

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE ENGENHARIA QUÍMICA
BACHARELADO EM ENGENHARIA QUÍMICA

AFONSO GALVÃO SERRA

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MEMBRANA
FILTRANTE DE VIDRO PELO MÉTODO DE COLAGEM DE
BARBOTINAS**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO 2

PONTA GROSSA

2017

AFONSO GALVÃO SERRA

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MEMBRANA
FILTRANTE DE VIDRO PELO MÉTODO DE COLAGEM DE
BARBOTINAS**

Trabalho de Conclusão de Curso com requisito parcial à
obtenção do título de Bacharel em Engenharia Química da
Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

Orientadora: Professora Mestre Heliety Rodrigues Borges
Barreto.

Co-orientador: Professor Doutor Cesar Arthur Martins
Chornobai.

PONTA GROSSA

2017



TERMO DE APROVAÇÃO

PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MEMBRANA FILTRANTE DE VIDRO PELO MÉTODO DE COLAGEM DE BARBOTINAS

por

Afonso Galvão Serra

Monografia apresentada no dia 01 e junho de 2017 ao Curso de Engenharia Química da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Câmpus Ponta Grossa. O candidato foi arguido pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

Prof. MSc. Dannilo Eduardo Munhoz Ferreira
UTFPR

Prof. MSc. Maurício de Castro
UTFPR

Prof. Dr. Cesar Arthur Martins Chornobai
Co-Orientador

Profa. Msc. Heliety Rodrigues Borges Barreto
Orientadora

Profa. Dra. Juliana de Paula Martins
Responsável pelo TCC do Curso de Engenharia Química

RESUMO

SERRA, Afonso G. **Produção e caracterização de membranas filtrantes de vidro pelo método de colagem de barbotinas.** 2017. Monografia (Bacharelado em Engenharia Química) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, 2017.

Esse trabalho tem como objetivo verificar a viabilidade da produção de membrana filtrantes, utilizando vidro reciclado, pelo método de colagem de barbotinas, seguido pelas sinterização e pela caracterização das mesmas. O processo de sinterização acontece a uma temperatura inferior a de fusão do vidro, onde a superfície das partículas se unem deixando espaços vazios, os poros. A barbotina foi produzida utilizando pó de vidro moído, água e silicato de sódio, como ligante. A barbotina foi despejada em molde de gesso, seca e sinterizada. Foram analisadas as membranas produzidas, sendo verificado a formação de poros nas amostras, podendo caracterizá-las portanto como meios filtrantes. Para a caracterização foram utilizados cálculos de porosimetria e microscopias ótica e eletrônica de varredura.

Palavras-chave: Membrana. Colagem. Sinterização. Vidro.

ABSTRACT

SERRA, Afonso G. Production and characterization of glass filtering membranes through collage of slip. 2017. Monografia (Bacharelado em Engenharia Química) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, 2017.

This study aims to verify the feasibility of filtering membranes production, using recycled glass, through the slip collage method, followed by the sintering and the characterization. The sintering happens at a temperature lower than the glass fusion temperature, where the particles surface unity, leaving some empty spaces, the pores. The slips solution was produced using mashed glass, water and sodium silicate, as a ligant. the slips was poured in a plaster mould, dried and sinterized. The membranes produced were analysed and pores were observed, so they can be characterized as filtering mediums. To the characterization porosity calculus, optic microscopy and electronic scanning microscopy were used.

Key-words: Membrane. Collage. Sintering. Glass.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Mudança de volume durante o resfriamento de um líquido, comportamento de transformação vítrea.....	14
Figura 2 - Faixas de aplicação de processos de separação.....	16
Figura 3 - Representação esquemática da morfologia de membranas sintéticas...	17
Figura 4 - Representação ilustrativa dos métodos de filtração convencional e tangencial.....	18
Figura 5 - Colagem de barbotina	20
Figura 6 - Ilustração esquemática do processo de drenagem do molde de gesso...	21
Figura 7 - Sinterização de esferas de vidro. Microesferas de vidro de ~1mm de diâmetro foram aquecidas dentro do mesmo forno, à temperatura de 750°C durante 1 hora. As microesferas sinterizam e apresentam formação do pescoço característico do processo de sinterização.....	21
Figura 8 - Mecanismos presentes durante a sinterização do pó. 1- Difusão superficial; 2- difusão na rede (partindo da superfície); 3- transporte por fase de vapor (condensação/evaporação); 4 - difusão no contorno do grão; 5- difusão na rede (partindo do contorno do grão); 6 - escoamento plástico e escoamento viscoso.....	22
Figura 9 - Fluxograma do processo de produção de membranas a partir de vidro reciclado.....	25
Figura 10 - Moinho de bolas	26
Figura 11 - Mesa vibratória para peneiramento	27
Figura 12 - Balança eletrônica	28
Figura 13 - Molde de gesso, furações com 25mm de diâmetro e 15mm de profundidade	29
Figura 14 - Mufla utilizada para a sinterização	30
Figura 15 - Microscópio ótico	33
Figura 16 - Membrana retirada do gesso, apresenta pouca resistência física, o pó se solta facilmente	34
Figura 17 - Amostra sinterizada a 700°C por 2 horas, apresenta sinais claros de vitrificação.....	35
Figura 18 - Corpos de prova antes da sinterização (A) e depois da sinterização (B) a 650°C por 1 hora, os corpos de prova não apresentaram sinais de vitrificação.....	36
Figura 19 - Amostra aumentada 200 vezes em microscópio ótico, corpo de prova com distribuição uniforme de partículas e sem sinais de cristalização na superfície.....	37
Figura 20 - Imagem feita pelo MEV com ampliação de 200 vezes, evidenciando a distribuição uniforme das partículas e a formação de espaços vazios (poros).	38
Figura 21 - Imagem feita pelo MEV com ampliação de 1000 vezes onde é possível observar as ligações superficiais das partículas.....	38

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Distribuição do vidro moído nas peneiras	29
Tabela 2 - Medidas de massa para o cálculo de porosidade.....	32

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 - Distribuição granulométrica do vidro moído nas peneiras 32

LISTA DE ABREVIATURAS

a.C	antes de Cristo
d.C	depois de Cristo
rpm	rotações por minuto
µm	micrômetro
MEV	microscópio eletrônico de varredura

LISTA DE SIGLAS

$^{\circ}\text{C}$	graus Celsius
Si-OH	Silanóis
SiO ₂	Sílica
Na ₂ O	Óxido de sódio
CaO	Óxido de cálcio
MgO	Óxido de magnésio
K	Potássio
Al	Alumínio
P _{ap}	porosidade aparente
D _{ap}	densidade aparente
P _u	peso úmido
P _s	peso seco
P _i	peso imerso
P _{total}	porosidade total
P _f	volume de poros fechados
$\rho_{\text{água}}$	densidade da água
%	por cento

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
1.1 PROBLEMA.....	14
1.2 OBJETIVO GERAL.....	14
1.3 OBJETIVOS ESPECIFICOS.....	14
1.4 JUSTIFICATIVA.....	14
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	15
2.1 VIDRO	15
2.2 FILTRAÇÃO EM MEMBRANAS	16
2.2.1 FILTRAÇÃO TANGENCIAL E DIRETA	18
2.3 ADSORÇÃO NA INTERFACE	19
2.4 HIDROFOBICIDADE E HIDROFILICIDADE	20
2.5 CONFORMAÇÃO LÍQUIDA EM MOLDE POROSO	20
2.5.1 FORMAÇÃO DA PAREDE	21
2.6 SINTERIZAÇÃO	22
2.6.1 MECANISMO DA SINTERIZAÇÃO VÍTREA	23
3 MATERIAL E MÉTODOS	25
3.1 DELINEAMENTO DA PESQUISA	25
3.2 LOCAL DA PESQUISA.....	25
3.3 MÉTODOS.....	25
3.3.1 PREPARAÇÃO DO PÓ DE VIDRO	26
3.3.2 PENEIRAMENTO	27
3.3.3 PRODUÇÃO E COLAGEM DA BARBOTINA	28
3.3.4 SINTERIZAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA.....	29
3.3.5 CARACTERIZAÇÃO DA MEMBRANA	30
3.3.5.1 DETERMINAÇÃO DE POROSIDADE E DENSIDADE APARENTE.....	30
3.3.5.2 MICROSCOPIA ÓTICA	31
3.3.5.3 MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA	32
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	33
4.1 MOAGEM E PENEIRAMENTO DO VIDRO	33
4.2 PRODUÇÃO DO MOLDE DE GESSO	34
4.3 PRODUÇÃO DA BARBOTINA	34
4.4 SINTERIZAÇÃO	35
4.5 CARACTERIZAÇÃO DAS MEMBRANAS	37
4.5.1 DETERMINAÇÃO DE POROSIDADE E ABSORÇÃO DE ÁGUA.....	37
4.5.2 MICROSCOPIA ÓTICA	38
4.5.3 MEV - MICROSPIA ELETÔNICA DE VARREDURA	39

5 CONCLUSÃO	40
6 REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	41

1 INTRODUÇÃO

Pode-se dizer que o vidro é o material de embalagens mais amigo do meio-ambiente. Esse material possui a característica única de ser 100% reciclável, além de todas as suas vantagens como material em si. Na sua reciclagem não só não há perda de material, mas também produz-se um novo vidro com qualidade idêntica à do original e esse processo pode ser repetido inúmeras vezes. E não só embalagens são produzidas a partir do vidro, ele também é a matéria prima para construção civil, móveis e vários setores das indústrias automotiva e de eletrodomésticos. E com o desenvolvimento da tecnologia ele vem inclusive sendo usado como matéria prima para produção de membranas de filtração.

A tecnologia do uso de membranas para microfiltração começou a se desenvolver nos anos 70 e no final da década de 1980 as membranas já eram usadas no tratamento de água devido à sua capacidade de reter bactérias (FONTES, 2013). Desde então essa área vem se desenvolvendo muito, com alto emprego de tecnologia para tentar melhorar a eficiência de retenção dos meios filtrantes.

Para uma membrana ser utilizada com eficiência em um processo de filtração ela deve apresentar seletividade e permeabilidade compatíveis com o processo. A seletividade e a permeabilidade de uma membrana variam de acordo com a distribuição e o tamanho médio dos poros e a espessura da camada de separação. Para se desenvolver uma membrana mais adequada para um processo o que se testa é basicamente o efeito da mudança de parâmetros (pressão, temperatura de queima) na produção da membrana (CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 2000).

Hoje essa tecnologia se faz presente principalmente nas indústrias de alimentos, bebidas e na área da saúde. O uso de membranas na indústria de alimentos e bebidas é considerada tecnologia de ponta para clarificação, fracionamento, dessalinização e esterilização de várias bebidas, sem fazer o produto final passar por mudanças térmicas que poderiam danificar sua qualidade. Na indústria farmacêutica as membranas são usadas para purificação de água, redução da carga microbiana, esterilização de produtos e purificação de ar comprimido.

1.1 PROBLEMA

Uma membrana de vidro sodo-cálcico produzida a partir de vidro reciclado através do processo de colagem de barbotinas pode ser utilizada em processos de filtração?

1.2 OBJETIVO GERAL

Verificar a possibilidade de sintetizar membranas de vidro a partir de vidro reciclado pelo processo de colagem de barbotinas e sinterização.

1.3 OBJETIVOS ESPECIFICOS

- Verificar a possibilidade da utilização do método de colagem de barbotinas para a produção de membranas filtrantes porosas a partir de vidro transparente.
- Verificar a eficiência da sinterização de um corpo verde produzido pelo método de colagem para a produção de um meio filtrante.
- Analisar a presença de poros nas membranas de vidro transparente produzidas pelo processo de colagem de barbotinas.

1.4 JUSTIFICATIVA

Testando novos processos de produção de membranas e alterando seus parâmetros é possível criar novas membranas de filtração com características únicas. Essas membranas podem ser produzidas por qualquer material que produza um filme com porosidade controlada. Isso dá margem para inúmeros materiais que inclui o vidro que pode ser usado para produzir membranas com boas características mecânicas, aliado à questão ambiental. Há uma carência grande nos estudos no método de produção de membranas chamado de colagem de barbotinas, método que será abordado nesse trabalho com a finalidade de acrescentar novos conhecimentos para futuras discussões sobre o assunto.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

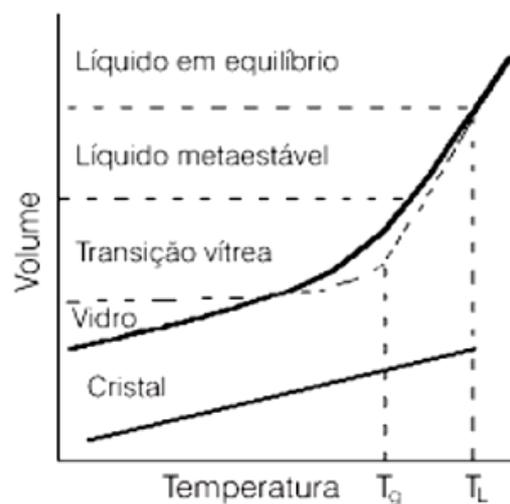
2.1 VIDRO

Há registros da utilização de vidro há pelo menos 5000 anos atrás por povos da Babilônia e pelos fenícios. Contudo, sua ampla popularização no mundo antigo deu-se apenas com os romanos entre 400 a.C e 300 d.C. Foi muito utilizado na idade média, principalmente na construção de igrejas, em vitrais, como ilustrado na Figura 1 (PINTO-COELHO, 2009).

O vidro é definido por Shelby (2005) como "um sólido amorfo com completa falta de estrutura atômica periódica em longas cadeias e com uma faixa de comportamento de transformação vítrea. Qualquer material, orgânico, inorgânico ou metálico, formado por qualquer técnica, que exiba um comportamento de transformação vítrea é um vidro."

O comportamento de transformação vítrea pode ser analisado com base na entalpia ou nos diagramas de volume por temperatura. Como entalpia e volume se comportam de forma similar o método escolhido não deve interferir na análise (SHELBY, 2005). Para a transformação vítrea ocorrer o material deve ser aquecido a uma temperatura acima da temperatura de líquido (T_L), e resfriado a uma temperatura inferior a temperatura de transição vítrea (T_g) (ALVES; GIMENEZ; MAZALI, 2001).

Figura 1 - Mudança de volume durante o resfriamento de um líquido, comportamento de transformação vítrea



Fonte: Alves, Gimenez, Mazali (2001)

O vidro é um material infinitamente reciclável e com 100% de aproveitamento. A partir de 1 kg de vidro é produzido 1 kg de vidro novo, não apresentando quaisquer diferenças de resistência ou qualidade do fabricado com matéria-prima virgem, independentemente de quantas vezes for utilizado. O processo de reciclagem é semelhante ao de produção, baseado na fusão e resfriamento do vidro (CESAR; DE PAULA; KROM, 2013).

2.2 FILTRAÇÃO EM MEMBRANAS

A filtração é um processo onde passa-se uma mistura a ser separada por um meio poroso, onde há a separação sólido-líquido através de processos físicos, podendo envolver fenômenos químicos ou biológicos (MULLER). As membranas tratam-se de barreiras semi-permeáveis com uma permeabilidade seletiva, que se dá devido às suas propriedades físicas e químicas. Devido à essa seletividade essas podem ser utilizadas para separar os produtos desejáveis de uma solução (SILVA, 2009).

Suas mais comuns aplicações se dão em processos de separação nas áreas de processamento de alimentos, esterilização bacteriana, tratamento de rejeitos industriais e processos têxteis e químicos (SILVA; LIRA, 2006).

Os processos de filtração são classificados de acordo com o tamanho do poro da membrana utilizada, como mostrado na Figura 2 os mais comuns: a microfiltração, ultrafiltração, nanofiltração e osmose reversa.

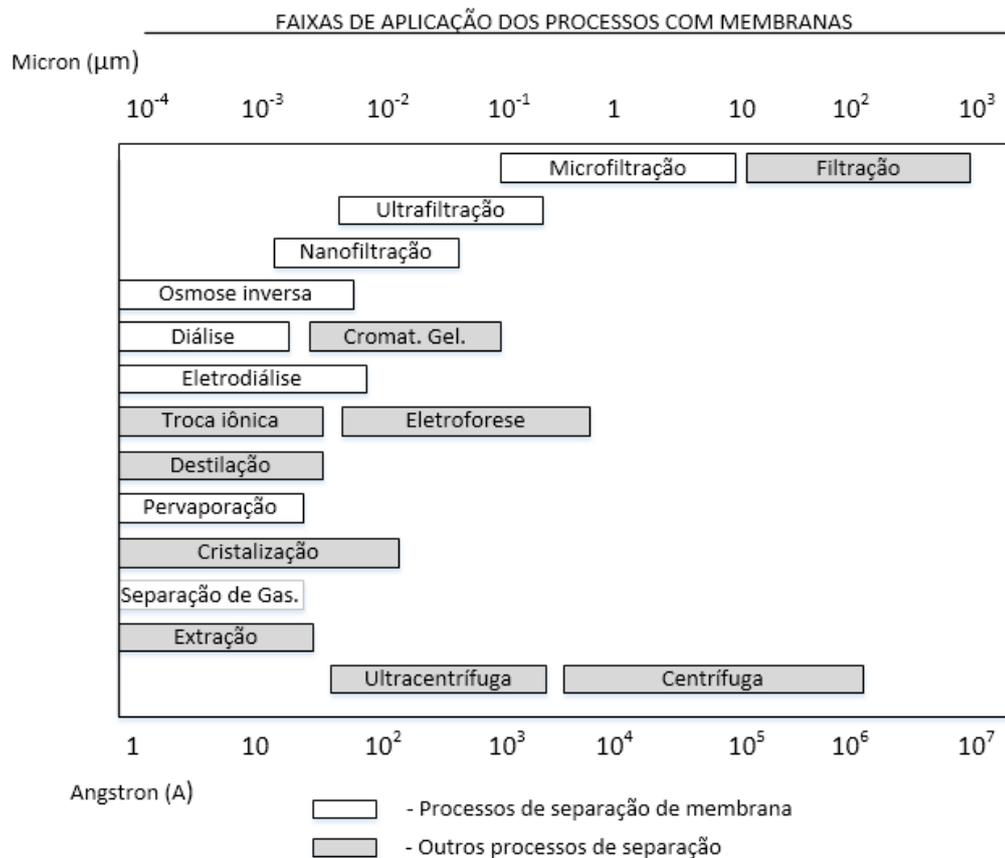


Figura 2 - Faixas de aplicação de processos de separação.

Fonte: Habet, Borges, Nobrega (2006).

Membranas podem ser produzidas a partir de qualquer material que permita a formação de um filme com porosidade controlada. As membranas são classificadas de acordo com sua textura e devido a aplicação a que é destinada (PELEGRIN, 2004).

Quanto ao material de formação as membranas sintéticas podem ser classificadas em inorgânicas e orgânicas. As membranas inorgânicas são produzidas a partir de cerâmicas, metais ou vidro, suportam temperaturas mais elevadas (acima de 150°C) e podem ser usadas em meios quimicamente agressivos, com alta acidez ou alta basicidade. Apresentam ainda uma vida útil mais longa e seu processo de limpeza é mais eficiente. Essas vêm sendo muito estudadas por permitirem a produção de estruturas microporosas muito variadas e um bom controle de distribuição de tamanho de poros. As membranas orgânicas são produzidas por síntese ou extrusão de produtos naturais. Embora as membranas orgânicas apresentem menores resistências térmica, química e mecânica, essas são

amplamente utilizadas na indústria devido a seu custo ser inferior às membranas inorgânicas (PELEGRIN, 2004).

As membranas sintéticas podem ainda ser classificadas quanto a seus aspectos morfológicos, onde são divididas em dois grandes grupos: membranas densas e porosas, exemplificadas na Figura 3 (HABERT; BORGES; NOBREGA, 2006). As membranas densas não apresentam poros em sua superfície e o transporte através delas se dá pelo mecanismo de solução-difusão. As membranas porosas possuem boa resistência mecânica mas, para permitir uma alta permeação, devem ser finas (PELEGRIN, 2004).

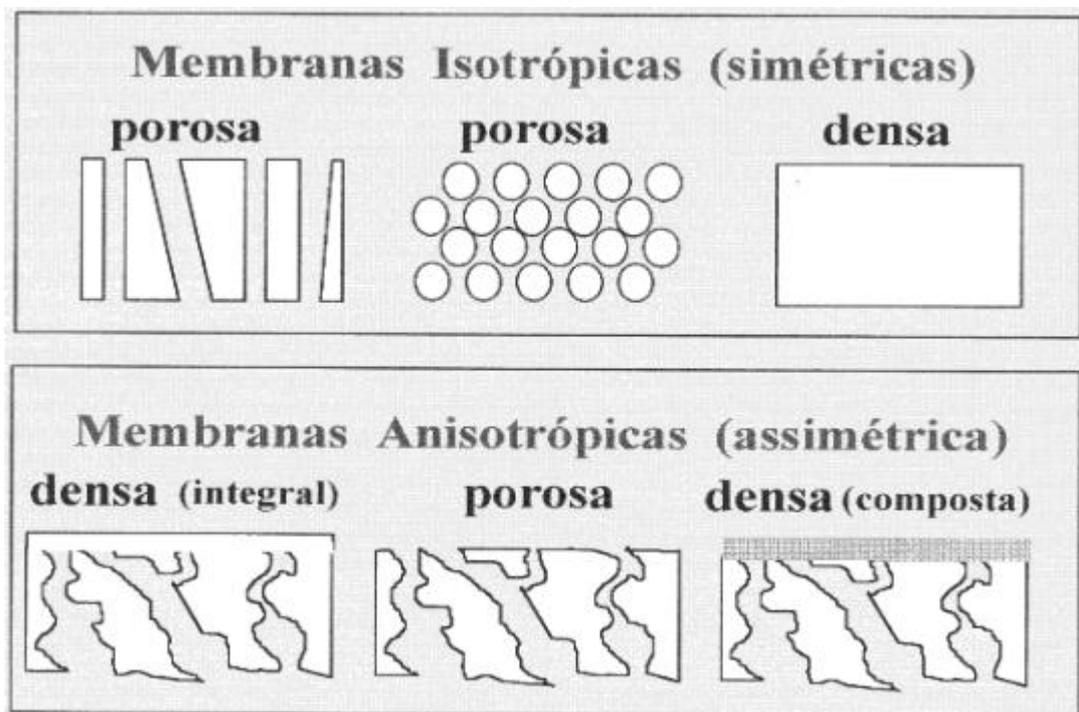


Figura 3 - Representação esquemática da morfologia de membranas sintéticas.

Fonte: Habert, Borges, Nobrega (1997).

2.2.1 Filtração Tangencial E Direta

A microfiltração em membranas pode ocorrer por dois métodos: com fluxo frontal ou "dead-end-filtration", e com fluxo de filtração tangencial ou "cross-flow filtration" como mostra a Figura. No "dead-end-filtration" o fluxo é perpendicular à membrana, há então nela o acúmulo de materiais sólidos e com isso o processo de

filtração fica prejudicado. Como mostra a Figura 4, no método tangencial o fluxo é paralelo à membrana, e devido a isso ocorre a autolimpeza da superfície da membrana (MULLER, 2013).

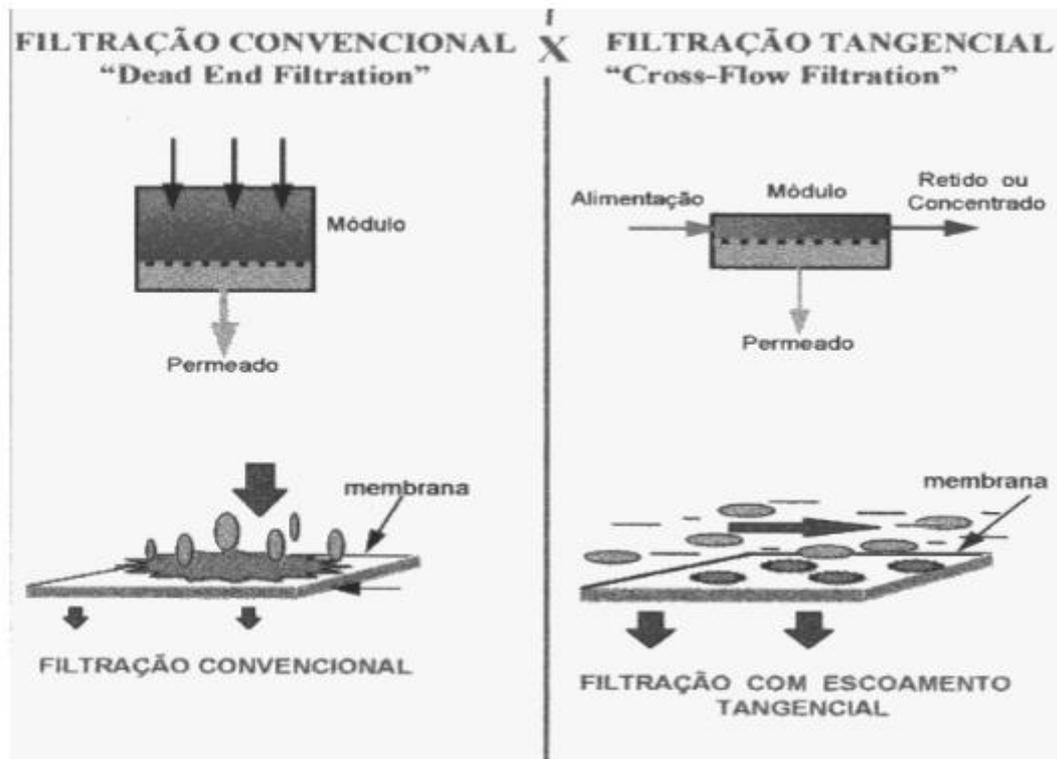


Figura 4 - Representação ilustrativa dos métodos de filtração convencional e tangencial.

Fonte: PELEGRIN, 2004.

2.3 ADSORÇÃO NA INTERFACE

O processo de adsorção em interfaces sólidas é de essencial importância em processos de filtração de sistemas coloidais. Caso haja perda de energia no processo de colisão da molécula com a superfície esta pode então ligar-se à superfície por forças de diferentes naturezas, podendo ser de natureza física (fisissorção) ou de natureza química (quimissorção) (VIEIRA, 2002).

A fisissorção é caracterizada por interações entre adsorvente e adsorvato fracas, do tipo de Van der Waals, e baixas entalpias. Já a quimissorção é caracterizada por uma interação forte entre adsorvente e adsorvato, podendo ser por

exemplo ligações covalentes, e conseqüentemente calores de adsorção mais altos (ATKINS; DE PAULA, 2008).

Os fenômenos na superfície de uma membrana estão ligados a características da superfície, que podem ser caracterizadas como hidrofóbicas ou hidrofílicas. Segundo a mesma autora membranas vítreas possuem comportamento hidrofílico (VIEIRA, 2002).

2.4 HIDROFOBICIDADE E HIDROFILICIDADE

As membranas podem ser caracterizadas como hidrofóbicas ou hidrofílicas conforme apresentem afinidade com água. A afinidade das membranas hidrofílicas com a água dá-se por essas apresentarem grupos polares (VIEIRA, 2002).

Membranas hidrofóbicas apresentam baixa polaridade e baixa energia superficial. Essas podem ser utilizadas para extração de solventes não polares, ozonização da água, etc. (DELCOLLE, 2010).

Membranas vítreas possuem naturalmente um comportamento hidrofílico pois apresentam agrupamentos silanóis (Si-OH) em sua superfície, um agrupamento muito polar (VIEIRA, 2002).

2.5 CONFORMAÇÃO LÍQUIDA EM MOLDE POROSO

O desenvolvimento de moldes de gesso e da colagem na Europa nos séculos XVIII e XIX revolucionaram a indústria de cerâmica, proporcionando a produção em massa de produtos idênticos e de alta qualidade (JENKINS, 2014).

Esta técnica de consiste em verter uma suspensão cerâmica em um molde poroso, o qual remove parte do líquido por capilaridade, resultando em um compacto na superfície do molde. Quando a parede atinge a espessura desejada é atingida o restante da suspensão é eliminada (CIESIELSKI, 2012).

O processo de colagem de barbotinas é descrito por Matias (2007) e ilustrado na Figura 5 nos seguintes passos: "a preparação de uma suspensão fluida e incorporação de aditivos de processamento, moagem, peneiramento ou outra forma de classificação, eliminação de bolhas com aplicação de vácuo,

preenchimento de um molde poroso, formação da parede, drenagem, secagem parcial (com o corpo ainda na matriz), separação da matriz (desmoldagem) e, às vezes, limpeza e acabamento da superfície antes da secagem final".

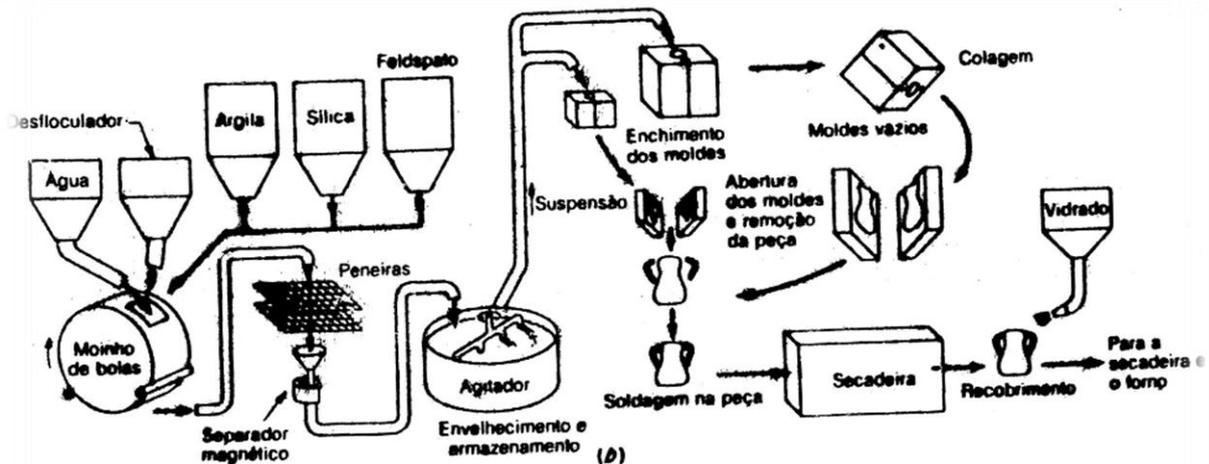


Figura 5 - Colagem de barbotina

Fonte: MATIAS, 2007

As principais variáveis que afetam o processo de conformação são, o tamanho das partículas, o formato das partículas, as cargas na superfície e o grau de aglomeração pela dispersão, sendo todos esses ligados à viscosidade da suspensão (RICHERDSON,1992).

2.5.1 Formação Da Parede

A formação de uma camada consolidada de partículas na superfície do molde no processo de colagem de barbotina se dá pela filtração do solvente no molde, como mostra a Figura 6 a seguir, e pode ser tratada como um processo de escoamento de líquido através de um leito de partículas sólidas com sua espessura variando com o tempo (MATIAS, 2007).

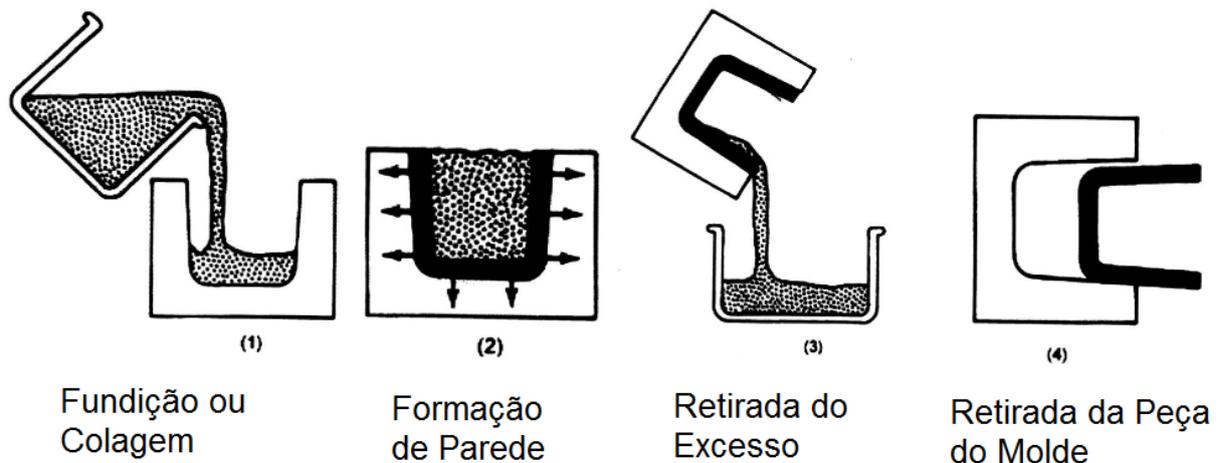


Figura 6 - Ilustração esquemática do processo de drenagem do molde de gesso.

Fonte: RICHERSON, 1992.

2.6 SINTERIZAÇÃO

A sinterização é um método muito antigo para produção de cerâmicas, mas é também largamente utilizada para produção de refratários, polímeros, metais e outros materiais compósitos. A sinterização é um fenômeno de caráter universal que se dá devido a fenômenos de transferência de massa, ocorrendo sempre a uma temperatura inferior a temperatura de fusão do componente sinterizado, portanto sem a formação do estado líquido. Esse fenômeno se dá pela redução da energia livre do sistema, podendo ser verificada pela redução na curvatura dos pó e da área superficial (GERMAN, 1984). Essa técnica permite então a produção de corpos porosos a partir de pós.

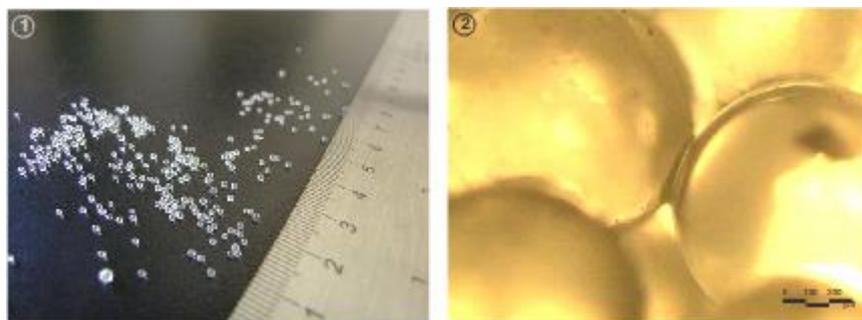


Figura 7 - Sinterização de esferas de vidro. Microesferas de vidro de ~1mm de diâmetro foram aquecidas dentro do mesmo forno, à temperatura de 750°C durante 1 hora. As microesferas sinterizam e apresentam formação do pescoço característico do processo de sinterização.

Fonte: Sinterização. Disponível em:

<[http://www.cienciadosmateriais.org/index.php?acao=exibir&cap=22#_ftn\(3\)](http://www.cienciadosmateriais.org/index.php?acao=exibir&cap=22#_ftn(3))> Acesso em:

25/05/2017.

O ciclo de sinterização é definido por quatro parâmetros: taxa de aquecimento, temperatura de patamar, tempo de patamar e taxa de resfriamento. Cada qual tendo um efeito sobre o corpo sinterizado. A taxa de aquecimento influencia a cinética de sinterização, ela que determina se as transformações esperadas ocorrem e se são estáveis. A temperatura de patamar influencia no fluxo difusivo do corpo verde. O coeficiente de difusão é diretamente proporcional ao aumento de temperatura, sendo essa uma condição desejada (FURLAN, 2013).

2.6.1 Mecanismo Da Sinterização Vítea

Os mecanismos da sinterização estão ligados ao transporte de massa, que definem a cinética da sinterização. As movimentações se dão para diminuir a energia os gradientes de potencial termodinâmico (FURLAN, 2013). Os diversos mecanismos que estão associados a sinterização são: difusão superficial, difusão na rede (partindo da superfície), transporte por fase de vapor (condensação/evaporação), difusão no contorno do grão, difusão na rede (partindo do contorno do grão), escoamento plástico e escoamento viscoso.

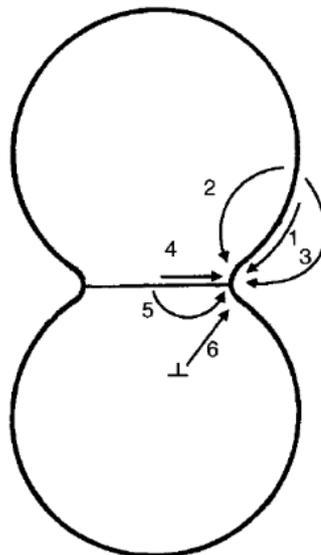


Figura 8 - Mecanismos presentes durante a sinterização do pó.

1- Difusão superficial; 2- difusão na rede (partindo da superfície); 3- transporte por fase de vapor (condensação/evaporação); 4 - difusão no contorno do grão; 5- difusão na rede (partindo do contorno do grão); 6 - escoamento plástico e escoamento viscoso.

Fonte - Furlan, K. 2013.

Em sistemas vítreos o transporte atômico durante a sinterização se dá principalmente por fluxo viscoso. A diferença de pressão entre regiões e diferentes

curvaturas cria tensões de cisalhamento que provocam o fluxo viscoso do material em direção à área de contato entre as partículas, fazendo surgir os pescoços (VIEIRA, 2002).

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 DELINEAMENTO DA PESQUISA

Visando facilitar o entendimento e os objetivos desse trabalho foi realizada a sua classificação de acordo com sua natureza, sua abordagem em relação ao problema, o propósito do assunto e seus procedimentos.

Com relação à sua natureza a pesquisa é classificada como uma pesquisa aplicada, que conforme Silva e Menezes (2005): "objetiva gerar conhecimentos para aplicação prática e dirigidos à solução de problemas específicos."

Do ponto de vista da forma de abordagem essa pesquisa se qualifica como uma pesquisa quantitativa, onde seus parâmetros de operação e seus resultados podem ser transferidos para números para classificá-los e analisá-los (SILVA; MENEZES, 2005).

Do ponto de vista de seus objetivos técnicos, essa é uma pesquisa explicativa, uma vez que essa foca em determinar os fatores que contribuem para a melhor qualidade do produto final e explicar a razão dessa melhora (GIL, 2008).

Do ponto de vista de procedimento técnico essa pesquisa é classificada como uma pesquisa experimental, que de acordo com Silva e Menezes (2005) nessa pesquisa: "se determina um objeto de estudo, selecionam-se as variáveis que seriam capazes de influenciá-lo, definem-se as formas de controle e de observação dos efeitos que a variável produz no objeto".

3.2 LOCAL DA PESQUISA

Os experimentos foram realizados nos Laboratórios de Conformação Mecânica, de Ensaio de Materiais e Metalografia, do Departamento de Engenharia Mecânica, localizados na Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Câmpus Ponta Grossa.

3.3 MÉTODOS

A metodologia utilizada pode ser compreendida conforme a Figura 7, apresentada a seguir:

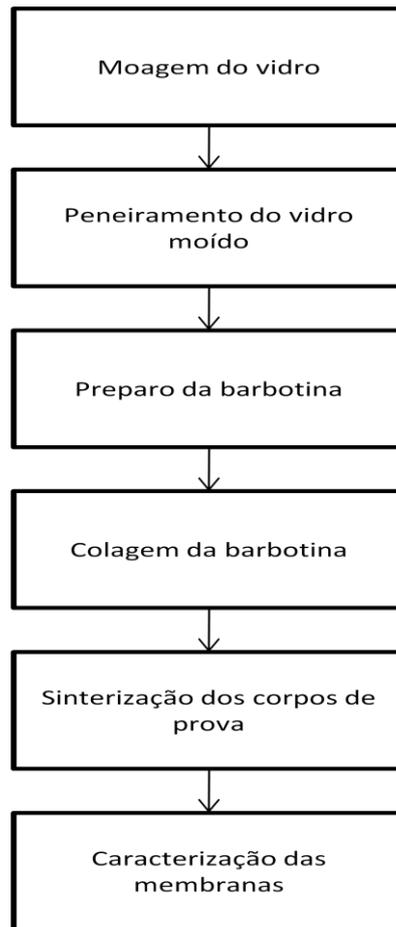


Figura 9 - Fluxograma do processo de produção de membranas a partir de vidro reciclado.

3.3.1 Preparação Do Pó De Vidro

O pó de vidro foi produzido a partir de garrafas de vidro transparentes, que foram previamente lavadas e secas, em seguida o vidro foi quebrado utilizando um martelo para facilitar uma fragmentação homogênea no moinho de bolas e em seguida foi moído no moinho de bolas Servitech modelo CT 240/A.



Figura 10 - Moinho de bolas.

Fonte: Autoria própria.

O moinho trabalhou com 20% de seu volume ocupado pelas bolas e 30% pelas partículas de vidro, com uma rotação de 36 rpm por 4 horas.

3.3.2 Peneiramento

O peneiramento foi feito utilizando uma mesa vibratória Bertel Tamis 5", localizada no laboratório de operações unitárias da UTFPR - Câmpus Ponta Grossa.

As peneiras utilizadas foram as Mesh de 32, 80, 170, 200 e 270. Após o peneiramento foi escolhido para trabalhar com as partículas que ficaram retidas na peneira de 200 Mesh de diâmetro entre 0,074 mm e 0,088mm.



Figura 11 - Mesa vibratória para peneiramento

Fonte: Autoria própria

3.3.3 Produção e colagem da barbotina

A barbotina foi produzida com 50 gramas do vidro moído selecionado, 30 ml de água e 0,50 gramas de silicato de sódio, pesados em balança eletrônica AUX220 Shimadzu, no laboratório de caracterização de materiais metálicos da UTFPR - Campus Ponta Grossa.



Figura 12 - balança a precisão

Fonte: Autoria própria

Foi despejado a barbotina em molde de gesso com 4 orifícios de 25mm de diâmetro e 12 de profundidade e aguardado 48 horas para sua completa secagem.

3.3.4 Sinterização Dos Corpos De Prova

Após a remoção dos corpos de prova dos moldes de gesso eles foram levados a mufla Jung, modelo 0612, para a queima à temperaturas de 650°C por 60 minutos, com uma taxa de elevação de 45°C/min.

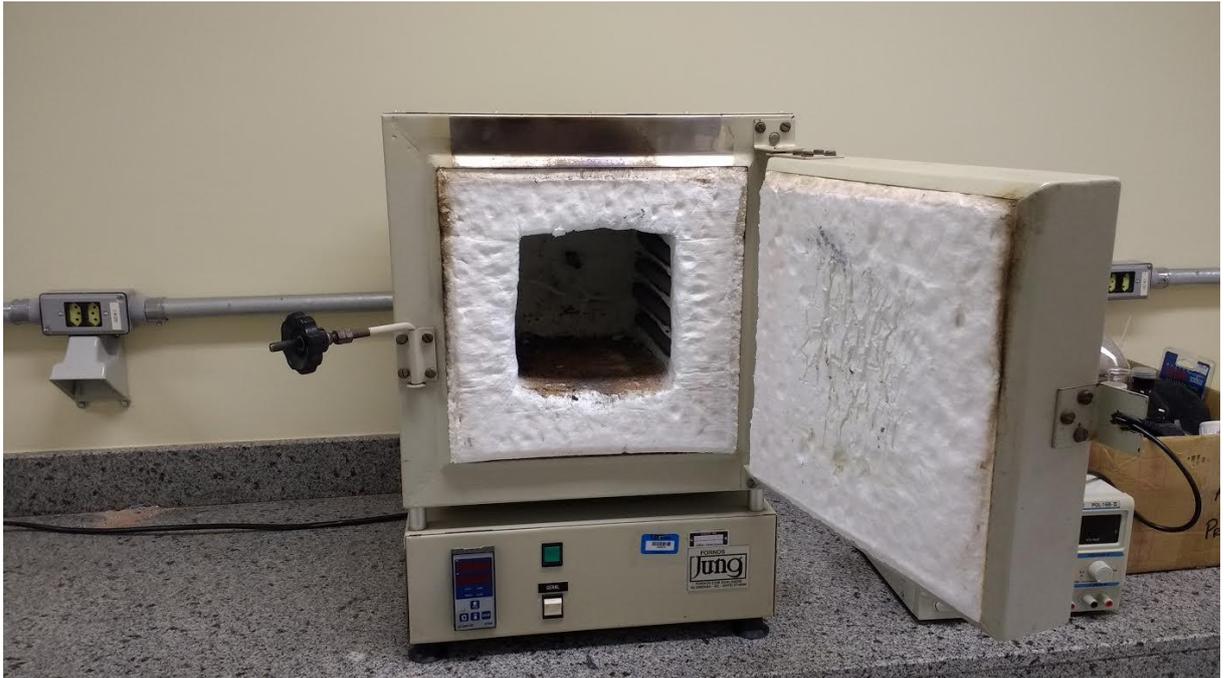


Figura 13 - Mufla utilizada para a sinterização

Fonte: Autoria própria

3.3.5 Caracterização Da Membrana

3.3.5.1 Determinação de porosidade e densidade aparente

Serão encontrados a porosidade e a densidade aparente da membrana utilizando o método de imersão, baseado no Princípio de Arquimedes, usando água como fluido, de acordo com a norma ASTM C373-88 (2006).

Com a obtenção do peso seco, imerso e úmido da membrana é possível calcular a porosidade e a densidade aparente utilizando respectivamente as equações 3.1 e 3.2 descritas abaixo:

$$P_{ap} = \left[\frac{P_u - P_s}{P_u - P_i} \right] \times 100 \quad (3.1)$$

$$D_{ap} = \left[\frac{P_s}{P_u - P_i} \right] \times \rho_{\text{água}} \quad (3.2)$$

Onde:

P_{ap} : porosidade aparente;

D_{ap} : densidade aparente,

P_u : peso úmido;

P_s : peso seco;

P_i : peso imerso;

$\rho_{\text{água}}$: densidade da água (PRADO, 2014).

3.3.5.2 Microscopia ótica

As amostras foram levadas para análise em microscópio ótico modelo Olympus BX 61 do Laboratório de Preparação Metalográfica da UTFPR – Câmpus Ponta Grossa para análise da superfície das membranas com um aumento de 200 vezes.



Figura 14 - Microscópio ótico.

Fonte: Autoria própria

3.3.5.3 Microscópio eletrônico de varredura

As análises microestruturais das membranas foram avaliadas no microscópio eletrônico de varredura (MEV) TESCAN VEGA3 do Laboratório de Preparação Metalográfica da UTFPR – Câmpus Ponta Grossa.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 MOAGEM E PENEIRAMENTO DO VIDRO

A moagem foi realizada conforme descrito no item 3.3.1. e peneirado conforme o item 3.3.2. A distribuição das amostras de vidro moído nas peneiras está descrito na tabela 1.

Tabela 1 - Distribuição do vidro moído nas peneiras

Mesh	Peso de pó (g)	Massa %
32	315,58	26%
80	394,46	33%
170	305,50	25%
200	168,26	14%
270	15,68	1%
Fundo	5,02	0%
Total	1203,44	100%

As peneiras de 32 e 80 Mesh foram selecionadas para retirar partículas de vidro mais grossas que não foram bem moídas no moinho de bolas, evitando que essas pudessem danificar as peneiras mais finas. A massa retida na peneira de 270 e do fundo não foi suficiente para o preparo das amostras, foi então escolhido utilizar o pó retido na peneira de 200 Mesh. Utilizando a tabela de conversão de Mesh para milímetro conclui-se que ficaram retidas na peneira de 200 Mesh partículas menores que 0,088mm e maiores que 0,074mm.

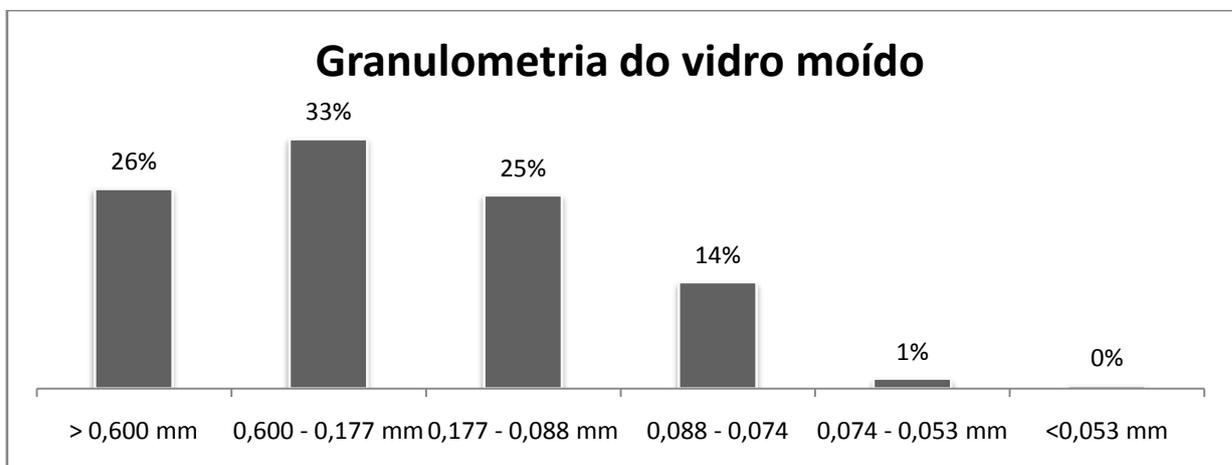


Gráfico 1 - Distribuição granulométrica do vidro moído nas peneiras.

4.2 PRODUÇÃO DO MOLDE DE GESSO

Para realizar a colagem da barbotina foi produzido um molde de gesso utilizando 500g de pó de gesso e 500ml de água. Foram inseridos parcialmente 4 corpos metálicos cilíndricos de 1 polegada de diâmetro por 1 polegada de altura, revestidos por uma leve camada de vasilina sólida, para evitar que os corpos aderissem ao gesso. Com 144 horas à temperatura ambiente o molde secou, e os corpos metálicos foram removidos, deixando o espaço desejado para realizar a colagem da barbotina.



Figura 15 - Molde de gesso, furações com 25mm de diâmetro e 15mm de profundidade

Fonte: Autoria própria

4.3 PRODUÇÃO DA BARBOTINA

Foram produzidas 2 amostras da barbotina seguindo a metodologia descrita no item 3.3.3. Cada amostra com 50g de vidro moído foi suficiente para produção de 3 corpos de prova. No total desse trabalho foram produzidos 6 corpos de prova.

Depois de despejado cuidadosamente no molde de gesso as amostras foram deixadas à temperatura ambiente, expostas ao ar e levaram em torno de 48 horas, até que apresentassem aspecto de secas e portanto prontas para serem retiradas do molde.

As amostras secas retiradas do gesso apresentam ainda baixa resistência física e soltam pó facilmente, como ilustra a figura 14, onde foi esfregada a membrana com o dedo e pó aderiu no dedo.



Figura 16 - Membrana retirada do gesso, apresenta pouca resistência física, o pó se solta facilmente.

4.4 SINTERIZAÇÃO

Foram testadas duas temperaturas para sinterização. A primeira sinterização foi feita a 700°C por 2 horas, com uma taxa elevação de 45°C por minuto. A amostra final apresentou visualmente uma alta cristalização, altíssima resistência mecânica e pouca capacidade de absorção de água. A temperatura e o tempo de sinterização foram então reduzidos.



Figura 17 - Amostra sinterizada a 700°C por 2 horas, apresenta sinais claros de vitrificação.

Na amostra seguinte foi testada a sinterização a 650°C por 1 hora com uma taxa de elevação de 45°C por minuto. O corpo não apresentou visualmente cristalização, teve boa capacidade de adsorção de água e um leve ganho de resistência mecânica, deixando de soltar pó quando em contato físico.

Foi portanto replicada a sinterização nessas condições para os demais corpos de prova, afim de produzir mais amostras para confirmação de resultados. Os demais corpos de prova apresentaram comportamento muito semelhante ao primeiro, conforme o esperado.

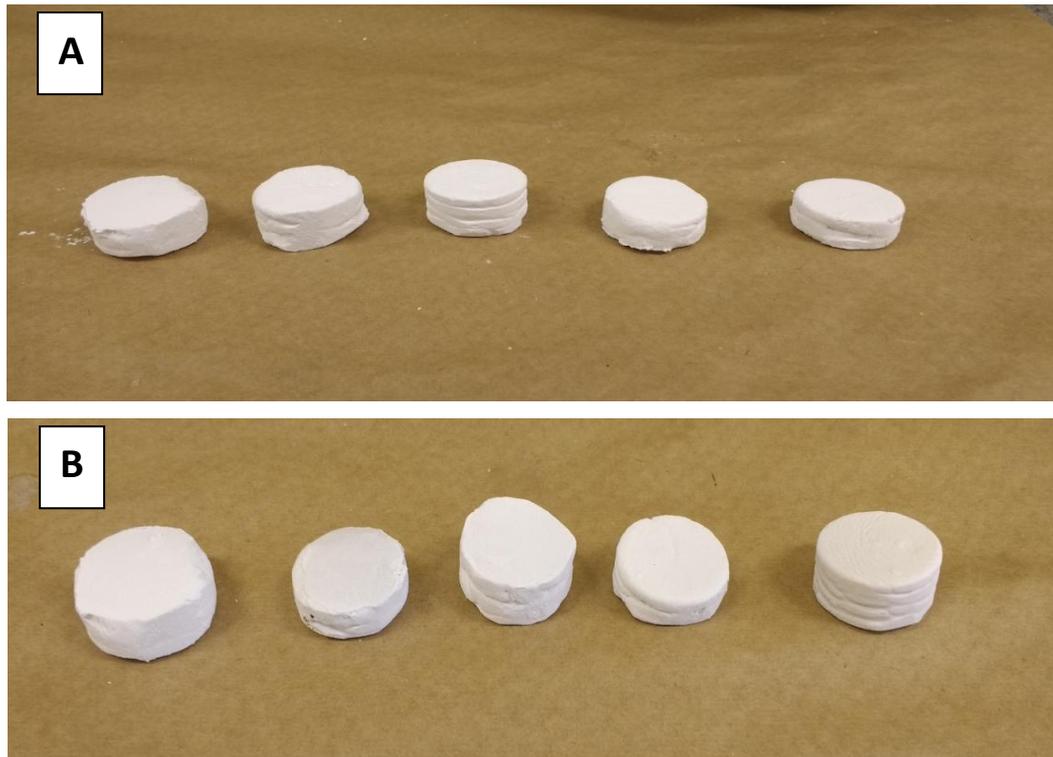


Figura 18 - Corpos de prova antes da sinterização (A) e depois da sinterização (B) a 650°C por 1 hora, os corpos de prova não apresentaram sinais de vitrificação.

4.5 CARACTERIZAÇÃO DAS MEMBRANAS

4.5.1 Determinação De Porosidade E Absorção De Água

Foram feitas as medidas de massa seca, massa úmida e massa imersa para os 5 corpos de prova, conforme descrito na tabela 2. Com esses valores foi calculado a porosidade e a densidade aparente, de acordo com as equações 3.1 e 3.2.

Tabela 2 - Medidas de massa para o cálculo de porosidade.

Amostra	Massa seca (g)	Massa úmida (g)	Massa imersa (g)	Porosidade (%)	Densidade aparente
1	10,686	11,333	6,118	12,407	2,049
2	9,180	10,776	5,331	29,311	1,686
3	9,745	10,983	5,647	23,201	1,826
4	7,606	8,147	4,398	14,431	2,029
5	7,693	8,434	4,507	18,869	1,959
Média	8,982	9,935	5,200	19,664	1,910

O teste de porosidade portanto confirma o resultado visual das amostras sinterizadas. Os 5 corpos apresentaram grau de porosidade e capacidade de adsorção de água, podendo ser caracterizados portanto como meios filtrantes.

4.5.2 Microscopia Ótica

Após sinterizadas, as membranas foram levadas ao microscópio ótico (MO) para análise. Com a ampliação de 200 vezes, conforme mostra a figura 15, foi constatado a distribuição uniforme das partículas na superfície da membrana e não foram encontrados sinais de cristalização da amostra, indicando que a sinterização foi bem sucedida. Para confirmação da sinterização e da formação de poros foram levados os corpos de prova para análise no microscópio eletrônico de varredura (MEV).



Figura 19 - Amostra aumentada 200 vezes em microscópio ótico, corpo de prova com distribuição uniforme de partículas e sem sinais de cristalização na superfície.

4.5.3 MEV - Microscopia Eletônica De Varredura

A partir a microscopia eletrônica de varredura foi confirmado a distribuição uniforme das partículas e a sinterização foi concluída bem sucedida, tendo-se formado ligações superficiais onde as partículas de vidro se tocam e havendo a formação de poros nos espaços vagos e sem sinais de vitrificação.

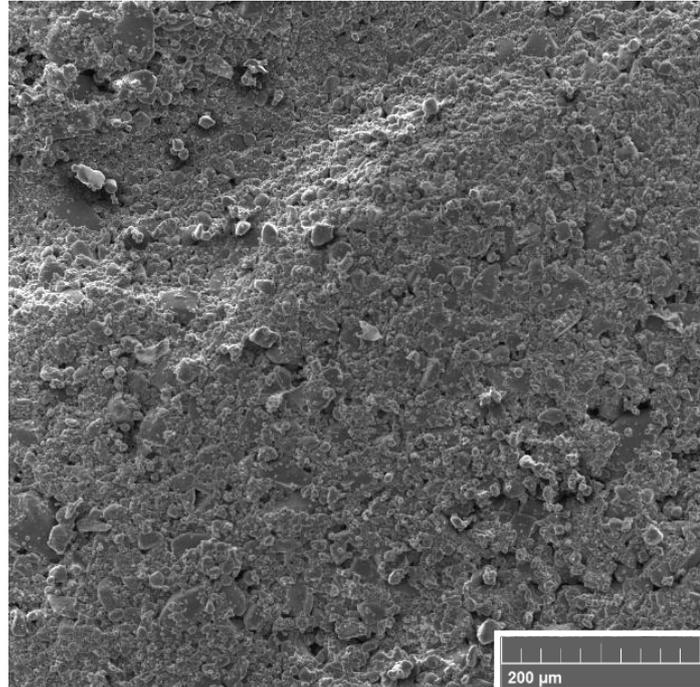


Figura 20 - Imagem feita pelo MEV com ampliação de 200 vezes, evidenciando a distribuição uniforme das partículas e a formação de espaços vazios (poros).

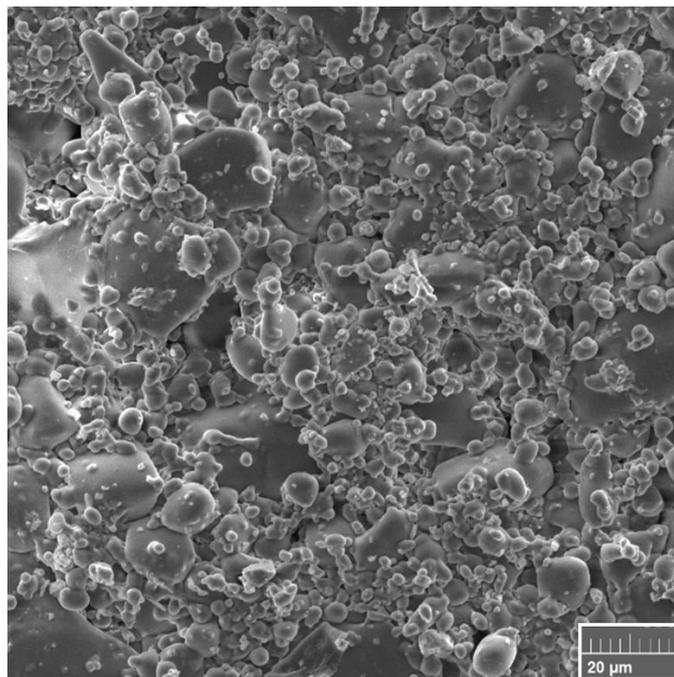


Figura 21 - Imagem feita pelo MEV com ampliação de 1000 vezes onde é possível observar as ligações superficiais das partículas.

5 CONCLUSÃO

O presente trabalho tinha por objetivo verificar a viabilidade da produção de membranas filtrantes utilizando vidro reciclado, moído, colado pelo método de colagem de barbotinas e sinterizado e posterior caracterização da membrana.

Utilizando os dados apresentados acima estabelece-se as seguintes considerações. O método de colagem para partículas de vidro moído com diâmetros entre 0,088mm e 0,074mm é bem sucedida, obtendo-se uma distribuição uniforme, formação de espaços vazios e certa resistência mecânica na cerâmica formada. É possível obter uma maior seletividade na membrana produzida diminuindo o tamanho dos poros porém é importante verificar a viabilidade da colagem para partículas de diâmetro diferentes.

A sinterização tem como variáveis a temperatura e o tempo, sendo que com a metodologia descrita o corpo de prova ganha resistência e garante a formação de poros, sem sinais de vitrificação, sendo considerada portanto bem sucedida. Porém estudos futuros podem ainda otimizar essa etapa alterando as variáveis para ganho de resistência mecânica da membrana.

Devido a indisponibilidade de equipamentos para realizar a porosimetria de mercúrio não foi possível determinar a seletividade da membrana produzida. Porém a análise no microscópio eletrônico de varredura (MEV) confirmou a presença de poros na superfície da membrana.

Conclui-se então que a metodologia apresentada no trabalho é viável para a produção de membranas filtrantes utilizando vidro. É necessária atenção quanto ao tamanho das partículas de vidro utilizadas, a temperatura e o tempo de sinterização, caso esses sejam elevados demais o vidro se liquefaz e ocupa os espaços vazios, fazendo a membrana perder sua capacidade filtrante. Essas análises abrem oportunidades para futuros trabalhos para se obter membranas com diferentes seletividades e resistências mecânicas.

6 REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

ATKINS, P. W.; PAULA, Julio de. **Físico-química**. 8. ed. Rio de Janeiro, RJ: LTC, 2008. 2 v. ISBN 9788521616009 (v.1).

BARROS, Carolina. **Materiais de construção edificações**. Pelotas, 2010. (Apostila) Disponível em: < <https://edificacoes.files.wordpress.com/2011/04/apo-vidros-completa-publicac3a7c3a3o.pdf>>

CATÃO, Anderson José Lopes. **Estudo De Adsorção De Íons Cobre(II) Em Esferas De Quitosana E Esferas De Quitosana Reticulada**. 2012. 65 f. Tese (Bacharelado) - Curso de Química Industrial, Universidade Estadual de Goiás, Anápolis, 2012. Disponível em: <[http://www.unucet.ueg.br/biblioteca/arquivos/monografias/TCC_-_Estudo_de_Adsorcao_de_ions_cobre\(II\)_em_Esferas_de_Quitosana_e_Esferas_de_Quitosana_Reticul.pdf](http://www.unucet.ueg.br/biblioteca/arquivos/monografias/TCC_-_Estudo_de_Adsorcao_de_ions_cobre(II)_em_Esferas_de_Quitosana_e_Esferas_de_Quitosana_Reticul.pdf)>. Acesso em: 30 nov. 2015.

CIESIELSKI, Juliano Swiech. **Tenacificação De Laminados Cerâmicos: Multita E Monoporosa**. 2012. 44 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia e Ciência de Materiais, Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2012. Disponível em: <http://www.bicentede.uepg.br/tde_busca/arquivo.php?codArquivo=1002>. Acesso em: 30 nov. 2015.

CETEC-MG, 2010. **Ciência dos Materiais no Ensino Médio e na Escola Profissionalizante**. Capítulo C.17.Sinterização. Disponível em: <<http://www.cienciadosmateriais.org/index.php?acao=exibir&cap=22>>. Acessado em 27 mai de 2017.

CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 2000, São Pedro - Sp. **Estudo Comparativo do Processamento de Materiais Porosos a Base de Alumina Obtidos por Prensagem e por Colagem**. São Pedro: São Paulo, 2000. 36208 p. FONTES, Luiz. **História da membrana filtrante**. 2013. Disponível em: <<https://bancadapronta.wordpress.com/2013/07/03/historia-da-membrana-filtrante/>>. Acesso em: 1 dez. 2015.

HABERT, A., C; BORGES, C.P.; NÓBREGA, R. **Processos de Separação com Membranas**. Rio de Janeiro: E-papers Serviços Editoriais Ltda, 2006. 180p.

HABERT, A.C.; BORGES, C.P.; NOBREGA, R. Aspectos gerais dos processos com membranas. In: HARBERT, A.C.; BORGES, C.P.; NOBREGA, R.

Processos de separação com membranas. Rio de Janeiro: Editora da Universidade Federal do Rio de Janeiro, 1997. cap.1.

JENKINS, Dan. **Mold Making for Glass Art**. Victoria B.C., 2014. (Apostila)

Disponível em:

<<http://www.glasscampus.com/tutorials/pdf/mold.making.for.glass.art.pdf>>

FURLAN, K. P. **Estudo da sinterização e evolução microestrutural de misturas de Fe-MoS₂**. 2013. Tese (Mestrado) - Curso de Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina. Disponível em:

<<https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/106883/319276.pdf?sequence=1>>. Acessado em: 26 mai 2017.

GERMAN, R. M. **Powder Metallurgy Science**. Metal Powder Industries Federation Princeton, NY, 1984.

MATIAS, Eduardo Martins. **Obtenção de materiais cerâmicos com gradiente de porosidade, utilizando-se a técnica de colagem de barbotina**. 2007. 83 f. Tese (Pós-Graduação) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade do Vale do Paraíba, São José dos Campos, 2007. Disponível em:

<<http://biblioteca.univap.br/dados/000002/0000022F.pdf>>. Acesso em: 30 nov. 2015.

MÜLLER, Laura Cecilia. **Filtração de Água com Escoamento Tangencial Helicoidal em Madeira da Espécie *Tabebuia cassinoides* (Lam.) DC**. 2013. 83 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Sanitária e Ambiental, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2013. Disponível em: <[https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/125070/TCC Final Laura Cecilia Müller.pdf?sequence=1](https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/125070/TCC%20Final%20Laura%20Cecilia%20Muller.pdf?sequence=1)>. Acesso em: 30 nov. 2015.

PELEGRIN, Dariana Castellanos. **Microfiltração Tangencial de Efluente Sanitário após Tratamento Biológico**. 2004. 131f. Tese (Mestrado em Engenharia Ambiental) -Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis,

Brasil. Disponível em:

<<https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/87076/207177.pdf?sequence=1>>. Acesso em: 30 nov. 2015.

PINTO-COELHO, Ricardo Motta. **Reciclagem e Desenvolvimento Sustentável no Brasil**. Belo Horizonte: Recóleo, 2009. Disponível em:

<http://www.ecologia.icb.ufmg.br/~rpcoelho/Livro_Reciclagem/Projeto_Cezar/cap6 vidro.pdf>. Acesso em: 30 nov. 2015.

PRADO, Giovana Gabriel. **Projeto de Caracterização de Membranas Cerâmicas Utilizando Microfibras Como Percursoras de Porosidade**. 2014.

106 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia Mecânica, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2014.

RICHERESON, D. W. **Modern Ceramic Engineering**. 2. ed. Marcel Dekker, Inc., New York, 1992.

SILVA, F. A.; LIRA, H. L.. Preparação e caracterização de membranas cerâmicas de cordierita. **Cerâmica**, Campina Grande, v. 2, n. 52, p.276-282, 2006.

Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/ce/v52n324/10.pdf>>. Acesso em: 30 nov. 2015.

SILVA, Edna Lúcia da; MENEZES, Estera Muszkat. **Metodologia da Pesquisa e Elaboração de Dissertação**. 4. ed. Florianópolis: Rev. Atual, 2005. Disponível em:

<https://projetos.inf.ufsc.br/arquivos/Metodologia_de_pesquisa_e_elaboracao_de_teses_e_dissertacoes_4ed.pdf>. Acesso em: 1 dez. 2015.

SILVA, Fernando Almeida da. **Desenvolvimento de Membranas Cerâmicas Tubulares a Partir de Matérias-Primas Regionais para Processo de**

Microfiltração. 2009. 163 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de

Processos, Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2009.

Disponível em: <<http://livros01.livrosgratis.com.br/cp112397.pdf>>. Acesso em: 30 nov. 2015.

VIEIRA, DELIA C. **Fabricação de elementos vítreos porosos para o depósito de polímeros visando a obtenção de membranas com superfícies ativas**.

2002. 146 páginas. Tese – Universidade de São Paulo - USP. Engenharia e Ciência dos Materiais.