

“PROCESSO DE OBTENÇÃO DE MEMBRANAS DE QUITOSANA COM TAMANHOS DE POROS CONTROLADOS”.

A presente patente de invenção trata de um  
5 processo de obtenção de membranas de quitosana com tamanho de poros controlável para uso em processos de separação, filtração, ultrafiltração, cromatografia e como biomaterial.

Já é de conhecimento, a partir do estado da técnica, que é possível a obtenção de membranas porosas de quitosana, de  
10 espessura sub-milimétricas, aumentando a área disponível para os processos que exigem o contato quitosana (polímero) e fluido (solução).

Os processos atuais de fabricação de membranas mais conhecidos são: 1) para membranas densas: secagem de solução, para o caso de polímeros solubilizáveis ou extrusão em forma de  
15 filme para polímeros termoplásticos; 2) para membranas porosas, a coagulação com um não-solvente, ou formação do filme incorporando-se partículas que são posteriormente extraídas por solubilização sem afetar a matriz polimérica.

A preparação de membranas porosas de  
20 quitosana é relatada por Chandrkrachang e Wanichpongpan, “preparation and characterization of controlling pore size chitosan membranes”, *Advances in Chitin Science*, 2000 (4), p.349-354, utilizando-se glutamato monossódico como formador de poros. Membranas macroporosas de quitina e quitosana com porosidades controladas e boas propriedades  
25 mecânicas foram desenvolvidas pelos pesquisadores Zeng e Ruckenstein, “Control of pore sizes in macroporous chitosan and chitin membranes”, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 1996 (35), p. 4169-4175, utilizando-se sílica-gel como agente formador de poros.

Outros autores citam a possibilidade de  
30 formação de membranas de quitosana através de processos de coagulação,

mas a preparação de membranas como controle de tamanho de poros é pouco explorado.

5 Desta forma, os processos atualmente existentes para a preparação de membranas de quitosana, ou necessitam utilizar um terceiro componente como formador de poros, inserindo-se uma posterior etapa de a extração desse componente, que pode ser demorada para; ou apresenta processos mais rápidos, porém sem mencionar quais os fatores para controle dos poros formados.

10 Tendo em vista esses problemas e no propósito de superá-los foi proposto um novo processo de obtenção de membranas de quitosana com porosidade controlada, objeto da presente patente, a qual consiste em obter membranas sem a utilização de componentes para formação dos poros, não requerendo a posterior extração deste componente.

15 O processo objeto da presente invenção consiste, portanto, nas seguintes etapas básicas.

- a) solubilização da quitosana (independe da massa molecular da quitosana) em solução aquosa de ácido acético;
- b) filtração desta solução;
- 20 c) espalhamento desta solução em placas de vidro;
- d) secagem desta solução espalhada em vidro em estufas a temperaturas inferiores a 80°C;
- g) imersão das placas inteira ou parcialmente secas em solução de NaOH até que a membrana se desprenda da placa de vidro sobre o qual se
- 25 encontra.

A secagem parcial da solução de quitosana sobre o vidro provoca o seu adensamento sem transtornos usuais que teríamos quando se solubiliza quitosana em concentrações maiores que 2,5% (massa/massa) em solução acética, tais como a dificuldade de

30 filtração da solução e exclusão de bolhas devido à alta viscosidade do

material.

Para se variar o tamanho de poros a ser obtido na membrana de quitosana, varia-se o grau de secagem da solução de quitosana e/ou a concentração da solução coagulante de NaOH.

5 No caso específico de quando se seca completamente a solução, obtém-se uma membrana densa, sem poros.

As membranas densas de quitosana são transparentes e as membranas porosas apresentar-se-ão opacas e brancas.

10 Após a obtenção das membranas, as mesmas devem ser lavadas com água em abundância e seu condicionamento ideal é em água destiladas sob temperatura de geladeira 4-8°C.

A fig. 1 mostra o fluxograma esquemático do processo proposto.

15 No caso específico de quando se atinge a secagem de cerca de 50% da massa, a utilização de soluções de NaOH com concentrações variando de 0.125 a 2.0M mostra a obtenção de poros de dimensões de 1 micrômetro a 5 micrômetros.

20 A fig. 2 mostra o corte transversal dessas membranas e sua porosidade: Micrografia eletrônica de varredura de membranas porosas naturais (g) e reticuladas (todas as demais) sendo: (a) tratada a 0,125M NaOH lado do vidro (b) lado do ar; (c) com 0,25M NaOH lado do vidro e (d) lado do ar; com 0,5M NaOH lado do vidro (e) e lado do ar (f); e (h) 1,0 M lado do ar. As barras correspondem a 10µm.

25 De conformidade com o que ilustram as figuras acima relacionadas, o processo apresentado neste documento torna possível a obtenção de membranas porosas de quitosana com tamanho de poro controlado e sem a necessidade do uso de agentes para obtenção de poros.

## REIVINDICAÇÕES

1- “PROCESSO DE OBTENÇÃO DE MEMBRANAS DE QUITOSANA COM TAMANHOS DE POROS CONTROLADOS” caracterizado por compreender as seguintes etapas  
5 básicas: a) solubilização da quitosana (independe da massa molecular da quitosana) em solução de ácido acético; b) filtração desta solução; c) espalhamento desta solução em placas de vidro; d) secagem desta solução espalhada em vidro em estufas a temperaturas inferiores a 80°C; g) imersão  
10 das placas inteira ou parcialmente secas em solução de NaOH (que pode variar de 0,1 a 5M) até que a membrana se desprenda da placa de vidro sobre o qual se encontra.

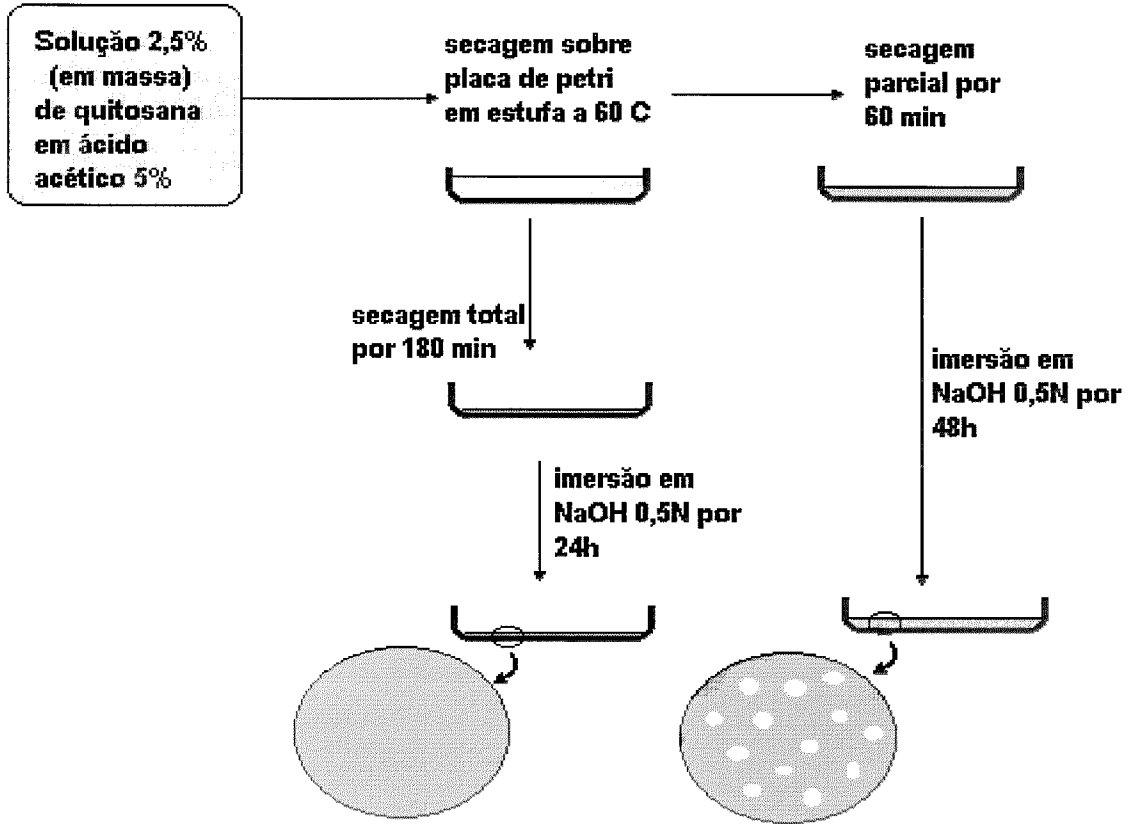
2- “PROCESSO DE OBTENÇÃO DE MEMBRANAS DE QUITOSANA COM TAMANHOS DE POROS CONTROLADOS”, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pela  
15 etapa a) a consistir de:

- a) solubilização da quitosana em solução aquosa de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  a 0,05 – 2,0M;
- b) repouso da solução por cerca de 24 horas sob temperatura de 4 a 8°C.

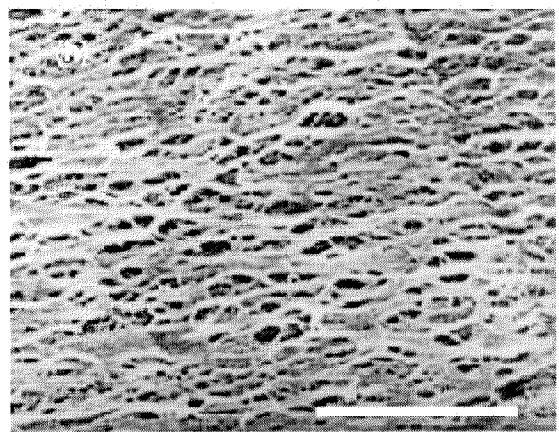
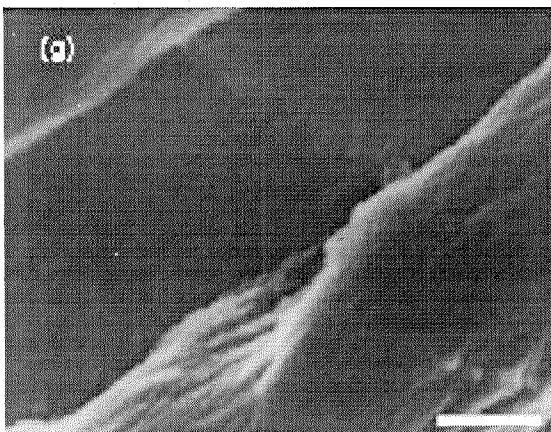
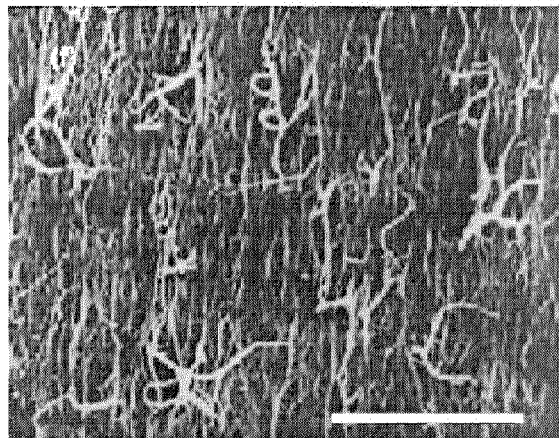
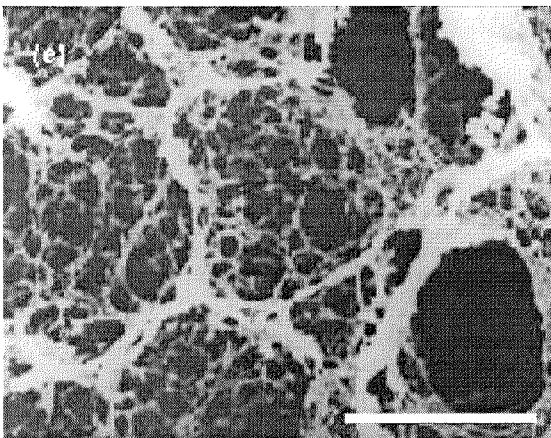
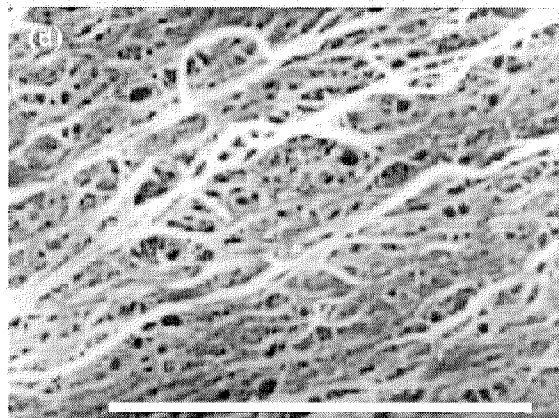
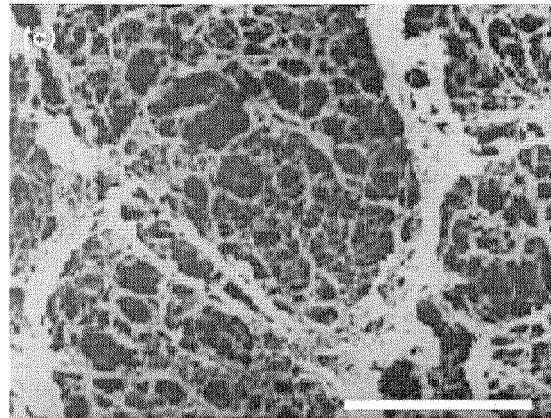
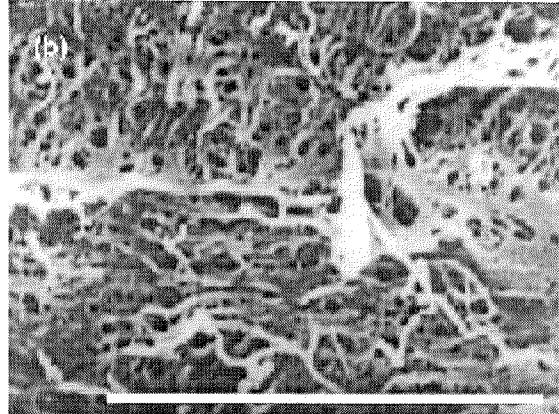
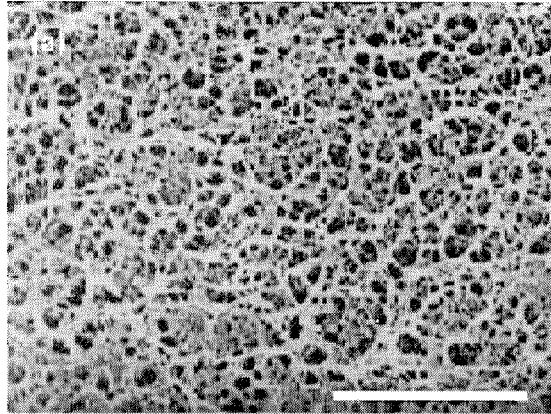
3- “PROCESSO DE OBTENÇÃO DE  
20 MEMBRANAS DE QUITOSANA COM TAMANHOS DE POROS CONTROLADOS”, de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pela etapa g) a consistir de:

- a) coagulação da solução de quitosana parcialmente seca em solução aquosa de NaOH 0,05-5,00M;
- 25 A gradação desta concentração e o grau de secagem da solução de quitosana definirão o tamanho de poro final das membranas.

**FIG. 01**



**FIG.02**



## RESUMO

“PROCESSO DE OBTENÇÃO DE MEMBRANAS DE QUITOSANA COM TAMANHOS DE POROS CONTROLADOS”.

5 A presente patente de invenção trata de um processo de obtenção de membranas de quitosana com tamanho de poros controlável para uso em processos de separação, filtração, ultrafiltração, cromatografia e como biomaterial.

O processo desenvolvido compreende as seguintes etapas básicas:

- 10 a) solubilização da quitosana (independe da massa molecular da quitosana) em solução de ácido acético;
- b) filtração desta solução;
- c) espalhamento desta solução em placas de vidro;
- d) secagem desta solução espalhada em vidro em estufas a temperaturas inferiores a 80°C;
- 15 g) imersão das placas inteira ou parcialmente secas em solução de NaOH (que pode variar de 0,05 a 5,0M) até que a membrana se desprenda da placa de vidro sobre o qual se encontra.