

ISSN 2175-8395

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

**REDE DE NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO**

**ANAIS DO VI WORKSHOP – 2012**

Maria Alice Martins  
Morsyleide de Freitas Rosa  
Men de Sá Moreira de Souza Filho  
Nicodemos Moreira dos Santos Junior  
Odílio Benedito Garrido de Assis  
Caue Ribeiro  
Luiz Henrique Capparelli Mattoso

**Editores**

Fortaleza, CE  
2012

## Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:

### **Embrapa Instrumentação**

Rua XV de Novembro, 1452,  
CEP 13560-970 – São Carlos, SP  
Fone: (16) 2107-2800  
Fax: (16) 2107-2902  
<http://www.cnpdia.embrapa.br>  
E-mail: [sac@cnpdia.embrapa.br](mailto:sac@cnpdia.embrapa.br)

### **Embrapa Agroindústria Tropical**

Rua Dra. Sara Mesquita, 2270,  
CEP 60511-110 – Fortaleza, CE  
Fone: (85) 3391-7100  
Fax: (85) 3391-7109  
<http://www.cnpat.embrapa.br>  
E-mail: [sac@cnpat.embrapa.br](mailto:sac@cnpat.embrapa.br)

### **Comitê de Publicações da Embrapa Instrumentação**

Presidente: João de Mendonça Naime  
Membros: Débora Marcondes Bastos Pereira Milori, Washington Luiz de Barros Melo, Sandra Protter Gouvêa, Valéria de Fátima Cardoso.  
Membro suplente: Paulo Sérgio de Paula Herrmann Júnior

### **Comitê de Publicações da Embrapa Agroindústria Tropical**

Presidente: Antonio Teixeira Cavalcanti Júnior  
Secretário-Executivo: Marcos Antonio Nakayama  
Membros: Diva Correia, Marlon Vagner Valentim Martins, Arthur Cláudio Rodrigues de Souza, Ana Cristina Portugal Pinto de Carvalho, Adriano Lincoln Albuquerque Mattos e Carlos Farley Herbster Moura

Supervisor editorial: Dr. Victor Bertucci Neto

Capa: Mônica Ferreira Laurito, Pedro Hernandes Campaner

Imagens da capa:

Imagem de MEV-FEG de Titanato de potássio – Henrique Aparecido de Jesus Loures Mourão, Viviane Soares

Imagem de MEV de Eletrodeposição de cobre – Luiza Maria da Silva Nunes, Viviane Soares

Imagem de MEV de Colmo do sorgo – Fabrício Heitor Martelli, Bianca Lovezutti Gomes, Viviane Soares

Imagem de MEV-FEG de HPMC com nanopartícula de quitosana – Marcos Vinicius Lorevice, Márcia Regina de Moura Aouada, Viviane Soares

Imagem de MEV-FEG de Vanadato de sódio – Waldir Avansi Junior

Imagem de MEV de Fibra de pupunha – Maria Alice Martins, Viviane Soares

1ª edição

1ª impressão (2012): tiragem 300

#### **Todos os direitos reservados.**

A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte, constitui violação dos direitos autorais (Lei nº. 9.610).

#### **CIP-Brasil. Catalogação na publicação.**

**Embrapa Instrumentação**

---

Anais do VI Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao agronegócio 2012 – São Carlos: Embrapa Instrumentação; Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2012.

Irregular

ISSN: 2175-8395

1. Nanotecnologia – Evento. I. Martins, Maria Alice. II. Rosa. Morsyleide de Freitas. III. Souza Filho, Men de Sá Moreira de. IV. Santos Junior, Nicodemos Moreira dos. V. Assis, Odílio Benedito Garrido de. VI. Ribeiro, Caue. VII. Mattoso, Luiz Henrique Capparelli. VIII. Embrapa Instrumentação. IX. Embrapa Agroindústria Tropical.



---

# APLICAÇÃO DE MEMBRANAS DE ALUMINA ANÓDICA POROSA COMO FILTROS FÍSICOS PARA MICROORGANISMOS

---

Lázaro J. Dalla Costa Jr<sup>1</sup>, Alessandro M. Zimer<sup>1</sup>, Maria Manuela P. Machado<sup>1</sup>, Cíntia Fumi Yamamoto<sup>2</sup>, Cauê Ribeiro de Oliveira<sup>2</sup> e Ernesto C. Pereira<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratório Interdisciplinar de Eletroquímica e Cerâmica –LIEC – Departamento de Química da Universidade Federal de São Carlos – UFSCar - São Carlos - SP - Brasil.

<sup>2</sup>Embrapa Instrumentação Agropecuária – CNPDIA - São Carlos - SP - Brasil.  
ernesto@ufscar.br

**Projeto Componente:** PC5

**Plano de Ação:** 4

---

## Resumo

Este trabalho apresenta o desenvolvimento de membranas de alumina anódica porosa (AAP), para ultrafiltração a partir de alumínio de baixo custo. As membranas foram obtidas eletroquimicamente a partir de folhas de alumínio comercial e caracterizadas por MEV. Partindo de sua morfologia, poros de aproximadamente 157 nm e espessura média de 16  $\mu\text{m}$ , medimos sua capacidade de filtração, e observamos um fluxo médio de 0,84 L.h<sup>-1</sup>. Por fim, a membrana foi submetida a um teste de filtração e mostrou-se totalmente eficaz na sanitização de água contaminada por patógenos como a *E. coli*.

**Palavras-chave:** Alumina anódica porosa, membranas, ultrafiltração, anodização galvanostática.

## Publicações relacionadas

XX Congresso da Sociedade Ibero-Americana de Eletroquímica Sibae 2012

---

---

## Introdução

A presença de diferentes contaminantes na água que poderia ser utilizada para consumo humano e animal em ambientes com pequena ou nenhuma infraestrutura de saneamento implica em problemas relacionados à saúde pública [1]. Sistemas de filtração atuais apresentam eficiência na eliminação de material particulado com tamanho maior ou igual a 1  $\mu\text{m}$ . Assim, não são efetivos para retenção de agentes patogênicos, cujo tamanho é inferior a 0,2

$\mu\text{m}$ . Um material que apresenta características viáveis para aplicação em sistemas de ultrafiltração é o óxido de alumina anódica porosa - AAP (Anodic Alumina Oxide - AAO), o qual possui nanoestrutura porosa altamente ordenada formada pela oxidação eletroquímica de alumínio em uma solução ácida adequada [2,3]. O presente trabalho foca o desenvolvimento de membranas porosas de AAP para ultrafiltração d'água, dando-se a devida importância a fatores como seu custo de instalação, manutenção, e facilidade de operação, viabilizando assim a

utilização desse método pela população carente. A vazão de água e a eficácia da barragem de agentes patogênicos, como a *E. coli* [4], foram estudadas.

### Materiais e métodos

As membranas de AAP foram preparadas galvanostaticamente. Um planejamento fatorial  $2^3$  foi realizado para a otimização dos parâmetros do sistema e envolveu três fatores em dois níveis cada: densidade de corrente (0,5 e 0,8 A.cm<sup>-2</sup>), tipo de eletrólito (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> e H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) e concentração do ácido (0,1 e 0,3 mol.L<sup>-1</sup>). Com base nas micrografias de FEG, nos testes de vazão, em N<sub>2</sub> e água, e na resistência mecânica das membranas, a melhor condição foi escolhida para o ensaio microbiológico. A célula eletroquímica usada nas anodizações foi um célula de Teflon® com capacidade de 150 mL, com camisa para termostatar a solução em 20°C e controle de temperatura adicional da amostra de Al em 12°C por meio de uma placa Peltier® e cooler de resfriamento. O Al metálico utilizado na fabricação das membranas é um alumínio comum do tipo: folhas de papel alumínio (φ 12 μm), folhas empregadas na confecção de latas de Al (φ 90 μm), folhas usadas na confecção de protetores de fogão (marca Pratsy, φ 25 μm) e folhas usadas em confecção de embalagens para proteção térmica de alimentos (φ 46 μm). Áreas circulares de 2,8 cm<sup>2</sup> foram anodizadas em duas etapas em apenas um lado das amostras.

O fluxo de nitrogênio foi determinado por meio de um fluxômetro de fabricação própria. O equipamento é composto por: um cilindro de gás nitrogênio comprimido com pressão regulada por uma válvula, uma câmara atmosférica, uma câmara de nitrogênio, um suporte para posicionar a membrana, um medidor de pressão eletrônico e um bolhometro. Foram coletados 24 pontos de pressão, e com as devidas transformações, de vazão para cada membrana. A partir desses dados de vazão de nitrogênio, foi esboçado um gráfico do termo independente da equação de Forchheimer [7] para vazão de fluidos em função da velocidade de escoamento. E por fim, a vazão teórica de água na membrana é calculada pelo ajuste da equação de Forchheimer de fluidos compressíveis para a equação de fluidos não-compressíveis.

As membranas de AAP foram caracterizadas por MEV-FEG (marca. Zeiss) quanto ao tamanho dos poros e espessura da camada anodizada.

Um sistema para a filtração de água foi construído para testar a eficácia da barragem de agentes patogênicos pela membrana. Uma quantidade

controlada da bactéria *Escherichia coli* (ATCC 25.922) foi obtida no meio Luria-Bertani (LB). Tubos de ensaio foram inoculados com *E. coli* e incubados sob agitação por 6 h a 37 °C [5]. A densidade óptica do inóculo foi medida em 625 nm em um espectrofotômetro UV-Vis (marca Shimadzu, UV-1600 com software UVProbe 2.31). A quantidade de bactérias presentes no meio de cultura líquido foi determinada pela comparação com uma solução padrão de turbidez McFarland 0,5 [6] (0,5 mL de solução de BaCl<sub>2</sub> 0,045 mol L<sup>-1</sup> e 99,5 mL de solução H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,18 mol.L<sup>-1</sup>).

A água contaminada foi preparada adicionando-se uma quantidade calculada do inóculo em 900 mL de água destilada e esterilizada para uma concentração final de bactérias da ordem de 10<sup>5</sup> UFC L<sup>-1</sup>. A água contaminada foi então filtrada utilizando o sistema de filtração. Após a filtragem, uma fração de 1 mL foi retirada da água contaminada e da água filtrada para serem feitas diluições em solução salina nas concentrações de 10<sup>-1</sup>, 10<sup>-2</sup> e 10<sup>-3</sup>. O meio de cultura armazenado anteriormente, sem adição de bactérias, foi utilizado para o crescimento das colônias de bactérias em Placas de Petri, adicionando-se Agar bacteriológico na proporção de 1,5. De cada diluição, foram inoculados 100 μL nas placas, as quais foram incubadas a 37 °C por 24 h. Após este período, procedeu-se a contagem das placas, utilizando-se a diluição que produziu crescimento bacteriano entre 30 e 300 UFC por placa [5].

### Resultados e discussão

A melhor folha de alumínio dentre as testadas foi a usada na confecção de protetores de fogão. A Figura 1 apresenta micrografias obtidas por um MEV da face anodizada da membrana (a) com poros de 157,42 nm, da seção transversal (b) com aproximadamente 8 μm de espessura e da face não anodizada da mesma (c) após a decapagem do alumínio restante do substrato e abertura dos poros.

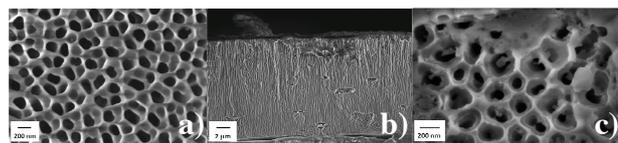
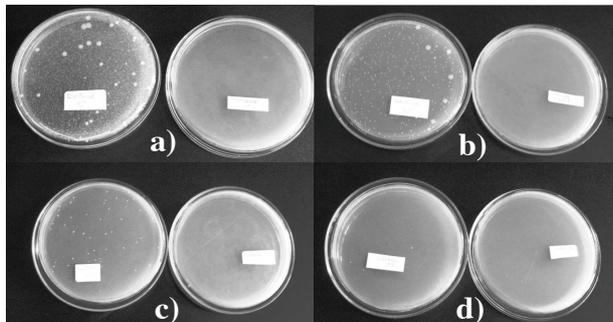


Fig. 1: micrografias da face anodizada (a), da seção transversal (b) e da face decapada da membrana (c).

A Figura 2 apresenta o ensaio biológico nas diluições de: 10<sup>0</sup> (a), 10<sup>-1</sup> (b), 10<sup>-2</sup> (c) e 10<sup>-3</sup> (d) para água contaminada (à esquerda) e para a água filtrada (à direita). Como pode ser observado, a membrana de AAP se mostrou completamente eficiente na

barragem de *E. coli*. A contagem de colônias formadas foi realizada na placa contendo a água contaminada com a diluição de  $10^{-2}$ , apresentando uma ordem de  $10^4$  UFC.mL<sup>-1</sup> de concentração de bactérias presentes na água contaminada antes da filtração. Enquanto que as placas contendo a água filtrada não apresentaram formação de colônias de bactérias desde a condição sem diluição.

7. C. Ribeiro “Efeito da Temperatura e de Aditivos de Secagem na Permeabilidade de Concretos Refratários” Universidade Federal de São Carlos (2002).



**Fig. 2:** Colônias de bactérias *E. coli* inoculadas a partir da água contaminada (à esquerda das fotos), e da água filtrada (à direita). As placas apresentam as diluições de:  $10^0$  (a),  $10^{-1}$  (b),  $10^{-2}$  (c) e  $10^{-3}$  (d).

---

## Conclusões

---

Membranas inorgânicas de AAP foram obtidas com sucesso, em alumínio de baixo custo, com porosidade satisfatória (< 200 nm) para a aplicação em sistemas de ultrafiltração d'água para consumo humano. O sistema apresentado aqui pode ainda ser reconfigurado para membranas virais, ou seja, com poros ainda menores (< 30 nm). Neste caso, o fluxo e a resistência mecânica devem ainda ser incrementados para este uso.

---

## Agradecimentos

---

CNPQ, CAPES, FINEP e EMBRAPA.

---

## Referências

---

1. C. LOPES; A. CARRIJO; N. MAKASHIMA *Contaminação com patógenos em sistemas hidropônicos: como aparecem e como evitar*. Embrapa Hortaliças, Comunicado Técnico 31, 2005.
2. H. Masuda; T. Mizuno; N. Baba; T. Ohmori; *E. Anal. Chem.* 1994, 368, 333. Teses: F. H. Dutra, DSc. Theses, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1995.
3. H. Masuda; H. Yamada; M. Satoh *A. Phys. Lett.* 1997, 71, 2770.
4. “*Water for Life: Making it Happen.*” World Health Organization (WHO), p. 4, 2005.
5. J. Bresolin, S. Hunbinger, POP 31050101, 2011.
6. Normas Aprovadas, “*Metodologia dos Testes de Sensibilidade a Agentes Antimicrobianos por Diluição para Bactéria de Crescimento Aeróbico*” 6ª Ed. 2003; Vol. 23, M7-A6.