mu\text{m}$ a 25°C ; (b) Membrana multicanal com tamanho do poro de $0,2 \mu\text{m}$ a 40°C . Adimensional.

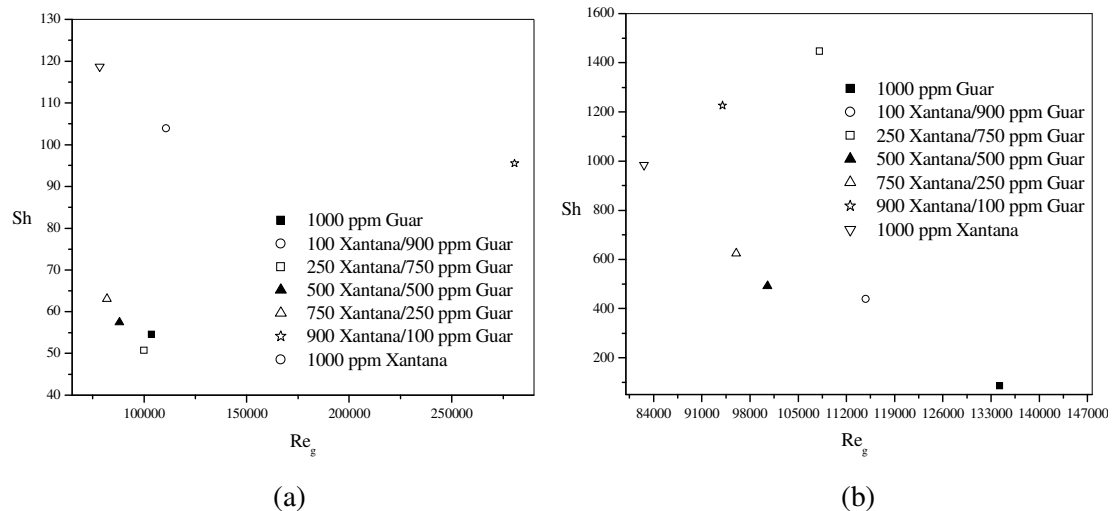


Figura 4.23: (a) Tubo microporoso com poro de $0,3\mu\text{m}$ a 25°C ; (b) Tubo microporoso com poro de $0,3\mu\text{m}$ a 40°C . Adimensional.

A temperatura foi um parâmetro de sensível variação nos valores de Sherwood. Observa-se que no processo com membranas à 25°C (Figuras 4.20 e 4.21) para mistura pura de Xantana, os valores de Sherwood variam de 50 a 550, respectivamente com Reynolds na faixa de 80000 a 150000. Por outro lado, à temperatura de 40°C , o valor de “Sh” variou de 70 a 270 e o valor de “Re” de 100000 a 165000. Na membrana multicanal (Figura 4.22), com 1 m de comprimento, houve pouca variação nos resultados em função da temperatura e ainda muito inferiores em relação às membranas monocanais. Nestes casos as variações em “Sh” envolvem os mecanismos de transferência convectiva junto à camada limite mássica e de velocidade.

Pode-se observar na Figura 4.23 que o tubo microporoso, com comprimento de 60 cm, teve resultados de “Sh” ainda menores que os das membranas, mas valores de “Re” próximos aos da membrana monocanal. Os dados em relação à temperatura foram inversos aos das membranas monocanal, pois se obteve maiores valores de “Sh” na temperatura de 40°C . Como já citado anteriormente, o comportamento diferenciado do processo entre tubos e membrana leva em consideração as diferenças entre as estruturas dos meios filtrantes.

No caso dos experimentos com variação de pressão e velocidade, observa-se que o efeito do cisalhamento com o aumento da velocidade pode conduzir a maiores “Sh”, dado compatível com a literatura (ZEMAN & ZYDNEY, 1996). Os valores de “Sh” para a mistura pura de goma Xantana (Figuras 4.24 e 4.25.a) foram quatro vezes maiores que para a mistura pura de goma Guar; valores intermediários de “Sh”

correspondem no caso do processo com a mistura proporcional. O número de Reynolds foi pouco menor para a mistura pura de goma Guar e na mesma faixa para a mistura pura de Xantana e proporcional Xantana/Guar.

Comparando os resultados da Figura 4.24.a com os das Figuras 4.25.b e 4.26, observa-se que os valores de Sherwood e Reynolds para a goma Xantana 1000 ppm na velocidade próxima de 3 m/s não tiveram variações tanto para tubo microporoso quanto para a membrana monocanal.

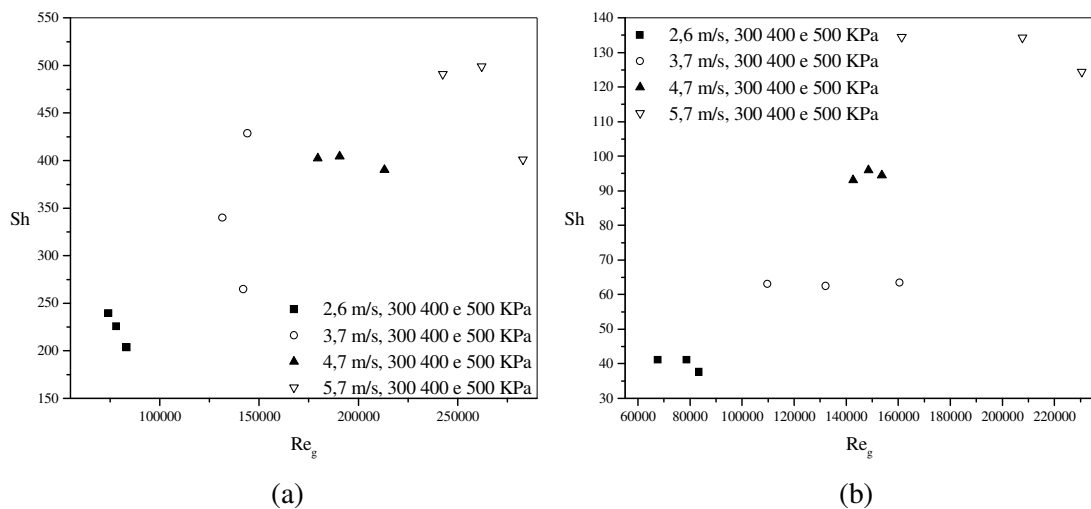


Figura 4.24: (a) Membrana monocanal com tamanho do poro de 0,4 μm a 25°C, Xantana 1000 ppm; (b) Membrana monocanal com tamanho do poro de 0,4 μm a 25°C, Guar 1000 ppm. Variação de pressão e velocidade. Adimensional.

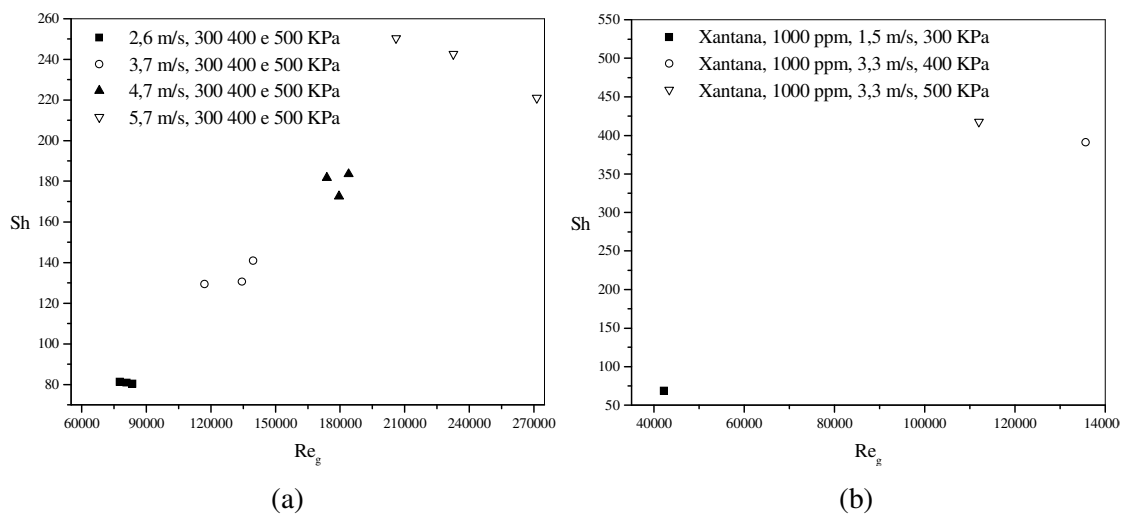


Figura 4.25: (a) Membrana monocanal com tamanho do poro de 0,4 μm a 25°C, mistura de Xantana 500 ppm e Guar 500 ppm; (b) Tubo microporoso (C1T-) a 25°C com Xantana 1000 ppm. Variação de pressão e velocidade. Adimensional.

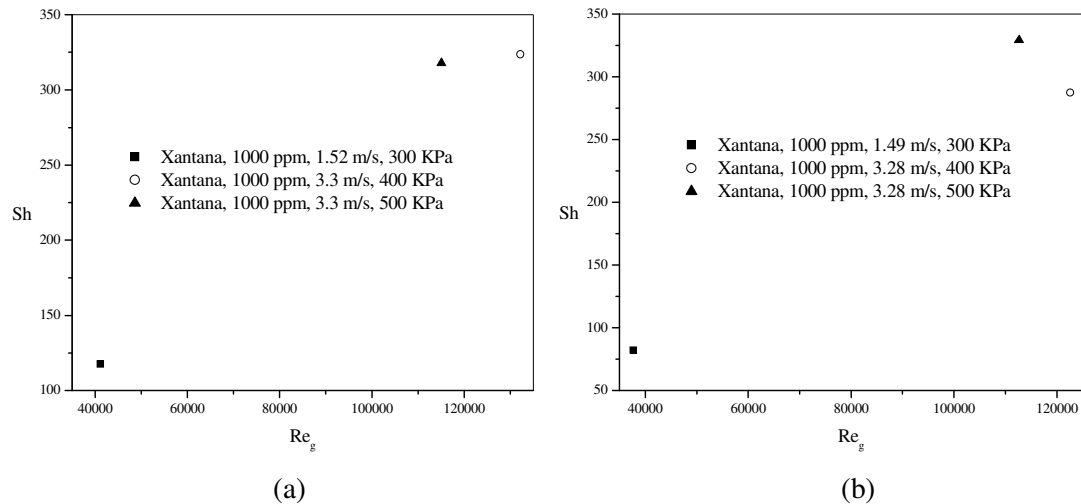


Figura 4.26: (a) Tubo microporoso (C2T-) a 25°C com Xantana 1000 ppm; (b) Tubo microporoso (C3T-) a 25°C com Xantana 1000 ppm. Variação de pressão e velocidade. Adimensional.

Moulin, et al (1999) verificaram em experimentos de ultrafiltração de bentonita em suspensão que quanto maior for a velocidade do fluxo, melhor o desempenho da transferência de massa, maior será a pressão transmembrana para atingir a estabilização da camada de polarização.

O comportamento reológico das misturas no processo de microfiltração foi investigado no início e no fim dos experimentos e as correspondentes tabelas do índice de comportamento (n) e índice de consistência (K) no fim do processo são apresentadas no Anexo B.

Os valores do índice de comportamento (n) para as temperaturas de 25°C e 40°C são mostrados na Figura 4.27. Todas as misturas apresentaram valores de $n < 1$, caracterizando comportamento não-Newtoniano e pseudoplástico, reforçando a adequada sinergia quanto a este aspecto, dado compatível com o trabalho de Bezerra (2000). Observa-se ainda que a goma Xantana possui maior pseudoplasticidade e valores mais constantes entre o concentrado inicial e o final do que a goma Guar.

filtrada (KAWABA, et al, 1996). Em todos os experimentos realizados obteve-se valores da eficiência global de filtração acima de 70%.

Tabela 4.1: Medidas de Carbono Orgânico Total de gomas Xantana e Guar a 25°C na membrana comercial monocanal com tamanho de poro de 0,2 µm.

Misturas	TOC (mg C/l)	Retenção de TOC (%)	Eficiência (%)
Inicial, concentrado, 1000 ppm Xantana	161,50	84,15	86,57
Médio, filtrado, 1000 ppm Xantana	25,59		
Inicial, concentrado, 1000 ppm Guar	164,70	85,00	97,85
Médio, filtrado, 1000 ppm Guar	24,71		
Inicial, concentrado, 900 ppm Xantana/100 ppm Guar	203,00	92,62	89,41
Médio, filtrado, 900 ppm Xantana/100 ppm Guar	14,98		
Inicial, concentrado, 100 ppm Xantana/900 ppm Guar	129,40	83,93	97,75
Médio, filtrado, 100 ppm Xantana/900 ppm Guar	20,80		
Inicial, concentrado, 750 ppm Xantana/250 ppm Guar	137,80	89,00	92,15
Médio, filtrado, 750 ppm Xantana/250 ppm Guar	15,16		
Inicial, concentrado, 250 ppm Xantana/750 ppm Guar	110,60	85,60	97,46
Médio, filtrado, 250 ppm Xantana/750 ppm Guar	15,93		
Inicial, concentrado, 500 ppm Xantana/500 ppm Guar	111,60	79,90	95,95
Médio, filtrado, 500 ppm Xantana/500 ppm Guar	22,43		

As Tabelas 4.2 e 4.3 mostram os resultados da concentração de Carbono Orgânico Total para amostras coletadas de permeado e concentrado inicial do processo de microfiltração realizados com o tubo microporoso (C1T+). A Tabela 4.2 mostra as medidas de TOC para a temperatura de 25°C e a Tabela 4.3 para as medidas de TOC de 40°C. A retenção de carbono orgânico, na temperatura de 25°C é maior que 90%, valores superiores aos obtidos com a membrana comercial monocanal (Tabela 4.1). Em relação à temperatura de 40°C, a retenção variou entre 78% e 92%, valores inferiores à temperatura de 25°C e valores próximos da membrana comercial a 25°C. Desta forma, o desempenho de concentração e retenção de polissacarídeos foi melhor, nestes casos, com o tubo microporoso.

Tabela 4.2: Medidas de Carbono Orgânico Total de gomas Xantana e Guar a 25°C no tubo microporoso (C1T+).

Misturas	TOC (mg C/l)	Retenção de TOC (%)	Eficiência (%)
Inicial, concentrado, 1000 ppm Xantana	132,90	97,50	94,91
Médio, filtrado, 1000 ppm Xantana	3,32		
Inicial, concentrado, 1000 ppm Guar	135,30	90,58	97,63
Médio, filtrado, 1000 ppm Guar	12,74		
Inicial, concentrado, 900 ppm Xantana/100 ppm Guar	105,2	92,34	95,88
Médio, filtrado, 900 ppm Xantana/100 ppm Guar	8,06		
Inicial, concentrado, 100 ppm Xantana/900 ppm Guar	201,00	92,94	95,53
Médio, filtrado, 100 ppm Xantana/900 ppm Guar	15,00		
Inicial, concentrado, 750 ppm Xantana/250 ppm Guar	220,40	95,78	97,26
Médio, filtrado, 750 ppm Xantana/250 ppm Guar	9,29		
Inicial, concentrado, 250 ppm Xantana/750 ppm Guar	214,10	91,81	97,79
Médio, filtrado, 250 ppm Xantana/750 ppm Guar	17,54		
Inicial, concentrado, 500 ppm Xantana/500 ppm Guar	264,50	95,83	97,50
Médio, filtrado, 500 ppm Xantana/500 ppm Guar	11,03		

Tabela 4.3: Medidas de Carbono Orgânico Total de gomas Xantana e Guar a 40°C no tubo microporoso (C1T+).

Misturas	TOC (mg C/l)	Retenção de TOC (%)	Eficiência (%)
Inicial, concentrado, 1000 ppm Xantana	218,00	92,62	86,86
Médio, filtrado, 1000 ppm Xantana	16,08		
Inicial, concentrado, 1000 ppm Guar	218,28	85,98	96,12
Médio, filtrado, 1000 ppm Guar	30,60		
Inicial, concentrado, 900 ppm Xantana/100 ppm Guar	277,25	92,82	95,20
Médio, filtrado, 900 ppm Xantana/100 ppm Guar	19,91		
Inicial, concentrado, 100 ppm Xantana/900 ppm Guar	261,00	87,68	95,14
Médio, filtrado, 100 ppm Xantana/900 ppm Guar	32,16		
Inicial, concentrado, 750 ppm Xantana/250 ppm Guar	283,25	91,01	95,43
Médio, filtrado, 750 ppm Xantana/250 ppm Guar	25,45		
Inicial, concentrado, 250 ppm Xantana/750 ppm Guar	240,88	83,29	96,50
Médio, filtrado, 250 ppm Xantana/750 ppm Guar	40,25		
Inicial, concentrado, 500 ppm Xantana/500 ppm Guar	179,70	78,91	95,80
Médio, filtrado, 500 ppm Xantana/500 ppm Guar	37,90		

A Tabela 4.4 apresenta as medidas de Carbono Orgânico Total para amostras coletadas de permeado, concentrado inicial e concentrado final do processo de microfiltração na temperatura de 40°C em experimentos realizados com a membrana comercial multicanal com tamanho do poro de 0,2 µm. A retenção de carbono orgânico variou entre 83% e 90%, valores próximos aos da membrana comercial monocanal e menores do que os valores do tubo microporoso, confirmando o melhor desempenho deste meio filtrante. Pode-se observar ainda que a medida de TOC no concentrado final é maior que no concentrado inicial; neste caso é um resultado esperado uma vez que água está sendo retirada da solução inicial. Deve-se ressaltar que os valores da eficiência global de filtração considera a solução filtrada como água pura.

Tabela 4.4: Medidas de Carbono Orgânico Total de gomas Xantana e Guar a 40°C na membrana comercial multicanal com tamanho de poro de 0,2 µm.

Misturas	TOC (mg C/l)	Retenção de TOC (%)	Eficiência (%)
Inicial, concentrado, 1000 ppm Xantana	201,08		
Médio, filtrado, 1000 ppm Xantana	19,19	90,46	72,41
Final, concentrado, 1000 ppm Xantana	323,75		
Inicial, concentrado, 1000 ppm Guar	226,78		
Médio, filtrado, 1000 ppm Guar	33,86	85,07	91,20
Final, concentrado, 1000 ppm Guar	277,50		
Inicial, concentrado, 900 ppm Xantana/100 ppm Guar	251,75		
Médio, filtrado, 900 ppm Xantana/100 ppm Guar	23,32	90,74	74,35
Final, concentrado, 900 ppm Xantana/100 ppm Guar	311,25		
Inicial, concentrado, 100 ppm Xantana/900 ppm Guar	237,55		
Médio, filtrado, 100 ppm Xantana/900 ppm Guar	33,77	85,79	90,53
Final, concentrado, 100 ppm Xantana/900 ppm Guar	256,00		
Inicial, concentrado, 750 ppm Xantana/250 ppm Guar	246,45		
Médio, filtrado, 750 ppm Xantana/250 ppm Guar	30,94	87,45	79,52
Final, concentrado, 750 ppm Xantana/250 ppm Guar	279,25		
Inicial, concentrado, 250 ppm Xantana/750 ppm Guar	224,30		
Médio, filtrado, 250 ppm Xantana/750 ppm Guar	29,55	86,83	88,59
Final, concentrado, 250 ppm Xantana/750 ppm Guar	298,50		
Inicial, concentrado, 500 ppm Xantana/500 ppm Guar	210,18		
Médio, filtrado, 500 ppm Xantana/500 ppm Guar	35,16	83,27	87,62
Final, concentrado, 500 ppm Xantana/500 ppm Guar	220,83		

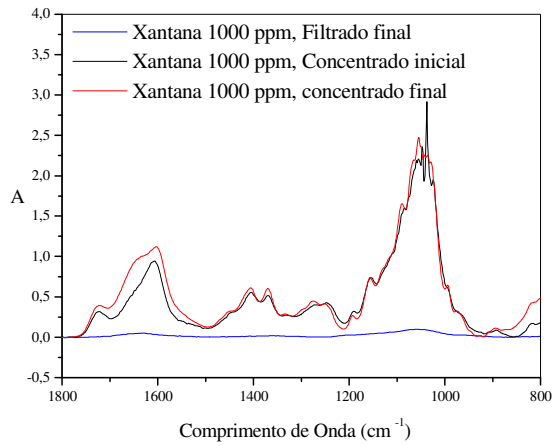
Em vários experimentos com suspensões, o permeado foi estudado com análise espectral no infravermelho, para caracterizar a presença no filtrado do polissacarídeo processado. Os resultados são apresentados a seguir para condições particulares do processo, realizado com membranas de diferentes valores nominais de corte. O processo também é avaliado com o uso dos tubos microporosos, para a devida comparação com membranas comerciais.

A Figura 4.28 (a), (b), (c), (d), (e), (f) e (g) mostra um gráfico típico de resposta da análise espectral por infravermelho para misturas puras e proporcionais das gomas Xantana e Guar. Os dados de absorvância e comprimento de onda correspondente ao pico, obtidos para todas as condições citadas no item 3.3.2, encontram-se tabelados no Anexo (C).

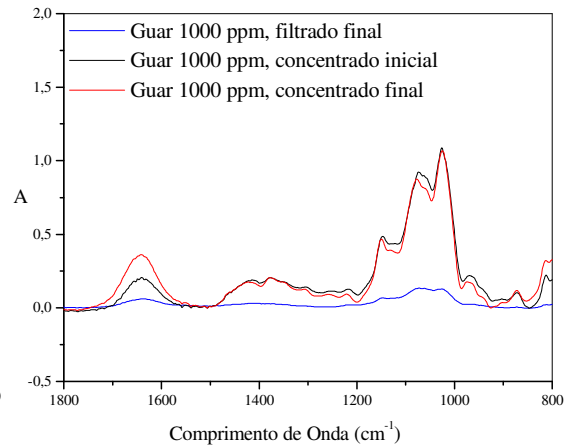
De modo geral, os espectros do infravermelho seguiram o padrão ilustrado na Figura 4.28. O concentrado final, na maioria dos casos foi menor que o concentrado inicial, dado não esperado, pois a absorvância é diretamente proporcional à concentração. Este fato pode ser explicado pela desestruturação do polissacarídeo causada pelos meios filtrantes.

Pode-se observar na Figura 4.28 a boa sinergia entre as gomas, pois a mistura da Xantana com a Guar não resultou em um espectro diferente, ocorrendo apenas uma junção dos dois sinais.

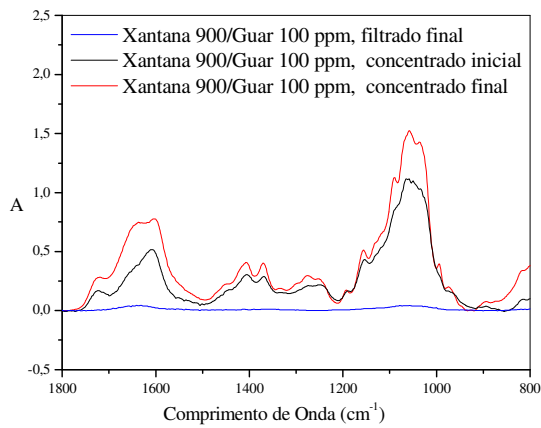
As membranas com tamanho do poro nominal de 0,2 μm e 0,4 μm tiveram uma retenção mais eficiente do que os tubos microporosos em estudo, pois resultaram em valores de absorvância menor do que os resultados dos tubos nacionais. A temperatura foi um parâmetro sensível, pois a retenção na maioria dos casos, foi maior na temperatura de 25°C e independente da pressão e da velocidade média.



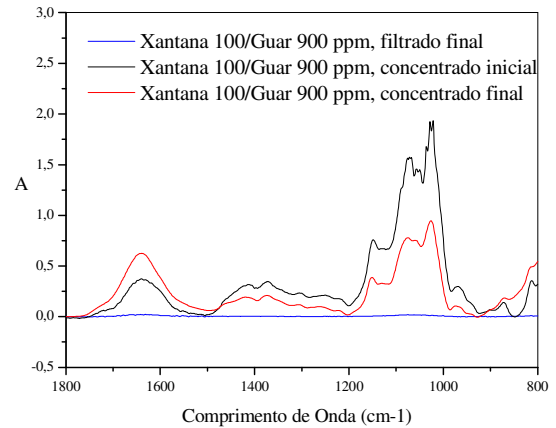
(a)



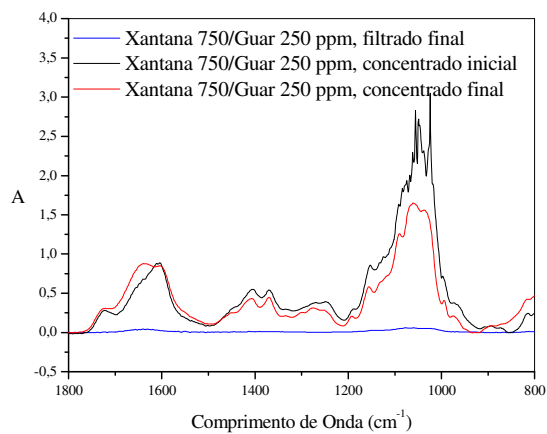
(b)



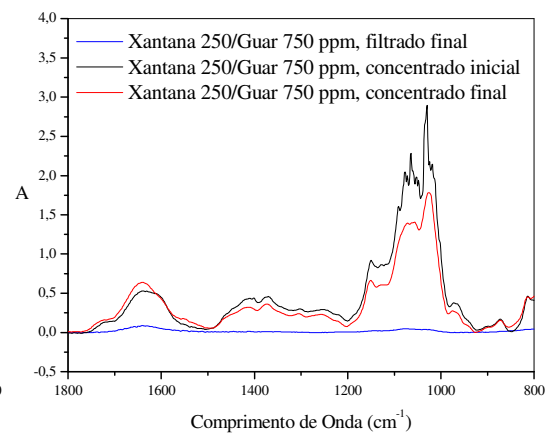
(c)



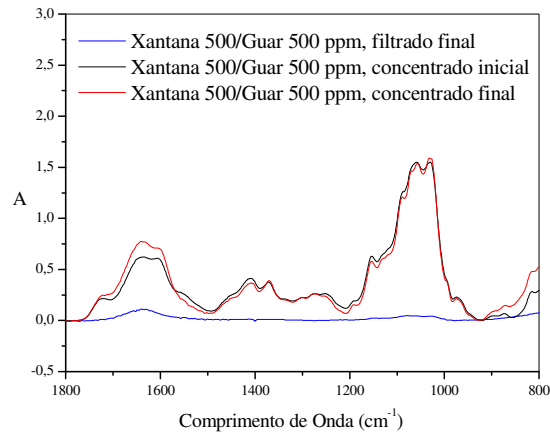
(d)



(e)



(f)



(g)

Figura 4.28: Resultados da análise do permeado pela técnica de infravermelho para experimentos realizados com membranas monocanal de $0,4 \mu\text{m}$, a $\Delta P_{\text{lm}} = 300 \text{ kPa}$, $u = 3,7 \text{ m/s}$ e $T = 25^\circ\text{C}$. (a) Xantana 1000 ppm; (b) Guar 1000 ppm; (c) Xantana 900 ppm/Guar 100 ppm; (d) Xantana 100 ppm/Guar 900 ppm; (e) Xantana 750 ppm/Guar 250 ppm; (f) Xantana 250 ppm/Guar 750 ppm; (g) Xantana 500 ppm/Guar 500 ppm.

Apesar da boa retenção observada na Figura 4.28, pode-se notar a presença de polissacarídeo, no permeado, como indica o “pico” entre o comprimento de onda de 1100 a 1000 cm^{-1} .

Uma análise qualitativa permite identificar a presença do polissacarídeo ou dissociações no filtrado. Para tal análise algumas das figuras anteriores são apresentadas a seguir na forma normalizada.

Na Figura 4.29 (a) e (b) é apresentada a forma normalizada da Figura 4.28 (a) e (b), respectivamente. A análise qualitativa da figura indica que o sinal referente ao filtrado final (linha azul) é diferente em relação aos sinais de concentrado inicial e final. Pode-se observar que para o comprimento de onda de aproximadamente 1700 cm^{-1} , para goma Xantana a curva do filtrado não apresenta o grupo acetil, como nos demais sinais (concentrado inicial e final). Este fato indica que houve uma dissociação do polissacarídeo pela membrana.

Pode-se observar também na Figura 4.29 que a goma Guar não possui este grupo acetil, dado compatível com sua estrutura molecular (KOVACS e KANG, 1997). O grupo acetato está diretamente relacionado com a viscosidade do meio, fato que explica a goma Xantana ser mais viscosa que a goma Guar e pelo filtrado possuir aparência e viscosidade de água.

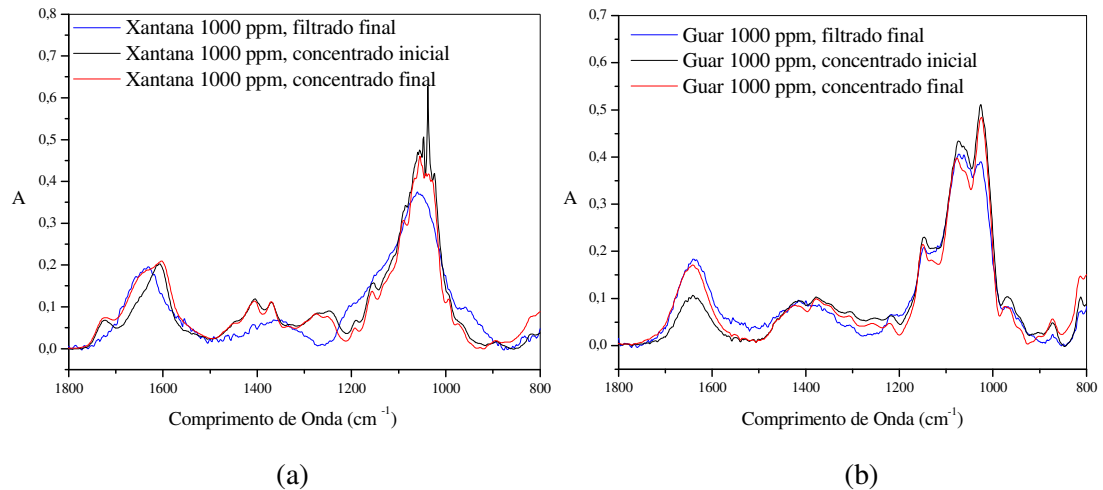


Figura 4.29: Resultados da análise do permeado pela técnica de infravermelho, na forma normalizada para experimentos realizados com membranas monocanal de $0,4 \mu\text{m}$, a $\Delta P_{\text{tm}} = 300 \text{ kPa}$, $u = 3,7 \text{ m/s}$ e $T = 25^\circ\text{C}$. (a) Xantana 1000 ppm; (b) Guar 1000 ppm.

Os sinais seguiram o padrão da maior concentração, por exemplo, na mistura de 900 ppm Xantana e 100 ppm Guar, predominou o espectro da Xantana, na mistura de 100 ppm Xantana e 900 ppm Guar, predominou o de Guar e assim por diante. No gráfico de mistura de 500 ppm/500 ppm, Figura 4.28 (g), predominou a Xantana devido à presença do grupo acetil.

5. Conclusões

- No processo de filtração tangencial envolvendo as misturas em suspensão não foi constatado nenhum fenômeno de superfície, na concentração final de 1000 ppm, que impedisse o processo, porém a vazão transmembrana foi superior em misturas que prevaleceram a presença de Xantana;
- A sinergia das misturas foi adequada, sem ocorrências de mudanças comportamentais. Todas as misturas apresentaram comportamento reológico pseudoplástico;
- Na maioria dos casos estudados, as membranas obtiveram uma melhor retenção do que os tubos microporosos, uma vez que os valores de absorvância para as membranas foram menores que os valores dos tubos microporosos. A temperatura foi um parâmetro sensível no processo, causando aumentos na vazão transmembrana e variação significativa no adimensional de transferência de massa, Sherwood.
- As variações nos parâmetros fluidodinâmicos, velocidade média do escoamento e pressão transmembrana, promoveram aumento na vazão transmembrana apenas em processos realizados com o meio tubular microporoso.

6. Sugestões

Outras pesquisas decorrentes desta dissertação em futuros trabalhos são sugeridas:

- Estudar a adsorção de matéria em tubos microporosos menos espessos em função da temperatura do processo;
- Investigar outras composições de misturas em suspensão de interesse em processos industriais;
- Investigar experimentalmente a vida útil do tubo em um intervalo de tempo adequado;
- Estudar o processo no intervalo de tempo em que predomina a formação da camada de polarização.

7. Referências Bibliográficas

AIMAR, P. (1987). Ultrafiltration of pseudoplastic fluids. In: M.S. Verrall, M.J. Hudson (Eds.), *Separations for Biotechnology*, Ellis Horwood, Chichester. p. 360–72.

ANONYMOUS (1969). Xanthan gum. *Federal Register* 34, Nº 53,5376-5377.

BELFORT, G., DAVIS, R. H. E ZYDNEY, A. L. (1994). The behaviour of suspensions and macromolecular solutions in crossflow microfiltration, *Journal of Membrane Science*, 96. p. 1–58.

BELLEVILLE, M. P. et al. (1992). Fouling colloids during microporous alumina membrane filtration of wine. *Journal of Food Science*, 57 (2). p. 396-400.

BELLEVILLE, M. P. et al. (1990). Polyssacharide effects on cross-flow microfiltration of two red wines with microporous alumina membrane. *Journal of Food Science*, 55 (6). p. 1598-1602.

BEMILLER, J.N. (1988). Some challenges for gums and gum research, In: *Gums and Stabilizers for the Food Industry 4*, ed. Philips, G.O., Wedlock, D.J. & Williamns, P.A., IRL Press, Oxford, p. 3.

BEZERRA, J. R. M. V. (2000). Comportamento reológico da polpa de manga. 159 p. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas. 2000.

BHATTACHARYA, S. e HWANG, S. T. (1997). Concentration polarization, separation factor, and Peclet number in membrane process. *Journal of Membrane Science*, 132. p. 73-90.

BIRD, R.B., Stewart, W.E. (1960). *Transport Phenomena*. John Wiley & Sons, Inc., New York.

BOBBIO, F.O. e BOBBIO, P.A. (2003). *Introdução à Química de Alimentos*. p. 76-78.

BOWEN, W. R. e WILLIAMS, P. M. (2001). Prediction of the rate of crossflow ultrafiltration of colloids with concentration-dependent diffusion coefficient and viscosity - theory and experiment. *Chemical Engineering Science*, 56. p. 3083-99.

BRISCOE, B., LUCKHAM, P. e ZHU, S. (1998). Rheological properties of poly (ethylene oxide) aqueous solutions. *Journal of Applied Polymer Science*, v.70, p. 419-429.

CARRÈRE, H., SCHAFFER, A. e RENÉ, F. (1998). Cross-flow filtration of guar gum solutions, Experimental results, *Separation and Purification Technology*. 14. p. 59–67.

CARRÈRE, H (2000). Study of hydrodynamic parameters in the cross-flow filtration of guar gum pseudoplastic solutions. *Journal of Membrane Science*. 174. p. 135-45.

CHEN, V. (1998). Performance of partially permeable microfiltration membranes under low fouling conditions. *Journal of Membrane Science*, 147. p. 265-78.

CHARCOSSET, C. e CHOPLIN, L. (1996). Ultrafiltration of non-newtonian fluids. *Journal of membrane science*, 115, p. 147-60.

CHERYAN, M. (1998). *Ultrafiltration and Microfiltration – Handbook*. Technomic Publishing Company, Lancaster, Pennsylvania.

COTTRELL, I.W., KANG, K.S. e KOVACS, P. (1980). Xanthan gum In: *Handbook of water-soluble gums and resins*. ed. Davidson R., p. 24, Mc Graw Hill, New York.

CZEKAJ, P., LÓPEZ, F. e GÜELL, C. (2001). Membrane fouling by turbidity constituents of beer and wine: characterization and prevention by means of infrasonic pulsing. *Journal of Food Engineering*. 49. p. 25-36.

DE, S. e BHATTACHARYA, P. K. (1996). Flux prediction of black liquor in crossflow ultrafiltration using low and high rejecting membranes. *Journal of Membrane Science*, 109. p. 109-23.

DEEN, W.M. (1999). *Analysis of Transport Phenomena*. Oxford University Press, Oxford.

FIELD, R. W. (1990). A theoretical viscosity correction factor for heat transfer and friction in pipe flow. *Chemical Engineering Science*, 45. p. 1343-47.

FOOD & DRUG ADMINISTRATION. (1969). Food additives permitted in food for human consumption: Xanthan gum. Federal Register 34(53) Part 121:5376. March 19.

GARCIA-OCHOA, F. et al. (2000) Xanthan gum: production, and properties, *Biotechnology Advances*, 18. p. 549-79.

GÉSAN-GUIZIOU, G. et al. (1999). Wall shear stress: effective parameter for the characterisation of the cross-flow transport in turbulent regime during skimmed milk microfiltration, *Lait* 79. p. 347–354.

GLICKSMAN, M. (1969). *Gum technology in food industry*. New York. 590 p.

GLICKSMAN, M. (1982). Food applications of gums. In: *Food Carbohydrates*, ed. Linneback, D.R. & Inglett, G.E., AVI Publ., Westport, Connecticut, p. 270.

GODET, P. (1973). Fermentation of polysaccharide gums. *Process Biochemistry* 1:33-34.

HAMACHI, M. e MIETTON-PEUCHOT, M. (1999). Experimental investigations of cake characteristics in crossflow microfilltration. *Chemical Engineering Science* 54. p. 4023-30.

HJERDE, T., et al. (1994). Conformation dependent depolymerisation kinetics of polysaccharides studied by viscosity measurements. *Carbohydrate Polymers*, 24. p. 265–75.

HOLMAN, J. P. (1994). Experimental methods for engineers. Mc Graw-Hill International Editions, ed. 6. p.400-404.

IGOE, R.S. (1982). Hydrocolloid interactions useful in food system, Food Technology, 36(4): 72.

KATZBAUER, B. (1997). Properties and applications of xanthan gum. Polymer Degradation and Stablish, 59. p. 81-84.

KAWABA, N., et al (1996). Removal of virus from water by filtration using microporous membranes made of Poly (N-benzyl-4-vinylpyridini-um chloride). J. of Appl. Polym. Soc. 60: p. 911-917.

KOVACS, P., KANG, K.S. (1997). Food Colloids. Ed. Graham, H.D. The AVI Publishing Company, Inc. Westport, Connecticut. p. 500-33.

LILLY, V.G., WILSON, H.A. e LEACH, J.G. (1958). Bacterial polysaccharides II. Laboratory scale production of polysaccharides by species of Xanthomonas. Appl. Microb. 6:105-108.

MA, L., BARBOSA-CÁNOVAS, G.V. (1993). Review: rheological properties of food gums and food mixtures. Revista Espanola de Ciencia y Tecnología de Alimentos, v.33, n.2, p.76-78.

MÄNTTÄRI, M. et al. (2000). Fouling effects of polysaccharides and humic acid in nanofiltration. *Journal of Membrane Science*. 165. p. 1-17.

MCLAUGHLIN, J.B. (1991). Inertial migration of a small sphere in linear shear flows, *J. Fluid Mech.* 224. p. 261–74.

MOULIN, P., MANNO, P., ROUCH, J.C., SERRA, C., CLIFTON, M.J., APTEL, P. (1999). Flux improvement by Dean vortices: ultrafiltration of colloidal suspensions and macromolecular solutions. *Journal of Membrane Science*, 156, p. 109-130.

PATTON, J.T. e LINDBLOM, J.P. (1962). Process for synthesizing polysaccharides. U.S. Pat. 3,020,206.

PSZCZOLA, D. E. (1993). Gellan gum wins IFT's Food Technology Industrial Achievement award, *Food Technology*.

RIPPERGER, S. e ALTMANN, J. (2002). Crossflow microfiltration – state of the art. *Separation and Purification Technology*, 26, p. 19-31.

RUSHTON, A., HOSSEINI, M. e HASSAN, I. (1980). The effect of velocity and concentration on cake resistance. *Journal of Separation Proceedings Technology*, 3. p. 34 – 41.

SAMUELSSON, G. (1997). Predicting limiting flux of skim milk in crossflow microfiltration. *Journal of Membrane Science*, 129. p. 277-81.

SANDERSON, G. R. (1981). Polysaccharides in foods. *Food Technol.* 35(5):50-57 e 83.

SANDVICK, E. I. e MAERKER, J. M. (1977). Application of xanthan gum for enhanced oil recovery. *ACS Symposium Series* 45. P. A. Sandford and A. Laskins editors., p. 242-64.

SCHÄFER, A.I. (2000). Microfiltration of colloids and natural organic matter. *Journal of Membrane Science* 171. p. 151–72.

SCHLUEP, T. e WIDMER, F. (1996). Initial transient effects during crossflow microfiltration of yeast suspensions. *Journal of Membrane Science*, 115. p. 133-45.

SCHMITZ, P. et al. (1993). Particle aggregation at the membrane surface in crossflow microfiltration, *Journal of Membrane Science* 84. p.171–183.

SCOTT, K. (1995). *Handbook of industrial membranes*. Elsevier Science Publishers, Oxford.

SILVA, J. A. e RAO, M. A. (1992). Viscoelastic properties of food hydrocolloid dispersions. In: *Viscoelastic Properties of Food*, London/New York: eds. Rao, M. A. & Steffe, J. F. Elsevier Applied Science, p. 207-31.

SILVERSTEIN, R. M. (1979). Identificação espectrométrica de compostos orgânicos. 7Rio de Janeiro: Guanabara. 3, ed. p. 85-152.

SLODKI, M.E. (1986). New Bacterial polysaccharides. In: Industrial Polysaccharides. Ed. STIVALA, S.S.; CRESCENZI, V.; DEA I.C.M New York p.3-4, 45.

SOUZA, G. (1984). Utilização de goma Xantana na indústria de alimentos, Bol. do ITAL, 21(3): 277.

SZCZCESNIAK, A. S. (1986). Rheological basis for the selection. In: Gums and Stabilisers for the Food Industry 3, ed. Philips, G.O., Wedlock, D.J. & Willians, P.A., Elsevier Applied Science, London, p. 311.

TUINIERA, R., GROTENHUISA, E. e KRUIF, C.G. (2000). The effect of depolymerised guar gum on the stability of skim milk. Food Hydrocolloids, 14. p.1-7.

VERNHET, A. et al. (1997). Wetting properties of microfiltration membrane: determination by means of the capillary rise technique and incidence on the adsorption of wine polysaccharide and tannins. Journal of Membrane Science, 128. p. 163-74.

ZEMAN, L.J.; ZYDNEY, A. L. (1996). Microfiltration and Ultrafiltration - Principles and Applications. Marcel Dekker, New York.