

OBTENÇÃO DE ESPONJA CERÂMICA PARA APLICAÇÕES FOTOCATALÍTICAS

G. S. Falk ^[1]; A. L. Rodriguez ^[2]; W. Acchar ^[3]

Universidade de Santa Cruz do Sul ^[1-2], Universidade Federal do Rio Grande
do Norte ^[3].

Rua Dez de Novembro 446, Bairro: Oliveira, CEP: 98.801-790, Santo Ângelo,
RS, Brasil. gilbertofalk@outlook.com

RESUMO

O trabalho teve por objetivo a obtenção de um material cerâmico poroso com elevada área superficial, alta resistência mecânica e permeabilidade controlada. Características adaptáveis para a utilização deste material como suporte de catalisadores para fotocatalise heterogênea. Para a confecção do material cerâmico foi utilizado à rota de processamento de esponjas cerâmicas, através do método da replica, onde uma esponja de poliuretano com porosidade de 60ppi foi mergulhada em uma suspensão de alumina, a fim de, produzir uma cerâmica porosa que exiba a mesma morfologia que o material original. O proposito de utilizar a esponja cerâmica como o meio suporte de catalisadores, foi pelas suas características morfológicas únicas, fazendo com que esse material possa ser utilizado em diferentes aplicações ambientais, como para tratamento de Ar e Água. No trabalho foram obtidas esponjas cerâmicas de alumina com resistência mecânica de 0,7 MPa, porosidade aparente de 80% e densidade aparente de 0,75 g/cm³.

Palavras-Chaves: Esponja cerâmica, método da replica, suspensão de alumina.

INTRODUÇÃO

A poluição ambiental no contexto atual chamou a atenção para a necessidade do desenvolvimento de novos processos, novas técnicas, novas tecnologias que permitam ao homem controlar e remediar de maneira mais eficaz os danos que o mesmo vem causando ao ecossistema. Nesse cenário, o estudo, o desenvolvimento e a aplicação de materiais para aplicações ambientais, tornam-se fundamentais para não só o monitoramento como também para a remediação de ambientes contaminados.

Nesse contexto materiais cerâmicos porosos veem sendo estudados como meio suporte de catalisadores para tratamento de água e ar através da fotocatalise heterogênea ⁽¹⁻²⁾. Esses materiais caracterizam-se por apresentarem propriedades específicas, como elevada área superficial, baixa densidade, baixa condutividade térmica, permeabilidade controlada aliada a suas propriedades mecânicas ⁽³⁾ que tornam esse material interessante para a utilização como meio filtrante, adsorvente e suporte fotocatalítico para tratamentos ambientais.

O principal objetivo do estudo foi a confecção de material cerâmico poroso, o qual foi obtido pela rota de processamento de esponjas cerâmicas, através do método da replica ⁽⁴⁾, onde uma esponja de poliuretano com porosidade de 60ppi foi mergulhada em uma suspensão de alumina, a fim de, produzir uma cerâmica porosa que exiba morfologia muito próxima do material original.

MATERIAIS E MÉTODOS

Esponjas de poliuretano, com concentração de poros linear de 60 ppi, da linha PentaCell, fabricada pela Koepf-Schaum GmbH (Alemanha), com

densidade de 28 kg m^{-3} , resistência a tração de 100 kPa e um alongamento até a ruptura de 150% foram escolhidas para este estudo. O material cerâmico utilizado foi a Alumina Calcinada (Al_2O_3), fornecido pela empresa Alcoa, Brasil. Para distribuição das partículas foram utilizadas peneiras 200 mesh. Na preparação da suspensão de alumina, foi utilizado como solvente água destilada, como meio ligante solução de álcool polivinílico P.S. (PVA) - $(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n$, Cromoline – Química Fina, Brasil, como agente dispersante solução de silicato de sódio (dosagem (Na_2O) 20-30% e dosagem (SiO_2) 20-30%), VETEC, Brasil.

A adição de plastificantes e ligantes na suspensão inicial foi para proporcionar revestimentos cerâmicos suficientemente fortes para evitar e ou diminuir a fissuração das esponjas durante a pirólise do molde polimérico, que é um dos principais problemas do método replica ⁽⁵⁾.

A preparação da suspensão cerâmica seguiu o seguinte procedimento: foi adicionado (45 mL) de água destilada, (8 mL) solução de PVA e (2 mL) de solução de silicato de sódio em (148g) de pó de alumina. Para a total mistura da suspensão cerâmica foi utilizado um misturador de hélices Fisatom modelo 713D, com rotação de aproximadamente 500 rpm, durante o período de 1 hora.

No método os moldes poliméricos foram imerso na suspensão cerâmica até total preenchimento dos poros. Em seguida, os moldes foram passados por rolos pré-ajustados com espaçamento de 20% da altura do molde de poliuretano inicial para a retirada do excesso da suspensão cerâmica ⁽⁶⁾.

As esponjas revestidas com a suspensão cerâmica passaram por uma secagem ambiente por 24 h, após foram aquecidas a 400°C , durante 1 h, a uma taxa de aquecimento de $1^\circ\text{C}/\text{min}$. Subsequente às amostras foram aquecidas a 900°C , durante 1 h, a uma taxa de aquecimento de $2^\circ\text{C}/\text{min}$, a fim de produzir pré-formas reticuladas com resistência ao manuseio. Após a secagem as pré-formas foram sinterizadas a 1500°C durante 2 horas a uma taxa de aquecimento de $5^\circ\text{C}/\text{min}$. Foi utilizada uma taxa de resfriamento de $5^\circ\text{C}/\text{minuto}$ para ambos os casos.

O comportamento reológico da suspensão cerâmica foi medido usando um reômetro de modelo HAAKE PolyLab OS System da ThermoHAAKE, a uma taxa de cisalhamento de 0 a 500 s⁻¹ em temperatura de 30°C.

A microestrutura foi observada por um microscópio eletrônico de varredura (MEV) modelo SSX550 Superscan da Shimadzu, onde se observou a morfologia dos materiais preparados, como a estrutura dos filamentos, os defeitos existentes nos mesmos.

A densidade aparente e porosidade aparente da esponja, foram medidas através do método de Arquimedes (imersão em água), onde foi avaliado o peso das amostras secas (Ps), peso das amostras imersas (Pi) e o peso das amostras úmidas (Pu).

Resistência à flexão em quatro pontos foi medida através de uma máquina de ensaios mecânicos de bancada (Zwick/Roell modelo BZ 2.5/TS1T I) utilizando uma velocidade de carregamento de 0,5 mm/minuto.

Os parâmetros de temperatura foram estabelecidos através de uma análise termogravimétrica da esponja de poliuretano utilizando um analisador termogravimétrico TG51H da Shimadzu, em atmosfera de argônio. O ensaio foi realizado até a temperatura de 600°C com uma taxa de aquecimento de 5°C/min.

A fase da esponja cerâmica foi avaliada através da difração de raios-x em um difratômetro modelo XRD 6000 da Shimadzu.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Uma das preocupações na utilização do método da preparação das esponjas está na avaliação da suspensão de partida. Esta deve ter características reológicas apropriadas, ou seja, deve ser suficientemente fluida para ser parcialmente removida quando passada pelos rolos, mas também suficientemente viscosa após o revestimento a ponto de evitar o gotejamento

permitindo um recobrimento uniforme dos filamentos da esponja de poliuretano (7).

Através das análises de comportamento reológico foi possível observar a presença dos comportamentos pseudoplástico e tixotrópico na suspensão cerâmica utilizada. Este resultado está de acordo com aqueles citados na literatura que indicam os melhores resultados para revestir os moldes poliméricos (8).

A Fig. 1 mostra a curva de escoamento da suspensão utilizado neste procedimento. A curva mostra uma diminuição da viscosidade aparente com o aumento da taxa de cisalhamento evidenciando um comportamento característico de pseudoplasticidade, o qual é necessário para o presente pedido (9).

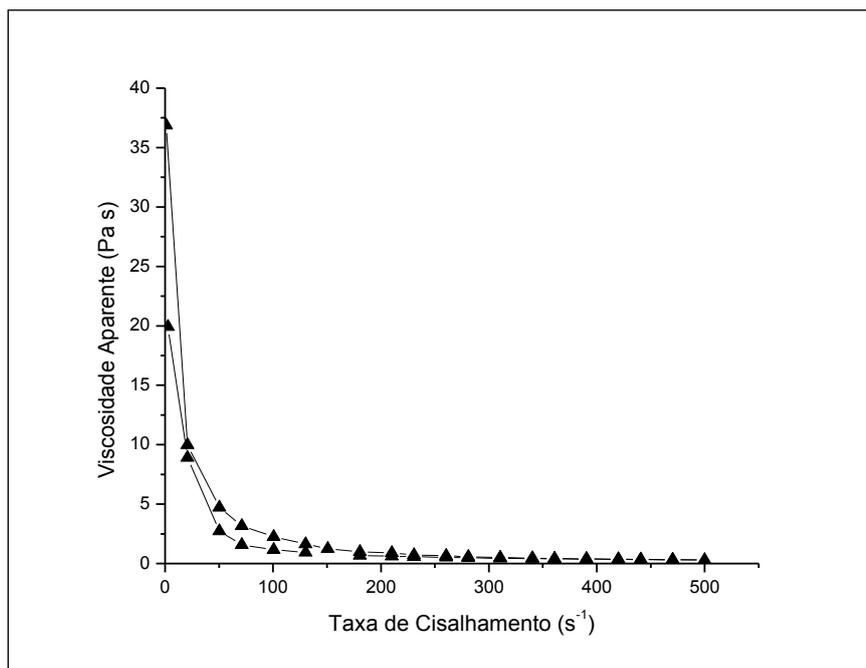


Figura 1: Viscosidade Aparente x Taxa de Cisalhamento.

Conforme Studart, este comportamento é conseguido usando aditivos tais como argilas, sílica coloidal, carboximetil celulose, e óxido de polietileno, em combinação com agentes dispersantes convencionais (7).

A figura 2 apresenta a histerese de um comportamento Tixotrópico. Este tipo de situação é benéfico para se obter um fino e uniforme recobrimento no molde polimérico, resultando em uma grande quantidade de células abertas ⁽¹⁰⁾.

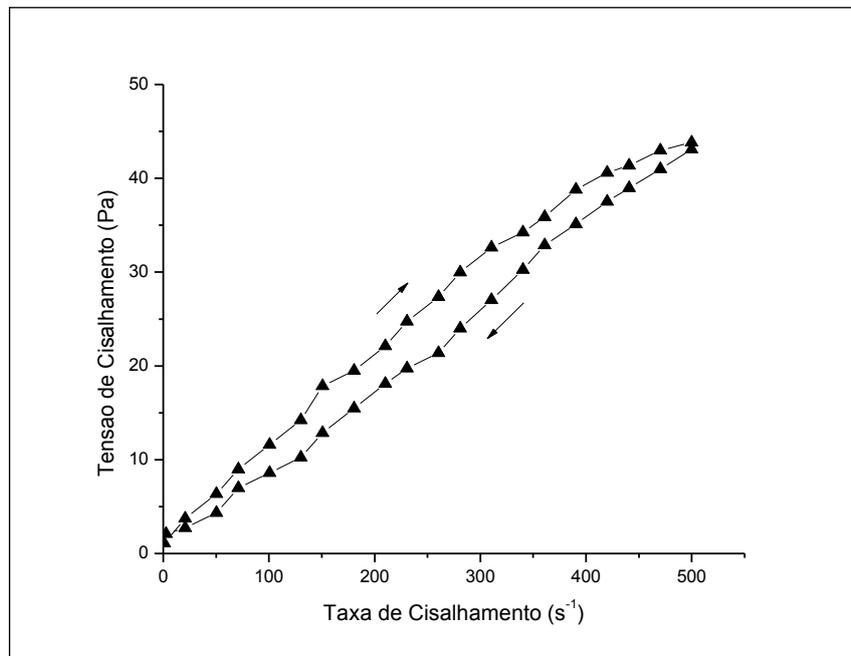


Figura 2: Tensão de Cisalhamento x Taxa de Cisalhamento.

As fotografias mostrando microestrutura da esponja cerâmica são apresentadas na Fig. 3. Observa-se um material com os poros abertos com filamentos finos e interligados, muito próximo da estrutura original da esponja de poliuretano. Pode-se observar também, algumas falhas, tais como, fendas laterais e no interior dos filamentos. Estes defeitos são provenientes da etapa de queima no processamento do material, ocorre pelo acúmulo de pressão no interior dos filamentos durante a pirólise do molde polimérico ⁽⁷⁾. A presença destes defeitos contribuiu para a diminuição da resistência mecânica destes materiais ⁽¹⁰⁾.

Também é possível observar os microporos presentes na superfície do material, os quais possivelmente podem auxiliar na fixação dos catalisadores.

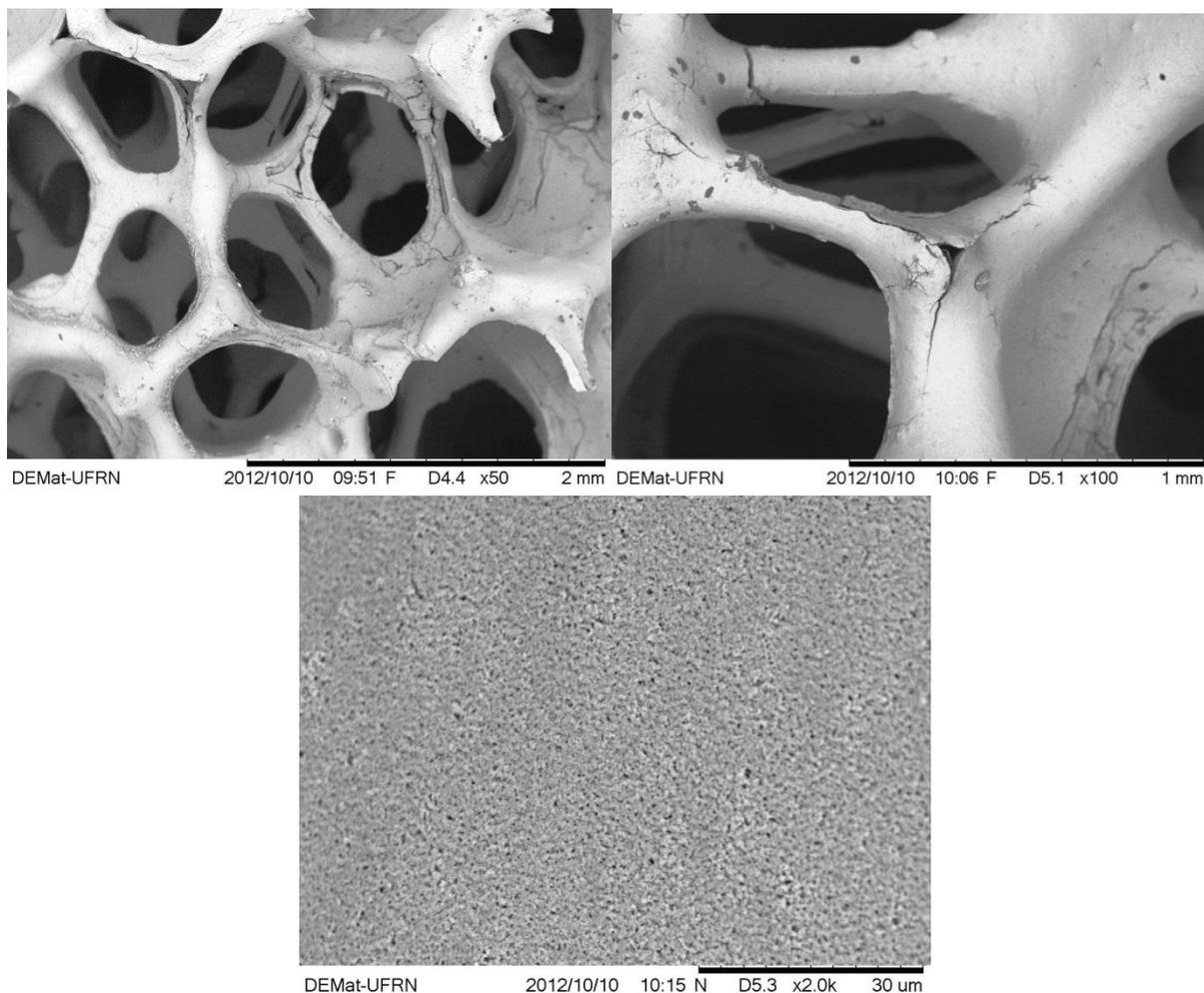


Figura 3: Morfologia da esponja cerâmica.

Os resultados de porosidade aparente, densidade aparente e absorção de água estão representados na tabela 1:

Tabela 1: Porosidade Aparente, Densidade Aparente, Absorção de Água

Porosidade (%)	Aparente	Densidade Aparente (g cm^{-3})	Absorção de Água
80%		0,75	1,10

Nota-se que a esponja cerâmica apresentou um elevado grau de porosidade e uma densidade aparente equivalente à temperatura de

sinterização ⁽¹¹⁾. Essas características fazem das esponjas cerâmicas obtidas um, material apto a para ser utilizado como meio suporte de catalisadores. Além de sua elevada porosidade, a esponja cerâmica apresenta-se com poros abertos, fazendo com que, a luz UV penetre por entre as camadas superficiais do material, auxiliando na ativação do fotocatalisador nas camadas inferiores da esponja.

A Figura 4 demonstra o gráfico da resistência mecânica a flexão em quatro pontos. Para resultados mais representativos foram testadas 10 amostras de esponja.

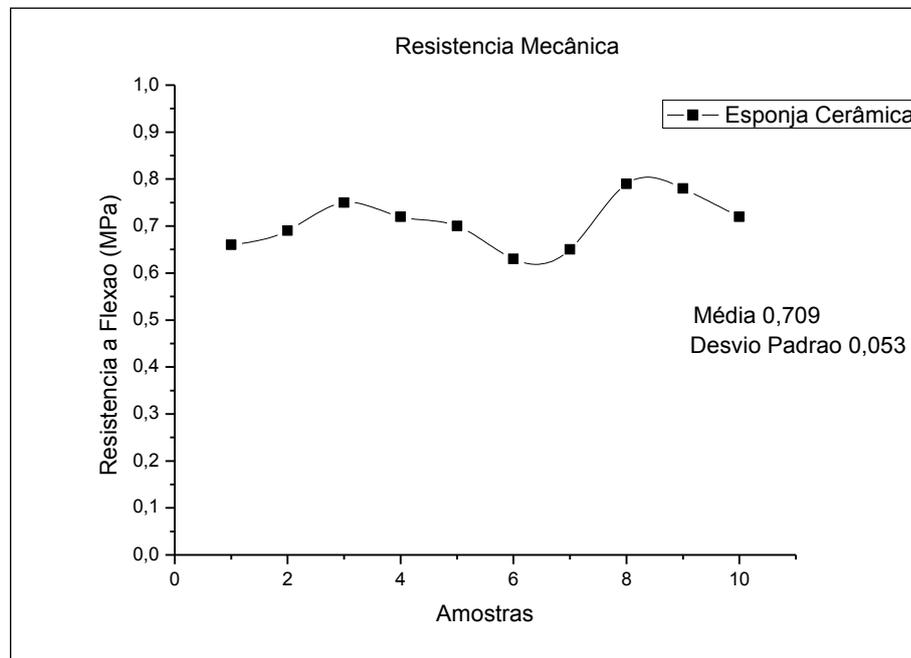


Figura 4: Resistencia mecânica da esponja cerâmica.

A literatura reporta que a resistência mecânica depende tanto do tamanho das células que compõem a estrutura da cerâmica reticulada, como também do grau de interconectividade entre elas e dos defeitos existentes na estrutura ⁽⁷⁾.

Esses valores de resistência estão associados à quantidade de defeitos nos filamentos que formam estrutura celular da esponja, como pode ser

observado na Figura 3. Quanto maior a quantidade de defeitos menor a resistência do material.

Comparando com os resultados de resistência à compressão obtidos por pode-se concluir que os resultados deste trabalho estão próximos e superiores, aos encontrados na literatura, que variam de 0,2 MPa ⁽¹¹⁾ até 0,65 MPa ⁽¹²⁾. Estes valores também podem ser comparados com as esponjas cerâmicas comerciais que apresentam uma resistência mecânica média de 0,6 MPa.

Na análise de DRX o material cerâmico apresentou-se na fase de Al₂O₃ como pode ser verificado na figura 5.

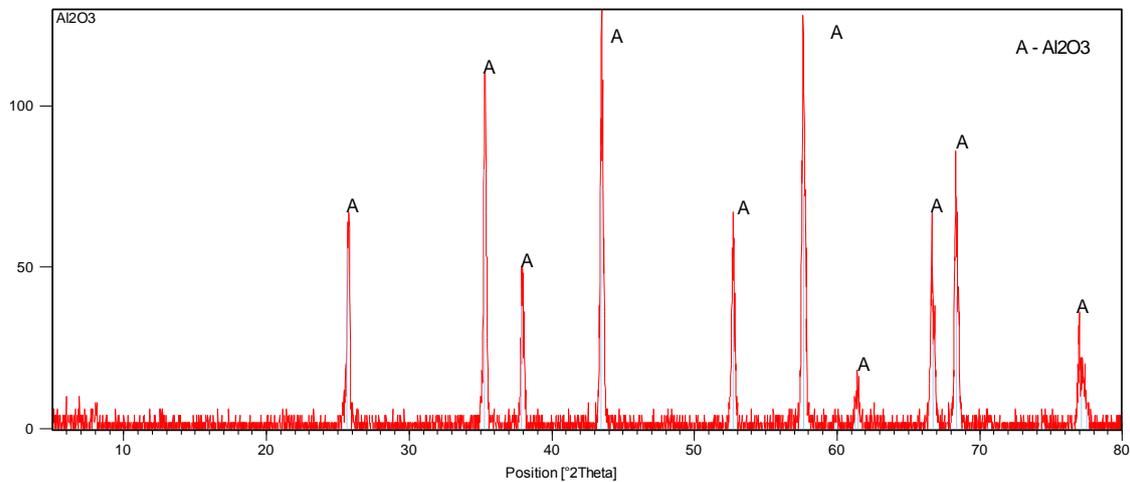


Figura 5: Análise de DRX na esponja cerâmica.

CONCLUSÕES

Foram obtidas esponjas de alumina a partir de esponjas de poliuretano mediante a utilização do método da réplica, onde foi possível obter estruturas cerâmicas com características próximas ao molde polimérico. A suspensão utilizada apresentou comportamentos característicos pseudoplástico e tixotrópico.

Na caracterização das esponjas cerâmicas observou-se que o material obtido apresentou um elevado grau de porosidade e uma adequada resistência

mecânica comparado com outros trabalhos e até mesmo com esponjas comerciais. Sendo essas características importantes para a utilização do material como suporte de catalisadores para aplicações fotocatalíticas como tratamento de água e ar.

REFERENCIAS

- (1) PLESCH, G.; GORBÁR, M.; VOGT, U, F.; JESENÁK , K.; VARGOVÁ, M. Reticulated macroporous ceramic foam supported TiO₂ for photocatalytic applications. *Materials Letters* 63, 461–463, 2009.
- (2) RAMIREZ, A. M.; BELIE, K. D.; MANTYLA, T.; LEVANEN, E. Titanium dioxide coated cementitious materials for air purifying purposes: Preparation, characterization and toluene removal potential, *Building and Environment* 45, 832–838, 2010.
- (3) SCHEFFLER, M.; COLOMBO, P. Cellular ceramics: structure, manufacturing, properties and applications. Weinheim: Wiley- VCH, 645 p, 2004.
- (4) SCHWARTZWALDER, K.; SOMERS A. V. Method of Making Porous Ceramic Articles, US Pat. No. 3090094, May 21, 1963.
- (5) WOYANSKY, J. S.; SCOTT, C. E.; MINNEAR, W. P. Processing of Porous Ceramics, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 71 [11] 1674–82, 1992.
- (6) HAUGEN, H.; WILL, J.; KOHLER, A.; HOPFNER, U.; AIGNER, J.; WINTERMANTEL, E. Ceramic TiO₂-foams: characterisation of a potential scaffold. *Journal of the European Ceramic Society* 24, 661–668p, 2004.
- (7) STUDART, A. R., GONZENBACH, U. T.; TERVOORT, E.; GAUCKLER, L. J. Processing routes to macroporous ceramics: A review. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 89, n. 6, p. 1771-1789, jun. 2006.
- (8) DINGER, D. R. Rheology for ceramists. Clemson, SC : Dinger Ceramic Consulting Services, Morris Publishing, 213 p, 202.
- (9) GOMES, C. M. Avaliação do comportamento reológico de suspensões cerâmicas triaxiais utilizando abordagem do delineamento de misturas. 127 f. Tese de Doutorado (Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais), Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis SC, Brasil, 2004.

(10) YAO, X.; TAN, S.; HUANG, Z.; JIANG, D. Effect of recoating slurry viscosity on the properties of reticulated porous silicon carbide ceramics. *Ceramics International* 32, 137–142, 2006.

(11) ARGÜELLO, V. M. Obtenção e caracterização de espumas cerâmicas de alumina para uso como queimadores radiantes. UFSC- Florianópolis, Dissertação de Mestrado, 2009.

(12) YONG-SHENG, Han; JIAN-BAO Li; QIANG-MIN Wei; KE Tang. The effect of sintering temperatures on alumina foam strength. *Ceramics International*, v. 28, p. 754-759, 2002.

MAKING OF CERAMIC SPONGES FOR PHOTOCATALYTIC APPLICATIONS

ABSTRACT

The study aimed to obtain a porous ceramic material with high surface area, high mechanical strength and permeability. Adaptive characteristics for the use of this material as a support of catalysts for heterogeneous photocatalysis. For the manufacture of ceramic material was used to ceramic sponges processing route, through the replica method, where a polyurethane sponge with porosity of 60ppi was steeped in a slurry of alumina, in order to produce a porous ceramics which display the same morphology as the original material. The purpose of using ceramic as the medium sponge support of catalysts, was for its unique morphological features, so that these materials can be used in different environmental applications, such as for air and water treatment. At work were obtained alumina ceramic sponges with mechanical resistance of 0.7 MPa, apparent porosity of 80% and bulk density of 0.75 g/cm³.

Key-words: ceramic sponge, replica method, alumina slurry.