



UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
CENTRO DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA CIVIL

AMANDA TOBIAS COSTA DE OLIVEIRA

**DETERMINAÇÃO DO FLUXO CRÍTICO E FLUXO LIMITE
EM MEMBRANA DE MICROFILTRAÇÃO UTILIZADA NO
PÓS-TRATAMENTO DE ESGOTO DOMÉSTICO**

NATAL-RN
2016

Amanda Tobias Costa de Oliveira

Determinação do fluxo crítico e fluxo limite em membrana de microfiltração utilizada no pós-tratamento de esgoto doméstico

Trabalho de Conclusão de Curso na modalidade Artigo Científico, submetido ao Departamento de Engenharia Civil da Universidade Federal do Rio Grande do Norte como parte dos requisitos necessários para obtenção do Título de Bacharel em Engenharia Civil.

Orientador: Prof. Dr. Cícero Onofre de Andrade Neto

Coorientador: Profa. MSc. Larissa Caroline Saraiva Ferreira

Natal-RN
2016

Catálogo da Publicação na Fonte
Universidade Federal do Rio Grande do Norte - Sistema de Bibliotecas
Biblioteca Central Zila Mamede / Setor de Informação e Referência

Oliveira, Amanda Tobias Costa de.

Determinação do fluxo crítico e fluxo limite em membrana de microfiltração utilizada no pós-tratamento de esgoto doméstico / Amanda Tobias Costa de Oliveira. - 2016.

15 f. : il.

Artigo científico (Graduação) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Centro de Tecnologia, Departamento de Engenharia civil. Natal, RN, 2016.

Orientador: Prof. Dr. Cícero Onofre de Andrade Neto.

Coorientadora: Profª. Ma. Larissa Caroline Saraiva Ferreira.

1. Engenharia civil - TCC. 2. Esgoto - tratamento - TCC. 3. Fluxo crítico - TCC. 4. Fluxo limite - TCC. 5. Membranas filtrantes - TCC. 6. Microfiltração – TCC. I. Andrade Neto, Cícero Onofre de. II. Ferreira, Larissa Caroline Saraiva. III. Título.

RN/UF/BCZM

CDU 628.3

Amanda Tobias Costa de Oliveira

Determinação do fluxo crítico e fluxo limite em membrana de microfiltração utilizada no pós-tratamento de esgoto doméstico

Trabalho de conclusão de curso na modalidade Artigo Científico, submetido ao Departamento de Engenharia Civil da Universidade Federal do Rio Grande do Norte como parte dos requisitos necessários para obtenção do título de Bacharel em Engenharia Civil.

Aprovado em 24 de novembro de 2016:

Prof. Dr. Cícero Onofre de Andrade Neto – Orientador

Profa. MSc. Larissa Caroline Saraiva Ferreira – Coorientador

Prof. Dr. Hélio Rodrigues dos Santos – Examinador interno

Eng. MSc. Marcos André Capitulino de Barros Filho – Examinador externo

Natal-RN

2016

RESUMO

Os conceitos de fluxo crítico e fluxo limite representam um importante avanço para a tecnologia de membranas filtrantes, pois permitem a identificação de condições operacionais ótimas para o controle do *fouling*, um dos principais obstáculos na aplicação de membranas para o tratamento de água e esgoto. Neste estudo, o método de degraus de pressão foi aplicado a um sistema de membrana de microfiltração alimentado com efluente de filtro anaeróbio a fim de determinar os fluxos crítico e limite. Durante os experimentos, aumentou-se a pressão gradativamente até um valor máximo e em seguida ela foi diminuída até o valor inicial, enquanto o fluxo permeado foi medido. Foram definidos três parâmetros de *fouling* calculados a partir dos resultados do teste de degraus de pressão: fluxo médio no degrau (J_m), taxa de *fouling* (dJ/dt) e aumento inicial de fluxo (ΔJ_0). Os resultados mostraram valores de fluxo menores, para uma mesma pressão, na fase descendente do que na fase ascendente, indicando a formação de uma camada de *fouling* irreversível. Além disso, o J_m não atingiu um patamar de estabilização, que seria o indicativo do fluxo limite. Como a velocidade tangencial do sistema não pôde ser mantida constante, a taxa de *fouling* (dJ/dt) diminuiu com o aumento da pressão, afetando os resultados de ΔJ_0 , que indicariam a determinação do fluxo crítico. Concluiu-se que não é possível determinar o fluxo crítico e o fluxo limite sem a velocidade tangencial constante.

Palavras-chave: Fluxo crítico em membranas. Fluxo limite em membranas. Microfiltração. Fouling. Método de degraus de pressão. Velocidade tangencial.

ABSTRACT

The threshold flux and limiting flux concepts represent an important advance in membrane technology, for they allow the identification of optimal operating conditions for fouling control, one of the main obstacles in membrane application for water and wastewater treatment. In this study, the pressure-step method was applied to a microfiltration membrane system fed with anaerobic filter's effluent in order to determine the threshold and limiting fluxes. Throughout the experiments, the pressure was gradually increased to a maximum value and then it was decreased to the initial value, while the permeate flux was measured. Three fouling parameters were defined and calculated from the pressure-step tests results: average flux in the step (J_m), fouling rate (dJ/dt) and initial flux increase (ΔJ_0). The results showed smaller flux values, for the same pressure, in the descending phase than in the ascending phase, indicating the formation of a irreversible fouling layer. Furthermore, J_m did not reach a stabilization plateau, which would indicate the limiting flux. Since the crossflow velocity could not be kept constant, the fouling rate (dJ/dt) decreased with pressure increase, affecting the ΔJ_0 results, which would indicate the threshold flux. It was concluded that it is not possible to determine the threshold flux and the limiting flux without constant crossflow velocity.

Keywords: Membrane threshold flux. Membrane limiting flux. Microfiltration. Fouling. Pressure-step method. Crossflow velocity.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	2
2.1 Princípios da filtração por membranas	2
2.2 <i>Fouling</i>	3
2.3 Fluxo crítico e fluxo limite	4
3 MATERIAIS E MÉTODOS	6
3.1 Sistema de membrana	6
3.2 Alimentação do sistema.....	7
3.3 Protocolo de limpeza	7
3.4 Testes de degraus de pressão	7
3.5 Parâmetros de <i>fouling</i>	8
3.6 Análise estatística dos dados.....	9
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	9
4.1 Perfil de fluxo e pressão	9
4.2 Taxa de declínio do fluxo (dJ/dt).....	10
4.3 Aumento inicial de fluxo (ΔJ_0).....	10
4.4 Fluxo médio (J_m)	11
5 CONCLUSÕES.....	12
6 REFERÊNCIAS.....	12

1 INTRODUÇÃO

O uso da tecnologia de membranas tem crescido durante as duas últimas décadas, resultado da considerável diminuição do consumo de energia e dos custos de construção e operação de sistemas de membranas e, ao mesmo tempo, do significativo aumento da disponibilidade, da eficiência e da confiabilidade de novas membranas e sistemas.

Apesar da tecnologia de membranas apresentar-se como uma das principais tecnologias emergentes para o tratamento de água e de esgoto [1], o *fouling*, acúmulo de material retido ou precipitado na superfície da membrana, é considerado atualmente o maior obstáculo para a aplicação dessa tecnologia [2, 3, 4].

A principal consequência da ocorrência do *fouling* em membranas é o aumento da resistência hidráulica, que se manifesta através do declínio do fluxo permeado ou aumento da pressão, quando o processo é operado sob pressão constante ou fluxo constante, respectivamente [2]. Ambos fenômenos são indesejáveis, pois fluxos baixos são pouco lucrativos e pressões altas requerem um grande consumo de energia, resultando em altos custos de operação.

Desta maneira, se faz necessária a identificação de condições operacionais apropriadas, que minimizem a ocorrência do *fouling* e permitam a produção de fluxos rentáveis a pressões moderadas. Para tanto, uma estratégia interessante é a operação do sistema de membranas em condições abaixo fluxo crítico, valor de fluxo que faz a delimitação entre uma região de baixa taxa de *fouling* e alta taxa de *fouling* [5, 6].

Para a determinação do fluxo crítico, a prática mais comum é a utilização dos métodos de degraus de fluxo ou de degraus de pressão, que consistem em aumentar incrementalmente a pressão, no caso do método de degraus de pressão, enquanto observa-se o comportamento do fluxo permeado ou vice-versa, para o método de degraus de fluxo [7, 8, 9, 10].

A partir do método de degraus de pressão, também é possível determinar o valor do fluxo limite, um dos conceitos mais antigos relacionados à filtração por membranas, que corresponde ao fluxo a partir do qual um aumento na pressão causa pouco ou nenhum aumento no fluxo permeado [11, 12]. O fluxo limite, portanto, é também um importante parâmetro para a escolha de condições operacionais apropriadas para a operação de um sistema de membranas.

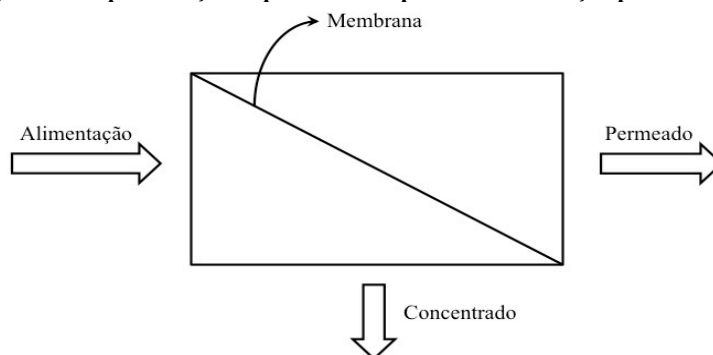
Neste estudo, aplicou-se o método de degraus de pressão para a determinação dos fluxos crítico e limite em um sistema de membrana de microfiltração alimentado com efluente de filtro anaeróbio, a fim de estabelecer as condições de operação ótimas para o sistema.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 Princípios da filtração por membranas

As membranas podem ser definidas como um filme fino sólido que separa duas soluções, atuando como barreira seletiva para o transporte de componentes destas soluções quando aplicado algum tipo de força externa, normalmente pressão, sucção ou potencial elétrico [13]. Assim, os processos de filtração por membranas envolvem três fluxos de solução: a alimentação, solução a ser filtrada; o permeado, parte da solução que atravessa a membrana, contendo os materiais menores que seus poros; e o concentrado, parte da solução que não permeou a membrana, contendo os materiais maiores que seus poros (Figura 1).

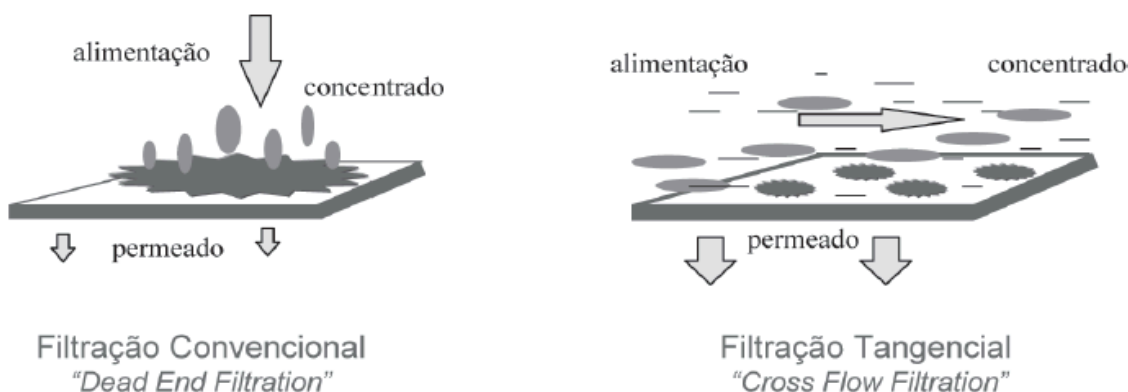
Figura 1 – Representação esquemática do processo de filtração por membranas.



Fonte: Zhang et al (2012).

A filtração por membranas pode ocorrer de duas maneiras distintas: filtração frontal ou filtração tangencial (Figura 2). Na filtração frontal, a alimentação e o permeado escoam perpendicularmente à superfície da membrana. Já na filtração tangencial, a alimentação e o concentrado escoam paralelamente à superfície da membrana, enquanto o permeado é transportado transversalmente à ela [14]. A vantagem, para este último caso, é que o fluxo paralelo à membrana arrasta consigo uma parte das partículas retidas, de maneira que a deposição de material na superfície da membrana é menor que na filtração frontal [15, 16].

Figura 2 – Representação esquemática dos tipos de filtração por membranas.



Fonte: Habert, Borges e Nóbrega (2006).

São apresentados na Tabela 1 os tipos de membranas mais utilizados na área de tratamento de água e esgoto: as membranas de microfiltração, ultrafiltração, nanofiltração e osmose inversa [13]. Estas membranas se diferenciam pela seletividade, ou seja, qual tipo de material cada membrana é capaz de reter, característica que depende principalmente do tamanho de seus poros.

Tabela 1 – Membranas utilizadas no tratamento de água e esgoto e características de tamanho dos poros e material retido.

Membrana	Tamanho dos poros	Material retido
Microfiltração (MF)	$0,1\mu\text{m}^{\text{a}} - 0,2\mu\text{m}$	Protozoários, bactérias, vírus (maioria), partículas
Ultrafiltração (UF)	$1.000\text{D}^{\text{b}} - 100.000\text{D}$	Material removido na MF + colóides + totalidade de vírus
Nanofiltração (NF)	$200\text{D} - 1.000\text{D}$	Íons divalentes e trivalentes, moléculas orgânicas com tamanho maior do que a porosidade média da membrana
Osmose inversa (OI)	$< 200\text{D}$	Íons, praticamente toda a matéria orgânica

Fonte: Schneider e Tsutiya (2001).

^a μm : micrômetro (10^{-6}m).

^b D: Dalton, medida de peso molecular e correspondente ao peso de um átomo de hidrogênio.

2.2 Fouling

Apesar das vantagens, a aplicação de filtração por membranas ainda possui alguns obstáculos, dentre os quais o maior é o fenômeno conhecido como *fouling*. Ele é causado por interações físicas e químicas entre os componentes da solução filtrada e entre estes componentes e a superfície da membrana [2].

A ocorrência de *fouling* deve ser evitada ou minimizada, uma vez que causa diminuição do fluxo permeado ao longo do tempo, em sistemas operados a pressão constante, e aumento da pressão ao longo do tempo, em sistemas operados a fluxo constante. Em consequência, tem-se perda de produtividade e altos custos de energia, além de frequentes pausas na operação para a realização de limpezas nas membranas [20, 21, 22].

Diversos fatores influenciam a taxa de *fouling* e podem ser modificados a fim de controlá-lo, tais como a natureza e a concentração dos solutos e solventes, o tipo de membrana, o tamanho e a distribuição dos poros, as características do material e da superfície das membranas e a hidrodinâmica do módulo [23]. A influência da hidrodinâmica, em particular, manifesta-se através da velocidade tangencial do fluxo de alimentação/concentrado, em membranas operadas com filtração tangencial. Nestas

membranas, conforme já mencionado, o *fouling* tende a ser menor do que em membranas operadas com filtração frontal, devido ao arraste das partículas da superfície da membrana pelo fluxo tangencial. Além disso, também observa-se que quanto maior a velocidade deste fluxo, maior o arraste de partículas e, conseqüentemente, menor a taxa de *fouling* [24].

Outra característica importante do *fouling* é que ele pode ser classificado como reversível ou irreversível, cuja distinção depende do contexto de operação e limpeza da membrana. O *fouling* reversível é aquele que pode ser removido através de certos métodos, como diminuição da pressão, retrolavagem ou limpeza química, enquanto o *fouling* irreversível permanece. Assim, a parte do *fouling* que persiste após uma retrolavagem é chamada de *fouling* irreversível hidraulicamente. De maneira semelhante, aquele restante após uma limpeza química é o *fouling* irreversível quimicamente [25, 26, 27].

2.3 Fluxo crítico e fluxo limite

Devido à ocorrência do *fouling* e suas conseqüências, inúmeros estudos vêm sendo realizados a fim de contribuir com a otimização da operação e controle do *fouling* de sistemas de membranas [28, 29, 30]. Destes estudos, resultaram dois importantes conceitos que se destacaram como indispensáveis para a identificação de condições ótimas de operação: o fluxo crítico e o fluxo limite.

O fluxo crítico é definido como o fluxo abaixo do qual ocorre uma taxa baixa e constante de *fouling*, mas acima do qual a taxa de *fouling* aumenta notavelmente [5, 6]. Em outras palavras, é o valor de fluxo que faz a delimitação entre uma região de baixa taxa de *fouling* e alta taxa de *fouling*. Os métodos mais comuns para a sua determinação são os métodos de degraus de pressão [7, 9, 31, 32, 33, 34] ou de degraus de fluxo [8, 10, 35, 36, 37, 38], mas também já foram feitas medições a partir de balanço de massa [39] e observação por microscópio [40].

Os métodos de degraus são mais utilizados pela sua simplicidade, por permitirem a análise da reversibilidade do *fouling* e por serem aplicáveis a todos os tipos de alimentação. Enquanto isso, o balanço de massa é aplicável apenas a soluções particuladas e deve ser usado em conjunto com outro método e a observação por microscópio só é adequada para membranas transparentes quando molhadas [41].

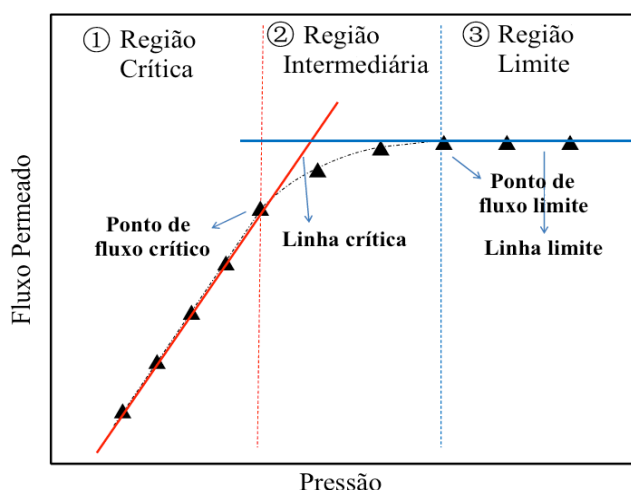
O método de degraus de pressão consiste em manter constante a pressão aplicada ao sistema, durante um certo intervalo de tempo, enquanto mede-se o fluxo permeado. Ao fim do tempo determinado, aumenta-se a pressão e repete-se o processo. No método de degraus de fluxo, o procedimento é semelhante, mantendo-se constante o fluxo e medindo-se a pressão.

O fluxo limite é definido como o valor de fluxo a partir do qual o fluxo permeado se torna independente da pressão, atingindo um platô máximo. Ou seja, um aumento na pressão causa pouco ou nenhum aumento no fluxo permeado [11, 12]. Isto ocorre porque o aumento do fluxo permeado provocado pelo aumento na pressão também causa uma maior concentração de material retido próximo à superfície da membrana, ou seja, maior *fouling*. Este aumento de *fouling* tende a provocar uma queda no fluxo permeado. Assim, a partir de um determinado valor de pressão, um aumento adicional de pressão provoca um aumento equivalente na resistência ao transporte do solvente através da membrana. Em consequência, o fluxo permeado permanece constante mesmo com um aumento na pressão [14].

A determinação do fluxo limite pode ser realizada a partir do método de degraus de pressão, observando-se no gráfico fluxo-pressão (Figura 3) o valor a partir do qual o fluxo tende a ficar constante e aproximadamente paralelo ao eixo da pressão [31, 42, 43]. Neste gráfico, também é possível observar o fluxo crítico, que é o ponto a partir do qual a curva começa a se desviar da linearidade [5].

Ainda de acordo com o gráfico, pode-se observar que a curva fluxo-pressão pode ser organizada em três regiões, que obedecem regras diferentes: região crítica, região intermediária e região limite. Na região crítica, o fluxo permeado segue a linha crítica, aumenta linearmente com a pressão e o fim da linha crítica é o ponto de fluxo crítico. Nesta região, uma taxa pequena e aproximadamente constante de *fouling* ocorre. Na região intermediária, a curva fluxo-pressão começa a se afastar da linha crítica, tornando-se não-linear, e a taxa de *fouling* aumenta e não é mais constante. Esta região termina no ponto de fluxo limite, dando início à região limite, onde um aumento na pressão não consegue aumentar o fluxo permeado, que fica estável [31].

Figura 3 – Curva fluxo-pressão e regiões de *fouling*.



Fonte: Zhang et al (2016).

Conhecendo-se os valores do fluxo crítico e do fluxo limite, é possível fazer a escolha do valor de fluxo a ser utilizado durante a operação, que não necessariamente será o fluxo crítico ou o fluxo limite exatos. Esta escolha não depende apenas da ocorrência ou não de *fouling*, mas também de fatores como o custo de energia, custo das membranas e regime de limpeza, devendo-se encontrar o valor de fluxo que proporcione um equilíbrio entre esses fatores [6].

3 MATERIAIS E MÉTODOS

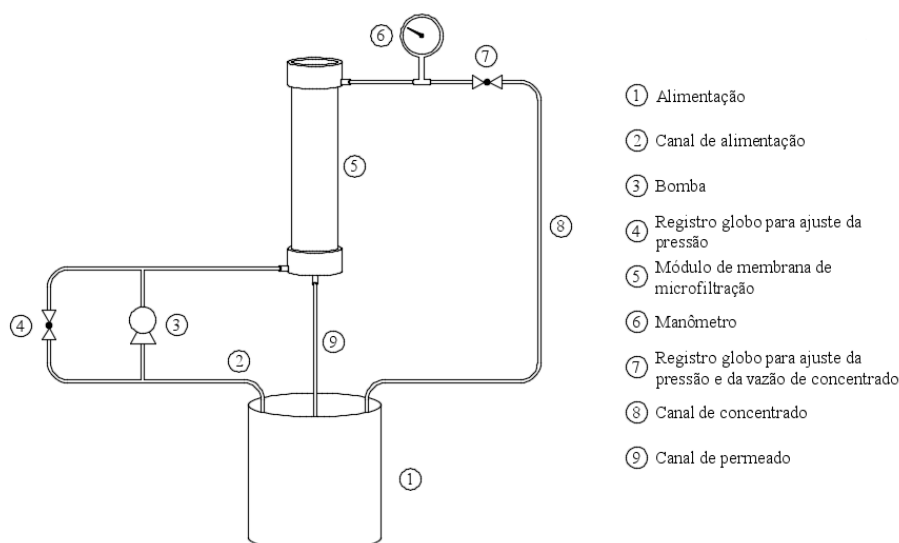
3.1 Sistema de membrana

Neste estudo, utilizou-se um equipamento de filtração por membranas (Pam Membranas Seletivas LTDA.), em escala de bancada, com um módulo de microfiltração do tipo fibra oca (Tabela 2), operado com recirculação total (Figura 4). O equipamento está localizado no laboratório da Estação Experimental de Tratamento de Esgoto da Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN), no Campus Central.

Tabela 2 – Características do módulo de membrana.

Tipo de membrana	Microfiltração
Densidade de empacotamento (m^2/m^3)	540
Diâmetro do módulo (mm)	25
Comprimento do módulo (cm)	27,8
Volume do módulo (cm^3)	136,46
Área de membrana (m^2)	0,0737

Figura 4 – Representação esquemática do sistema de membrana.



3.2 Alimentação do sistema

O sistema de membranas foi alimentado com o esgoto efluente da Estação Experimental de Tratamento de Esgoto, composta por decanto-digestor e filtro anaeróbio. Esta unidade experimental, por sua vez, é alimentada por um esgoto essencialmente doméstico proveniente das residências universitárias, do Departamento de Educação Física e do restaurante universitário do campus da UFRN.

3.3 Protocolo de limpeza

Realizou-se, antes de cada teste, a limpeza química do módulo de membrana, recirculando no sistema, durante uma hora, uma solução de hipoclorito de sódio a 1000ppm e em seguida permeando 4l de água destilada, de acordo com as recomendações do fabricante [44].

3.4 Testes de degraus de pressão

Foram realizados dez testes de degraus de pressão, que consistiam em aumentar a pressão aplicada ao sistema, partindo de 0,2bar até 1,4bar, em incrementos de 0,2bar e, então, diminuir a pressão até voltar a 0,2bar, com reduções de 0,2bar. Cada pressão foi mantida constante durante 10 minutos e o fluxo permeado foi medido no início e no fim de cada intervalo. A duração e a altura dos degraus de pressão foram escolhidas com base em estudos anteriores [7, 8, 31, 33, 34, 35], nos quais estes valores variaram entre 5min e 15min e 0,2bar a 0,5bar, respectivamente. A pressão máxima a ser atingida (1,4bar) durante o teste foi a maior pressão alcançada pelo equipamento sem causar instabilidade no sistema.

A pressão era medida através do manômetro do equipamento e o fluxo permeado era determinado medindo-se a vazão de permeado com o auxílio de uma proveta e um cronômetro e dividindo este resultado pela área de membrana (1). Eram realizadas três medições de vazão e o valor final do fluxo permeado era a média aritmética entre os valores de fluxo obtidos a partir de cada medição.

$$J = \frac{V}{At} \quad (1)$$

Onde J é o fluxo permeado, V e t são o volume e o tempo medidos, respectivamente, e A é a área de membrana.

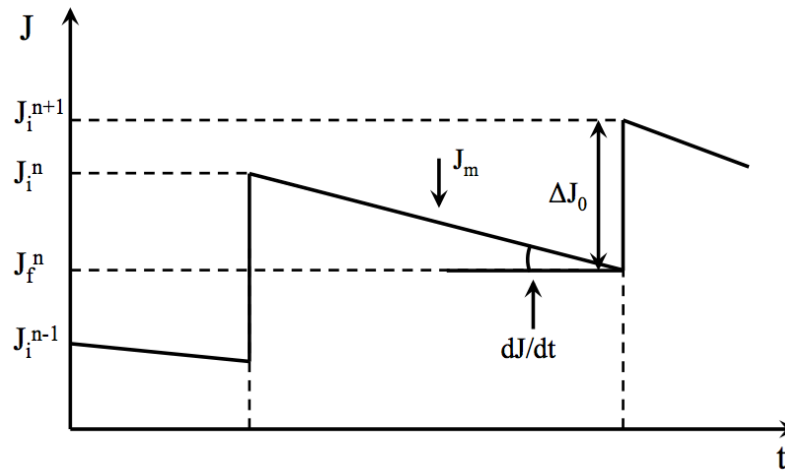
Os testes foram realizados com velocidade tangencial variável, pois o equipamento utilizado não permite estabelecer uma velocidade tangencial constante. Para tanto, seria necessário o ajuste contínuo do registro de concentrado, pois o fluxo de concentrado está diretamente relacionado à velocidade tangencial dentro do módulo. No entanto, tal ajuste

contínuo é, na prática, inviável e afeta a pressão aplicada ao sistema. Logo, o registro foi mantido semi-aberto, sempre na mesma posição, a fim de minimizar as interferências.

3.5 Parâmetros de *fouling*

Tem-se observado que a plotagem das curvas de fluxo e pressão ao longo do tempo, sozinha, não permite uma determinação objetiva do fluxo crítico [41]. Para evitar determinações subjetivas e arbitrárias, alguns estudos têm utilizado determinados parâmetros relacionados ao *fouling* [8, 9, 33, 34, 35, 45]. Portanto, neste estudo, determinou-se três parâmetros para cada degrau: o fluxo médio no degrau (J_m), que é a média entre os valores de fluxo no início e no final do degrau; a taxa de declínio do fluxo no degrau (dJ/dt), ou taxa de *fouling*, que é a inclinação da reta formada pelo fluxo ao longo de um degrau; e o aumento inicial de fluxo (ΔJ_0), que representa quanto o fluxo aumentou entre o fim de um degrau e o início do próximo. Estes parâmetros foram calculados a partir do fluxo permeado inicial (J_i) e final (J_f) de cada degrau (Equações (2), (3) e (4) e estão representados graficamente na Figura 5, que é um detalhe do gráfico dos degraus de pressão, no qual representou-se apenas o comportamento esperado do fluxo.

Figura 5 – Representação esquemática dos parâmetros de *fouling*.



Fonte: Adaptado de Le Clech et al (2003).

$$J_m = \frac{J_f^n + J_i^n}{2} \quad (2)$$

$$\frac{dJ}{dt} = \frac{J_i^n - J_f^n}{t_f^n - t_i^n} \quad (3)$$

$$\Delta J_0 = J_i^n - J_f^{n-1} \quad (4)$$

O principal propósito dos parâmetros ΔJ_0 e dJ/dt é auxiliar na identificação do fluxo crítico, portanto foram calculados apenas para a etapa de aumento da pressão, pois é nela que

é possível a identificação. O J_m , por sua vez, é utilizado para a determinação do fluxo limite e para avaliar a reversibilidade do *fouling*, sendo então calculado para as etapas de aumento e de redução da pressão.

3.6 Análise estatística dos dados

Para a representação dos resultados de fluxo médio, taxa de *fouling* e aumento inicial de fluxo foram utilizados os valores médios e desvios padrão dos resultados dos dez testes realizados.

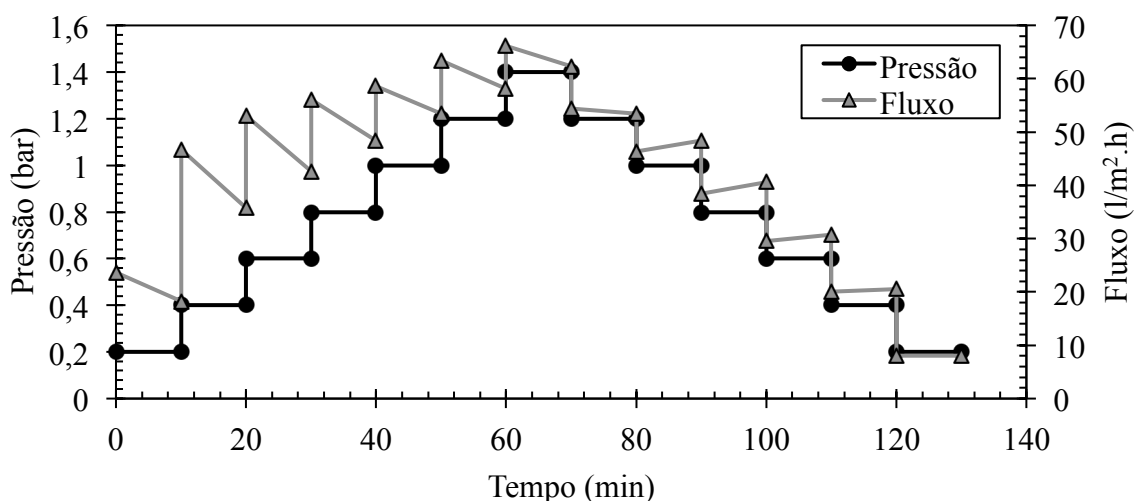
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Perfil de fluxo e pressão

O resultado dos testes de degraus de pressão é mostrado na Figura 6, onde é possível observar a variação da pressão e do fluxo permeado ao longo do tempo. Na fase ascendente, para cada degrau de pressão houve diminuição do fluxo com o tempo, indicando a ocorrência de *fouling* desde o primeiro degrau de pressão. Essa diminuição, no entanto, foi menos acentuada com o aumento da pressão, o que indica que a taxa de *fouling* diminuiu. Já na fase descendente, o fluxo aumentou com o tempo em cada degrau, indicando a recuperação do fluxo com a diminuição da pressão. Além disso, entre um degrau e o próximo houve acréscimo de fluxo com o aumento da pressão e decréscimo de fluxo com a diminuição da pressão.

Como esperado, não é possível fazer uma determinação objetiva do fluxo crítico a partir deste gráfico. É possível observar, no entanto, uma assimetria no perfil de fluxo entre as fases ascendente e descendente, com valores de fluxo menores na fase descendente, indicando a ocorrência de *fouling* irreversível com a recuperação da pressão.

Figura 6 – Fluxo permeado e pressão em função do tempo (valores médios).

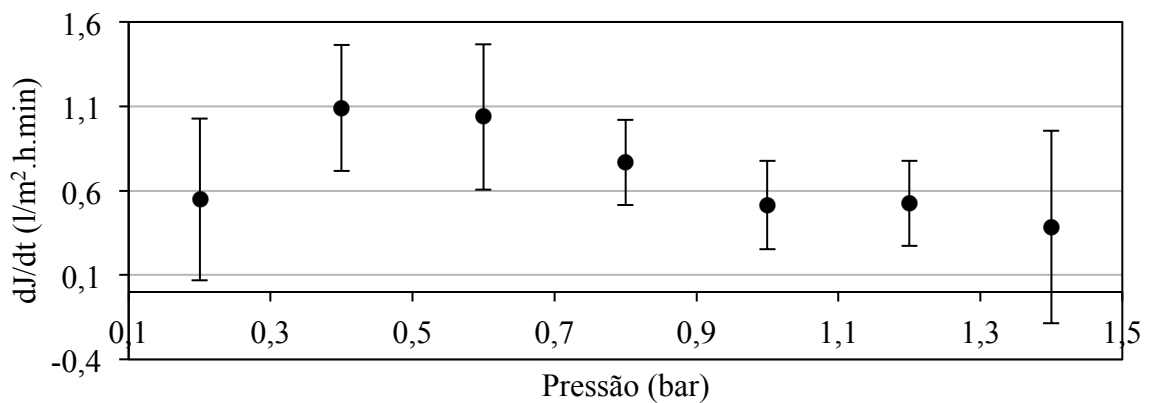


4.2 Taxa de declínio do fluxo (dJ/dt)

A taxa de declínio do fluxo (dJ/dt) diminuiu com o aumento da pressão, ou seja, a taxa de *fouling* diminuiu (Figura 7). No entanto, era esperado que o aumento da pressão levasse a um aumento da taxa de *fouling*, que deveria ser inicialmente lento até que, atingido o fluxo crítico, se tornaria rápido, uma vez que o fluxo crítico faz a delimitação entre baixas e altas taxas de *fouling*.

Este comportamento provavelmente foi causado pela impossibilidade de manter constante a velocidade tangencial, que aumentou com o aumento da pressão. O aumento da velocidade tangencial promoveu, então, um maior arraste das partículas, fazendo com que a taxa de *fouling* diminuísse ao invés de aumentar e tornando impossível a identificação do fluxo crítico a partir de dJ/dt .

Figura 7 – Taxa de declínio do fluxo (dJ/dt) em função da pressão (valores médios e desvios padrão).



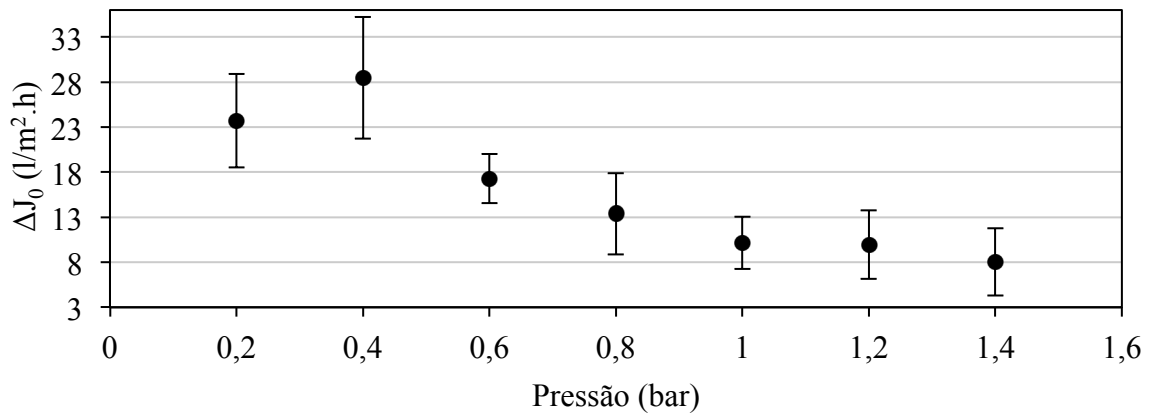
4.3 Aumento inicial de fluxo (ΔJ_0)

O aumento inicial de fluxo (ΔJ_0) diminuiu com o aumento da pressão, ou seja, o fluxo aumentou cada vez menos, o que já era esperado devido ao aumento da camada de *fouling* na membrana (Figura 8). Também era esperado que ΔJ_0 diminuísse lentamente até que, atingido o fluxo crítico, diminuiria rapidamente, pois, de acordo com o conceito de fluxo crítico, a taxa de *fouling* é baixa para fluxos abaixo do fluxo crítico e alta para fluxos acima dele. No entanto, o comportamento observado foi outro: a princípio, ΔJ_0 diminuiu rapidamente e então, começou a estabilizar.

Assim como o que ocorreu com a taxa de *fouling* (dJ/dt), o aumento inicial de fluxo (ΔJ_0) foi afetado pelo aumento da velocidade tangencial provocado pelo aumento da pressão. As taxas de *fouling* inicialmente maiores provocaram uma queda maior de ΔJ_0 no começo do teste e então, à medida que dJ/dt diminuiu devido ao aumento da velocidade tangencial, a

diminuição de ΔJ_0 também foi menor. Logo, também não foi possível identificar o fluxo crítico a partir de ΔJ_0 .

Figura 8 – Aumento inicial de fluxo (ΔJ_0) em função da pressão (valores médios e desvios padrão).



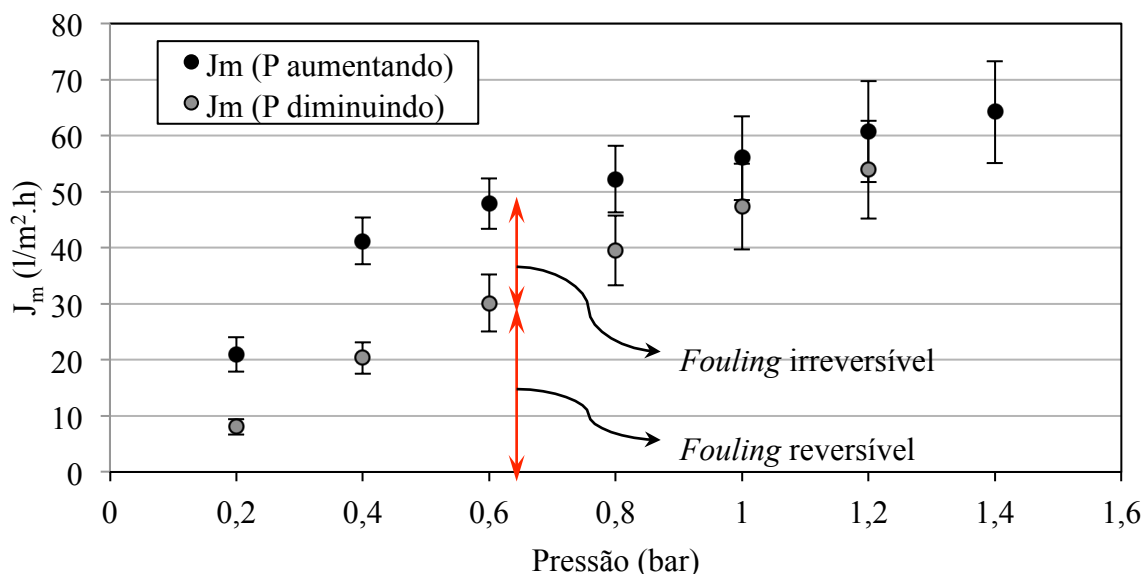
4.4 Fluxo médio (J_m)

O fluxo médio no degrau (J_m) aumentou com o aumento da pressão e diminuiu com seu declínio (Figura 9), como esperado. Além disso, os valores de J_m para a fase descendente resultaram sempre menores, para uma mesma pressão, do que na fase ascendente, concordando com o que foi observado a partir da assimetria do perfil de fluxo.

Esta diferença entre os valores de fluxo em cada fase é causada pela formação de uma camada de *fouling* irreversível, que não permite que o fluxo volte ao mesmo valor apesar da pressão voltar. A parcela de fluxo que consegue ser recuperada equivale ao *fouling* reversível e a parcela que não consegue, ao *fouling* irreversível, como indicado na Figura 9. Observa-se também que a diferença entre os valores correspondentes de fluxo para cada pressão aumentou com o declínio da pressão, indicando que a camada de *fouling* irreversível com a recuperação da pressão aumentou no decorrer do experimento. Isso ocorreu porque quanto maior é o tempo de experimento, maior a quantidade de material depositado na membrana, sendo o *fouling* irreversível mais expressivo no final da etapa descendente.

Apesar de ter aumentado com o aumento da pressão, J_m não atingiu um patamar de estabilização, que seria o indicativo do fluxo limite. Este comportamento também é atribuído ao aumento da velocidade tangencial, que diminuiu as taxas de *fouling*, dificultando a estabilização do fluxo. Logo, não foi possível a determinação do fluxo limite.

Figura 9 – Fluxo médio (J_m) em função da pressão (valores médios e desvios padrão).



5 CONCLUSÕES

- Confirmou-se que não é possível determinar o fluxo crítico e o fluxo limite quando a velocidade tangencial do sistema não é constante.

6 REFERÊNCIAS

- [1] TAHERAN, M. et al. **Membrane processes for removal of pharmaceutically active compounds (PhACs) from water and wastewaters**. Science of The Total Environment, v. 547, p. 60-77, 2016.
- [2] GUO, W.; NGO, H.; LI, J. **A mini-review on membrane fouling**. Bioresource Technology, v. 122, p. 27-34, 2012.
- [3] ZHANG, T. C. et al. **Membrane Technology and Environmental Applications**. 1ª ed. Virgínia: American Society of Civil Engineers, 2012.
- [4] ZHANG, W. et al. **Studies of membrane fouling mechanisms involved in the micellar-enhanced ultrafiltration using blocking models**. RSC Advances, v. 60, p. 84-91, 2015.
- [5] FIELD, R. W. et al. **Critical flux concept for microfiltration fouling**. Journal of Membrane Science, v. 100, p. 259-272, 1995.
- [6] FIELD, R. W.; PEARCE, G. K. **Critical, sustainable and threshold fluxes for membrane filtration with water industry applications**. Advances in Colloid and Interface Science, v. 164, p. 38-44, 2011.
- [7] LUO, J. et al. **Threshold flux for shear-enhanced nanofiltration: experimental observation in dairy wastewater treatment**. Journal of Membrane Science, v. 409, p. 276-284, 2012.

- [8] WANG, Z. et al. **Use of threshold flux concept to aid selection of sustainable operating flux: a multi-scale study from laboratory to full scale.** Separation and Purification Technology, v. 123, p. 69-78, 2014.
- [9] OCHANDO-PULIDO, J. M.; HODAIFA, G.; MARTINEZ-FEREZ, A. **Threshold flux measurement of an ultrafiltration membrane module in the treatment of two-phase olive mill wastewater.** Chemical Engineering Research and Design, v. 92, p. 769-777, 2014.
- [10] KASEMSET, S. et al. **Effect of polydopamine deposition conditions on polysulfone ultrafiltration membrane properties and threshold flux during oil/water emulsion filtration.** Polymer, v. 97, p. 247-257, 2016.
- [11] MICHAELS, A. S. **New separation technique for CPI.** Chemical Engineering Progress, v. 64, p.31, 1968.
- [12] PORTER, M. C. **Concentration polarization with membrane ultrafiltration.** Industrial & Engineering Chemistry Product Research and Development, v. 11, p. 234-248, 1972.
- [13] SCHNEIDER, R. P.; TSUTIYA, M. T. **Membranas filtrantes para o tratamento de água, esgoto e água de reúso.** 1ª ed. São Paulo: Associação Brasileira de Engenharia Sanitária, 2001.
- [14] HABERT, A. C.; BORGES, C. P.; NÓBREGA, R. **Processos de separação com membranas.** 3ª ed. Rio de Janeiro: Escola piloto em engenharia química, COPPE, UFRJ, 2006.
- [15] BOWEN, W. R.; CALVO, J. I.; HERNÁNDEZ, A. **Steps of membrane blocking in flux decline during protein microfiltration.** Journal of Membrane Science, v. 101, . 153-165, 1995.
- [16] YE, Y. et al. **Evolution of fouling during crossflow filtration of model EPS solutions.** Journal of Membrane Science, v. 264, p. 190-199, 2005.
- [17] NORMAN, N. L. et al. **Advanced Membrane Technology and Applications.** 1ª ed. New Jersey: John Wiley & Sons, 2008.
- [18] AMERICAN WATER WORKS ASSOCIATION. **Microfiltration and Ultrafiltration Membranes for Drinking Water.** 1ª ed. Colorado, 2005.
- [19] BAKER, R. W. **Membrane Technology and Applications.** 2ª ed. Califórnia: John Wiley & Sons, 2004.
- [20] MARSHALL, A. D.; MUNRO, P. A.; TRAGARDH, G. **The effect of protein fouling in microfiltration and ultrafiltration on permeate flux, protein retention and selectivity: a literature review.** Desalination, v. 91, p. 65-108, 1993.

- [21] D'SOUZA, N.M. **Membrane cleaning in the dairy industry: a review**. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, v. 45, n. 2, p. 125-134, 2005.
- [22] SONG, L. **Flux decline in crossflow microfiltration and ultrafiltration: mechanisms and modeling of membrane fouling**. Journal of Membrane Science, v. 139, p. 183-200, 1998.
- [23] FIELD, R. Fundamentals of fouling. In: PEINEMANN, K. V.; NUNES, S. P. **Membranes for Water Treatment: Volume 4**. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2010. p. 1-22.
- [24] CHOI, H. et al. **Influence of cross-flow velocity on membrane performance during filtration of biological suspension**. Journal of Membrane Science, v. 248, p. 189-199, 2005.
- [25] SHI, X. et al. **Fouling and cleaning of ultrafiltration membranes: a review**. Journal of Water Process Engineering, v.1, p. 121-138, 2014.
- [26] DEFRANCE, L.; JAFFRIN, M. Y. **Reversibility of fouling formed in activated sludge filtration**. Journal of Membrane Science, v. 157, p. 73-84, 1999.
- [27] KIMURA, K. et al. **Irreversible membrane fouling during ultrafiltration of surface water**. Water Research, v. 38, p. 3431-3441, 2004.
- [28] LIANG, S. et al. **Determination of fouling-related critical flux in self-forming dynamic membrane bioreactors: interference of membrane compressibility**. Journal of Membrane Science, v. 390, p. 113-120, 2012.
- [29] TAN, J.-M.; QIU, G.; TING, Y.-P. **Osmotic membrane bioreactor for municipal wastewater treatment and the effects of silver nanoparticles on system performance**. Journal of Cleaner Production, v. 88, p. 146-151, 2015.
- [30] VAN DER MAREL, P. et al. **An improved flux-step method to determine the critical flux and the critical flux for irreversibility in a membrane bioreactor**. Journal of Membrane Science, v. 332, p. 24-29, 2009.
- [31] ZHANG, W. et al. **Threshold flux and limiting flux for micellar enhanced ultrafiltration as affected by feed water: experimental and modeling studies**. Journal of Cleaner Production, v. 112, p. 1241-1251, 2016.
- [32] OCHANDO-PULIDO, J. M. et al. **Fouling control by threshold flux measurements in the treatment of different olive mill wastewater streams by membranes-in-series process**. Desalination, v. 343, p. 162-168, 2014.
- [33] STOLLER, M.; BRAVI, M.; CHIANESE, A. **Threshold flux measurements of a nanofiltration membrane module by critical flux data conversion**. Desalination, v. 315, p. 142-148, 2013.
- [34] ESPINASSE, B.; BACCHIN, P.; AIMAR, P. **On an experimental method to measure critical flux in ultrafiltration**. Desalination, v. 146, p. 91-96, 2002.

- [35] LE CLECH, P. et al. **Critical flux determination by the flux-step method in a submerged membrane bioreactor.** Journal of Membrane Science, v. 227, p. 81-93, 2003.
- [36] HOWELL, J. A.; CHUA, H. C.; ARNOT, T. C. **In situ manipulation of critical flux in a submerged membrane bioreactor using variable aeration rates, and effects of membrane history.** Journal of Membrane Science, v. 242, p. 13-19, 2004.
- [37] WU, Z. et al. **Effects of various factors on critical flux in submerged membrane bioreactors for municipal wastewater treatment.** Separation and Purification Technology, v. 62, p. 56-63, 2008.
- [38] CHO, D.; FANE, G. **Fouling transients in nominally sub-critical flux operation of a membrane bioreactor.** Journal of Membrane Science, v. 209, p. 391-403, 2002.
- [39] ZHANG, P.; LAW, K.; FANE, G. **Determination of critical flux by mass balance technique combined with direct observation image analysis.** Journal of Membrane Science, v. 365, p. 106-113, 2010.
- [40] WANG, Y. et al. **Direct microscopic observation of forward osmosis membrane fouling.** Environmental Science & Technology, v. 44, p. 7102-7109, 2010.
- [41] BACCHIN, P.; AIMAR, P.; FIELD, R. W. **Critical and sustainable fluxes: Theory, experiments and applications.** Journal of Membrane Science, v. 281, p. 42-69, 2006.
- [42] ASTUDILLO-CASTRO, C. L. **Limiting flux and critical transmembrane pressure determination using an exponential model: the effect of concentration factor, temperature, and cross-flow velocity during casein micelle concentration by microfiltration.** Industrial & Engineering Chemical Research, v. 54, p. 414-425, 2015.
- [43] TANG, C. Y.; KWON, Y.-N.; LECKIE, J. O. **The role of foulant-foulant electrostatic interaction on limiting flux for RO and NF membranes during humic acid fouling – theoretical basis, experimental evidence, and AFM interaction force measurement.** Journal of Membrane Science, v. 326, p. 526-532, 2009.
- [44] PAM MEMBRANAS SELETIVAS LTDA. **Manual de Instalação, Operação e Manutenção.** Rio de Janeiro: 2012.
- [45] MILLER, D. J. et al. **Comparison of membrane fouling at constant flux and constant transmembrane pressure conditions.** Journal of Membrane Science, v. 454, p. 505-515, 2014.