

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE SUPORTES CERÂMICOS OBTIDOS POR PRENSAGEM A SECO

L. CALDEIRA¹, E. F. TEIXEIRA¹, G. FERREIRA¹ E L. M. SANTANA¹, E. H. NUNES²,
W.L. VASCONCELOS²

¹ Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia.
Rua Bernardo Mascarenhas, 1283, Juiz de Fora, MG, Brasil.
lecino.caldeira@ifsudestemg.edu.br

² Universidade Federal de Minas Gerais, Escola de Engenharia, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Laboratório de Materiais Cerâmicos.

RESUMO

Este trabalho propõe uma metodologia de produção de suportes planos cerâmicos que serão usados para deposição de membranas ou filtros que são estruturas rígidas com poros interconectados que atuam como barreira à passagem de determinada espécie possibilitando sua separação. Tal processo de produção se deu através do uso de prensagem uniaxial a seco, por ser um método simples, rápido e apresentar uma boa tolerância dimensional. A produção das peças cerâmica foi dividida em três etapas das quais são: prensagem a seco, sinterização e análise por microscopia eletrônica de varredura. Primeiramente analisaram-se as matérias-primas utilizadas na produção das peças. Na etapa seguinte, o material sofreu uma prensagem uniaxial, e na última etapa sinterizado em duas etapas. E a partir das análises no MEV e μ CT de raios de X foi possível identificar tamanho médio de poros e sua geometria, possibilitando identificar imperfeições e qualidades nas peças produzidas.

Palavras-chave: suporte cerâmico, materiais poroso, sinterização.

INTRODUÇÃO

As estruturas porosas são típicas de alguns materiais cerâmicos e que são aptos para aplicações que resistam a altas temperaturas ou ambientes corrosivos. Dentre as aplicações desses materiais estão os materiais porosos usados como

suportes cerâmicos que encontram uso difundido na produção de catalisadores ou membranas. Tais suportes geralmente possuem estrutura de poros hierarquizada ou são simétricos. Para a deposição de membranas ou filtros que são estruturas rígidas com poros interconectados e que atuam como barreira à passagem de determinada espécie, possibilitando sua separação, geralmente são usados suportes cerâmicos comerciais. Sabe-se que os materiais porosos usados como suportes para membranas inorgânicas devem satisfazer alguns requisitos para o sistema suporte-membrana funcionar efetivamente. Isto é, os suportes devem ser fisicamente resistentes para suportar o manuseio e as altas pressões de operação. Devem ter alta porosidade e grande tamanho médio de poros para diminuir a resistência ao fluxo e devem apresentar uma rugosidade superficial adequada para permitir seu recobrimento pela camada intermediária e/ou final que constitui a membrana. Normalmente os suportes existentes são dotados de uma ou mais camadas finas de alumina gama com uma hierarquia de poros fazendo uma transição suave entre as regiões do suporte de maior porosidade até a membrana de menor porosidade.

A qualidade do suporte é de importância crucial para a integridade das membranas que são aplicadas como filmes finos sobre esses. A rugosidade superficial e a homogeneidade estrutural do suporte determinam a integridade das camadas da membrana sendo que a rugosidade superficial deste determina a espessura da membrana para a cobertura completa da superfície que deve estar isentas de defeitos. Além disso, os suportes comerciais que são usados como membranas para filtração ou nanofiltração têm custos elevados e são fabricados para atender a essas aplicações, não possuindo muitas vezes as propriedades desejadas para a deposição das membranas.

Assim, esse trabalho visa desenvolver suportes cerâmicos com as características estruturais adequadas para deposição de membranas inorgânicas de sílica e titânia para aplicação na separação gasosa. Tais características envolvem a avaliação da composição, fases presentes, estrutura de poros e condições de deposição pela técnica da imersão (dip coating) de filmes de titânia e sílica via sol gel. Inicialmente, os suportes serão produzidos por prensagem a seco de pós de alumina de diferentes granulometrias seguidos de tratamento térmico apropriado para obtenção da resistência mecânica e estrutura de poros adequada para a deposição de filmes cerâmicos.

Os suportes cerâmicos foram produzidos na forma de discos de 0,03m e 0,05 de espessura com estrutura de poros adequada para deposição de membranas inorgânicas de sílica e titânia para separação gasosa. O processo de produção passou por três etapas principais, que foram: prensagem uniaxial, sinterização e a caracterização de sua estrutura de poros.

A conformação de materiais cerâmicos por prensagem uniaxial é um dos mais simples e mais utilizados, pois o processo é rápido e apresenta boa tolerância dimensional, além da possibilidade de automação dos equipamentos de produção. A sinterização é necessária para a adequação da resistência mecânica e porosidade dos suportes, possibilitando futuramente uma ideal deposição da membrana.

MATERIAL E MÉTODOS

Síntese dos suportes

Os suportes na forma de discos de 0,03m de diâmetro e espessura de 0,05 m foram produzidos a partir de alumina de alta pureza com granulometria e tamanho médio de poros de aproximadamente 7 μm . Foi definido que a massa de alumina usada na produção seria de 10 g e a proporção do ligante álcool polivinílico (PVA) seria de 1% da massa da alumina, além da adição. Após pesagem do material, foi realizada a alimentação do mesmo no molde metálico. Introdução do pistão no molde. Carregamento da massa no molde e aplicação de pressões entre 15 e 50MPa, que no nosso caso, foram aplicados pressão de 15 MPa. O tempo estabelecido de permanência no molde para desaeração foi de cinco minutos. E por fim, foi realizado o descarregamento e a extração do corpo verde. Na Figura 1, são exibidos os corpos verdes produzidos.



Figura 2 – Corpos verdes produzidos.

Sinterização e caracterização dos suportes

Os suportes (corpos verdes) retirados do molde foram levados para sinterização em duas etapas aquecidos a uma taxa de aquecimento de 10°C/minuto até 800°C e mantidos nessa temperatura durante 2 horas e, em seguida, aquecidos em temperaturas de 1100°C, 1200°C e 1300°C, permanecendo nessas temperaturas por cerca de uma hora e resfriados no forno, mediante seu desligamento. Após esse processo, a porosidade, rugosidade superficial e a qualidade dos suportes sinterizados foram avaliadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) Tescan, modelo Vega 3 SBU equipado com um microanalisador EDS Bruker e por Microtomografia de raios X modelo Syscan.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A partir das análises feitas ao MEV, foi possível identificar vários aspectos importantes nos suportes, como tamanho médio de poros e sua geometria, possibilitando imperfeições e defeitos nas peças produzidas.

Alguns aspectos relevantes e indesejáveis tais com a presença de trincas em algumas amostras também foram identificados. Diante disso, todos os procedimentos realizados desde a seleção das matérias - primas até a última etapa da produção foram revisados. Com base na revisão dos procedimentos de síntese, foram produzidos suportes com espessuras de 0,05 m, possivelmente mais

adequadas ao processo utilizado na produção. Na Figura 3 é exibida a fotomicrografia da superfície dos suportes sinterizados a 1100 °C mostrando a porosidade e a geometria dos poros. Na Figura 4 é mostrado o aspecto superficial dos suportes sinterizados a 1300 °C

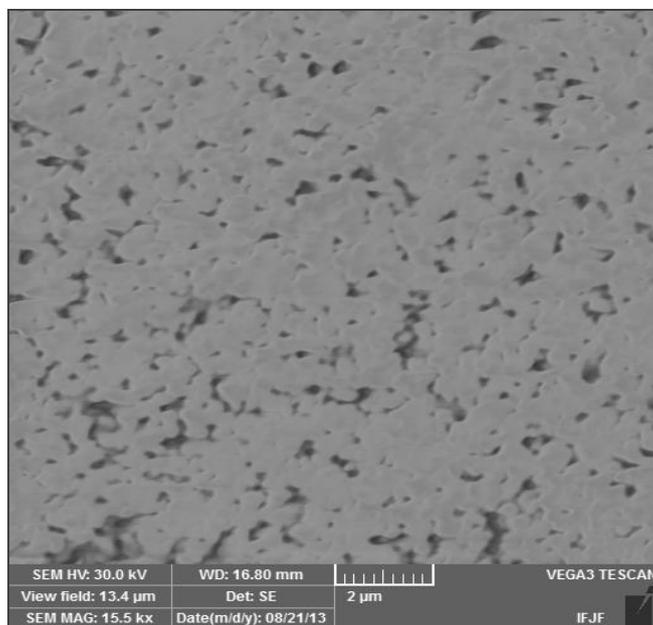


Figura 3 – Suporte (A) ,aspecto da superfície.

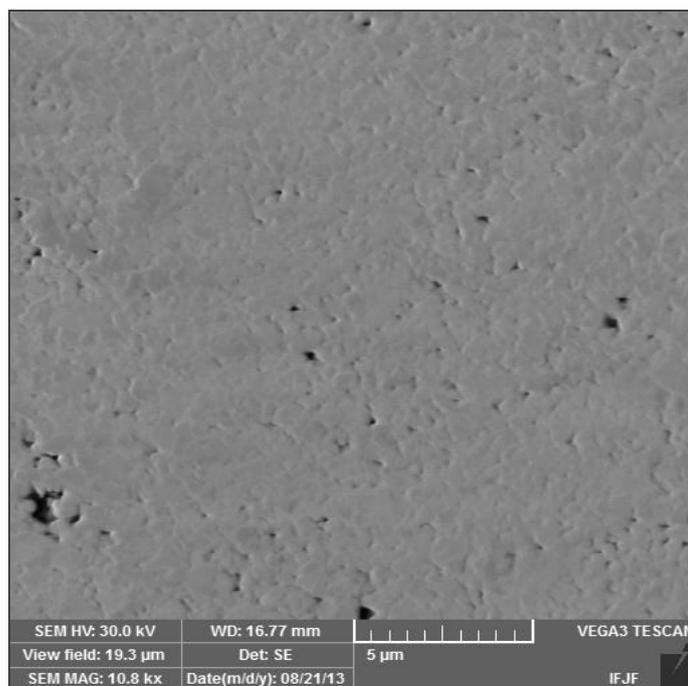


Figura 4 – Suporte (B) aspecto da superfície.

Na Figura 5 e na Figura 6, abaixo, são mostradas as imagens de microtomografia de raios X das amostras analisadas.

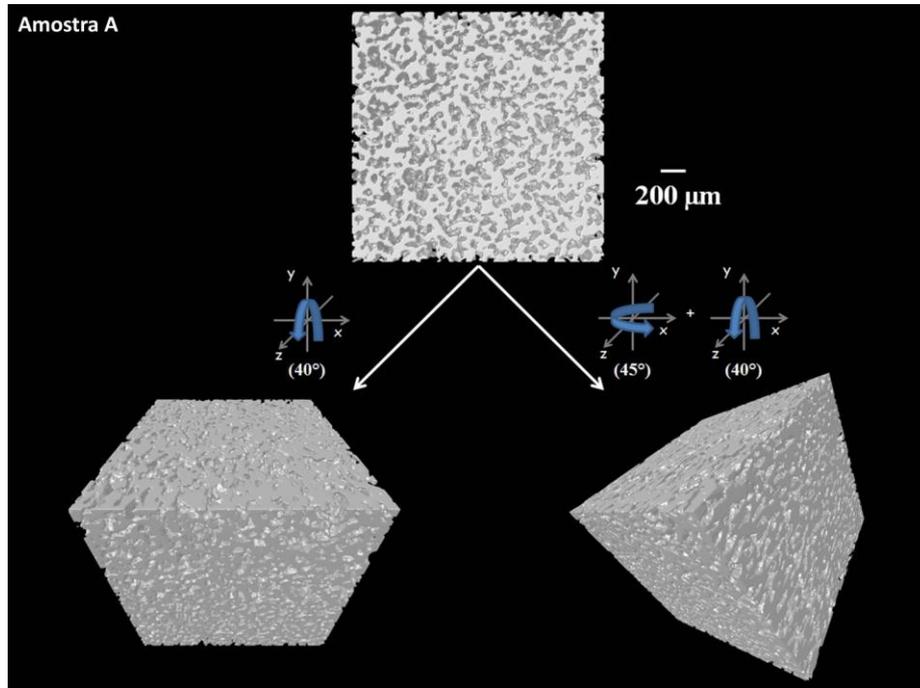


Figura 5 - Imagem de Microtomografia computadorizada dos suportes sinterizados a 1100 °C.

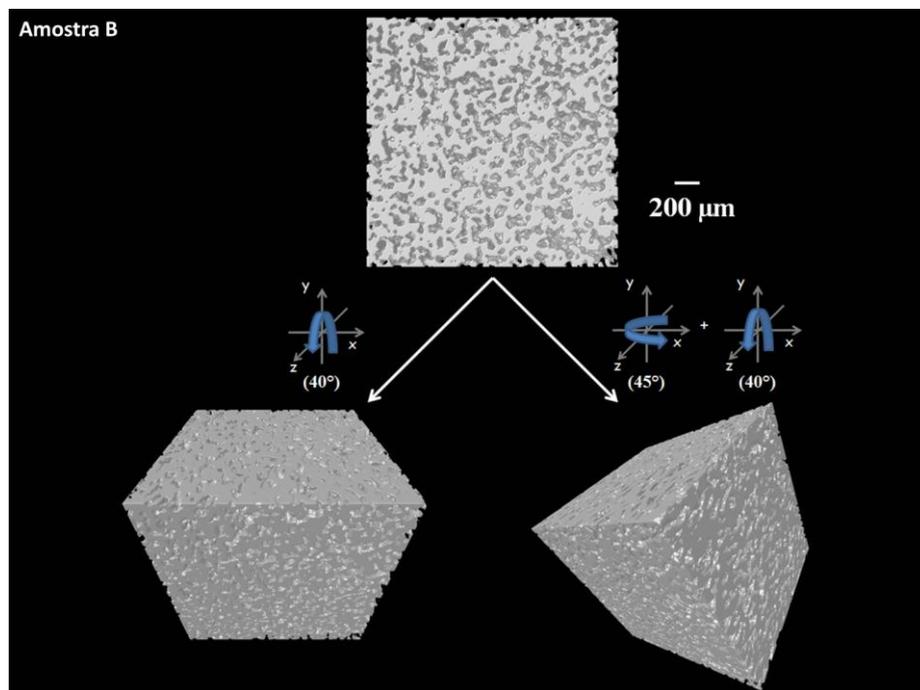


Figura 6 - Imagem de Microtomografia computadorizada dos suportes sinterizados a 1300 °C.

Na Tabela 1 são exibidos os resultados consolidados de microtomografia computadorizada de raios X dos suportes estudados.

Tabela 1- Porosidade dos Suportes

| Amostra | Porosidade total (%) | Porosidade aberta (%) | Índice de fragmentação dos poros (mm^{-1}) | Tamanho médio de poros (mm) |
|---------|----------------------|-----------------------|---|-----------------------------|
| A | 34.6 ± 0.3 | 5.6 ± 0.5 | (-0.0077 ± 0.0005) | 46.8 ± 0.4 |
| B | 28.9 ± 0.2 | 1.6 ± 0.1 | 0.0002 ± 0.0003 | 43.1 ± 0.2 |

Na Figura 7 são apresentados a distribuição de tamanho de poros das amostras analisadas por microtomografia de raios X. No eixo da ordenadas estão as classes em μm e na abcissa a fração de poros em porcentagem.

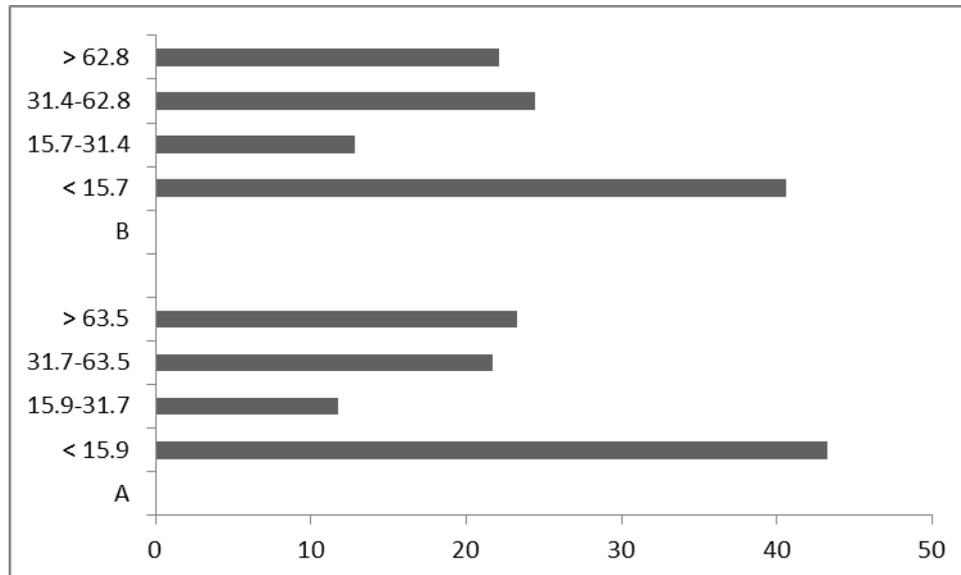


Figura 7 – Distribuição de Tamanho de poros dos suportes produzidos.

CONCLUSÃO

Pode ser observado das análises realizadas que os suportes sinterizados a 1300 °C apresentam porosidade mais baixa que os sinterizados a 1100°C. Os poros produzidos são poros Inter partículas devido a baixa granulometria da alumina utilizada e a condições de síntese. Embora a porosidade aberta seja relativamente baixa, a porosidade total e o tamanho médio de poros estão na faixa dos suportes comerciais. A fração de poros abaixo de 16 µm predomina nos dois materiais estudados. Ensaio preliminares de permeabilidade gasosa mostram que a permeabilidade gasosa dos suportes é afetada pelos defeitos presentes nos mesmos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Albaro, J. L. Amorós. A operação de prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Revista Cerâmica Industrial, 2001.

Vasconcelos L. Wander. Descrição da Permeabilidade em Cerâmicas Porosas. Revista Cerâmica, 1997.

Yoshimura H. N, Molisani A. L, Siqueira G. R, Camargo A. C. de, Narita N. E, Cesar P.F, Goldenstein H. Efeito da porosidade nas propriedades mecânicas de uma alumina de elevada pureza. Revista Cerâmica, 2005.

Rosa D. S., Salvini V. R, Pandolfelli V. C. Processamento e avaliação das propriedades de tubos cerâmicos porosos para microfiltração de emulsões. Revista Cerâmica. 2006.

Camargo, Antônio Carlos de. Comparação das Características de corpo de alumina, a verde e após a sinterização, obtidos pelos processos de prensagem uniaxial, prensagem isostática e prensagem uniaxial e isostática. São Paulo, 1993.

Colombo, Paolo. In praise of pores. Science. 2008. Vol. 322. 381-384.

L. Caldeira 3252 et al. Processing and characterization of sol-gel titania membranes. Ceramics International 38 (2012) 3251–3260.

R. Mallada; M. Menéndez in Inorganic Membranes Synthesis, Characterization and Applications, Ed; Elsevier, Oxford, 2008; Vol.13, 177.

L.L.O. Silva, L. Caldeira et al. Processing, structural characterization and performance of alumina supports used in ceramic membranes. Ceramics International 38 (2012) 1943–1949

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF CERAMIC SUPPORTS OBTAINED BY DRY PRESSING

ABSTRACT

This work proposes as a goal, a methodology for the production of ceramic supports that will be used for deposition of membranes or filters that are rigid structures with interconnected pores that act as a barrier to the passage of certain species allowing their separation. This manufacturing process was carried out through the use of uniaxial dry pressing, to be a simple, fast and provide good dimensional tolerance. The production of ceramic parts was divided into three steps which are: dry pressing, sintering and analysis by scanning electron microscopy. First we analyzed the raw materials used in the production of parts. In the next step, the material underwent a uniaxial pressure, and the last step, the material was studied using a Scanning Electron Microscope (SEM) and a X ray μ CT. And from this analysis, it was possible to identify average pore size and their geometry, allowing identifying qualities and imperfections on the parts produced.

Key-words: dry pressing, porous materials, ceramics support.