

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

**JOÃO VÍTOR ROSA GOMES CORRÊA
RODRIGO FERRAZZA DE OLIVEIRA**

**OTIMIZAÇÃO DAS VARIÁVEIS NA PRODUÇÃO DE
MEMBRANA DE VIDRO RECICLADO PELO PROCESSO
DE SINTERIZAÇÃO COM POSTERIOR
CARACTERIZAÇÃO**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

**PONTA GROSSA
2017**

JOÃO VÍTOR ROSA GOMES CORRÊA

RODRIGO FERRAZZA DE OLIVEIRA

**OTIMIZAÇÃO DAS VARIÁVEIS NA PRODUÇÃO DE MEMBRANA
DE VIDRO RECICLADO PELO PROCESSO DE SINTERIZAÇÃO COM
POSTERIOR CARACTERIZAÇÃO**

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

Orientadora: Profa Me. Heliety
Rodrigues Borges Barreto

**PONTA GROSSA
2017**



TERMO DE APROVAÇÃO

Otimização das Variáveis na Produção de Membrana de Vidro Reciclado pelo Processo de Sinterização com Posterior Caracterização

por

João Vítor Rosa Gomes Corrêa

Rodrigo Ferrazza de Oliveira

Monografia apresentada no dia 10 de novembro 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. Dr. Luciano Fernandes
(UTFPR)

Prof. Me. Wagner Scheidt
(UTFPR)

Profa. Ma. Heliety Rodrigues Borges Barreto
(UTFPR)
Orientadora

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

A folha de aprovação assinada encontra-se na coordenação do curso de Engenharia Química

RESUMO

Este trabalho tem como objetivo a produção e caracterização de membranas de vidro reciclado, seguidas das análises das variáveis utilizadas e eficiência de cada uma. A produção da membrana é feita a partir da compactação da mistura de pó de vidro com cloreto de sódio, seguida da sinterização. A mistura foi prensada em três diferentes pressões de compactação, gerando amostras que foram sinterizadas em um forno também em três temperaturas diferentes. Para formar os poros, as amostras foram fervidas em água, fazendo com que o sal fosse removido e sendo criados espaços vazios nas membranas. Após a produção, foi feita a caracterização e observou-se melhores resultados nas membranas sinterizadas à 700°C e compactadas nas pressões de 154 e 216 MPa.

Palavras-chave: Membrana. Vidro reciclado. Compactação. Sinterização. Caracterização. Otimização.

ABSTRACT

This study aims the production and characterization of recycled glass membranes, followed by the analysis of the used variables and their efficiency. The membrane production is made from the compaction of glass powder and sodium chloride, followed by the sintering, which should happen at temperatures below the glass melting. The mix was pressed in three different pressures, generating samples that were sintered in an oven also in three different temperatures. To form the pores, the samples were boiled in water, removing the salt and creating empty spaces on the membranes. After the production, the characterization was made, observing better results on the membranes sintered at 700°C and compacted at higher pressures.

Keywords: Membrane. Recycled glass. Compaction. Sintering. Characterization. Optimization.

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1 - Variação de volume de uma massa fixa em função da temperatura**Error! Bookmark not defined.**
- Figura 2 Representação de um moinho de bolas **Error! Bookmark not defined.**
- Figura 3 Peneiramento laboratorial**Error! Bookmark not defined.**
- Figura 4 Prensagem por ação simples**Error! Bookmark not defined.**
- Figura 5 Prensagem por dupla ação**Error! Bookmark not defined.**
- Figura 6 Representação hipotética da formação de pescoços. **Error! Bookmark not defined.**
- Figura 7 Mudanças ocorridas no primeiro estágio de sinterização..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figura 8 Mudanças no segundo estágio de sinterização .. **Error! Bookmark not defined.**
- Figura 9 Mudanças no último estágio de sinterização..... **Error! Bookmark not defined.**
- Figura 10 Diferentes tipos de membranas de acordo com morfologia **Error! Bookmark not defined.**
- Figura 11 Moinho de bolas Servitech CT 240/A..**Error! Bookmark not defined.**
- Figura 12 Balança analítica utilizada**Error! Bookmark not defined.**
- Figura 13 Prensa utilizada para compactação**Error! Bookmark not defined.**
- Figura 14 Forno utilizado para sinterização**Error! Bookmark not defined.**
- Figura 15 Remoção de sal através de lavagem ..**Error! Bookmark not defined.**
- Figura 16 Método para medir massa imersa**Error! Bookmark not defined.**
- Figura 17 Etapas da produção**Error! Bookmark not defined.**

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação I Lei de Arrhenius	21
Equação II Definição de Frenkel	25
Equação III Relação para crescimento de pescoço de Frenkel.....	25
Equação IV Cálculo para fluxo viscoso em vidros.....	26
Equação V Cálculo de seletividade de membranas	28
Equação VI Cálculo de pressão	34
Equação VII Cálculo da porosidade	39
Equação VIII Cálculo da absorção de água	40
Equação IX Cálculo da densidade aparente	40
Equação X Cálculo da eficiência do processo.....	68
Equação XI Cálculo da retração.....	71

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 Relação de grupos a serem analisados	35
Tabela 2 - Distribuição dos tamanhos das partículas do pó de vidro	41
Tabela 3 - Dados das amostras	42
Tabela 4 - Dados das amostras sinterizadas à 650 °C.....	47
Tabela 5 - Dados das amostras sinterizadas à 700 °C.....	48
Tabela 6 - Dados das amostras sinterizadas à 750 °C.....	50
Tabela 7 - Dados das massas com sinterização à 650°C úmidas obtidas antes e depois de 4 horas de fervura.....	53
Tabela 8 Massas úmidas sinterizadas a 700°C.....	54
Tabela 9 Massas úmidas sinterizadas a 750°C.....	56
Tabela 10 Massa imersa sinterizada à 650°C	57
Tabela 11 Massa lmersa sinterizada à 700°C	59
Tabela 12 Massas imersas das amostras sinterizadas à 750°C	60
Tabela 13 Dados de massa seca sinterizadas à 650°C	63
Tabela 14 Dados de massa seca sinterizadas à 700°C	64
Tabela 15 Dados de massa seca à 750°C	66
Tabela 16 Eficiência dos processos	68
Tabela 17 Porosidade e densidade aparente sinterizados à 650°C	69
Tabela 18 Porosidade e densidade aparente sinterizados à 700°C	70
Tabela 19 Porosidade e densidade aparente sinterizados à 750°C	70
Tabela 20 Absorção de água e retração sinterizadas à 650°C	71
Tabela 21 Absorção de água e retração sinterizadas à 700°C	71
Tabela 22 Absorção de água e retração à 750°C	73
Tabela 23 Comparação geral das membranas	73

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 Massas e espessuras médias para sinterização a 650°C.....	51
Gráfico 2 Massas e espessuras médias para sinterização à 700°C.....	52
Gráfico 3 Massas e espessuras médias para sinterização à 750°C.....	52
Gráfico 4 Características dos corpos de prova sinterizados à 650°C.....	74
Gráfico 5 Características dos corpos de prova sinterizados à 700°C.....	74
Gráfico 6 Características dos corpos de prova sinterizados à 750°C.....	75

SUMÁRIO

1 . INTRODUÇÃO	12
1.1 OBJETIVO	14
1.1.1 OBJETIVO GERAL	14
1.1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	14
2. REFERENCIAL TEÓRICO	15
2.1. VIDRO	15
2.2. PROCESSO DE MOAGEM DE PARTÍCULAS	16
2.3. SELEÇÃO DO TAMANHO DE PARTÍCULAS	17
2.4. PROCESSO DE COMPACTAÇÃO DAS PARTÍCULAS	18
2.5. SINTERIZAÇÃO	19
2.5.1. Mecanismos de transporte atômico	23
2.5.2. Tipos de sinterização	23
2.5.2.1. Sinterização no estado sólido	24
2.5.2.2. Sinterização no estado líquido	24
2.5.2.3. Sinterização viscosa	24
2.5.3. Ocorrência do fluxo viscoso em vidros	26
2.6 MEMBRANAS	26
2.6.1 Classificação dos processos de separação por membranas	29
2.6.2 Microfiltração	29
2.7 Caracterização de membranas	30
2.7.1 Caracterização de membranas porosas	30
2.7.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	30
3. MATERIAIS E MÉTODOS	31
3.1 Métodos	31
3.1.1 Produção do pó de vidro	31

3.1.2 Peneiramento	32
3.1.3 Adição de sal	32
3.1.4 Compactação.....	33
3.1.5 Sinterização do pó	35
O forno utilizado para a sinterização pode ser observado na figura 14.	35
3.1.6 Remoção do sal.....	36
3.1.7 Resumo dos processos.....	38
3.1.8 Caracterização da membrana	39
3.1.8.1 Análise microscópica	39
3.1.8.2 Análise da porosidade aparente e absorção de água.....	39
3.1.8.3 Cálculo da densidade aparente	40
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	41
4.1 PROCESSAMENTO DO PÓ DE VIDRO	41
4.2 PRODUÇÃO DAS MEMBRANAS	41
4.2.1. Preparação do pó de vidro para prensagem	41
4.3.1. Compactação da mistura	42
4.3.2. Sinterização das membranas.....	46
4.3.3. Remoção do NaCl das membranas	52
4.3.4 Cálculo da porosidade aparente e densidade aparente	69
4.3.5 Cálculo da absorção de água e retração	70
5. CONCLUSÃO	76
6. REFERENCIAS.....	78

1 . INTRODUÇÃO

Atualmente, o termo “desenvolvimento sustentável” vem ganhando cada vez mais força, devido ao intenso e muitas vezes imprudente crescimento econômico. Por isso, é interessante estudar formas de aplicar essa sustentabilidade, sendo um bom exemplo para tal a reciclagem.

Segundo a revista Exame (2013), países como Áustria, Alemanha, Bélgica, Suíça e Holanda destacam-se quando o assunto é reciclagem, chegando a reaproveitar 50% do lixo urbano. O Brasil é reconhecido como destaque na reciclagem do alumínio, sendo líder mundial no quesito desde 2001, mas apenas 18% dos municípios praticam a coleta seletiva, conforme publicado na revista Época em seu site, atualizado em agosto de 2013.

Segundo a ABIVIDRO, uma grande vantagem do material é ser o único 100% reciclável, ainda dependendo da composição, este pode ser reciclado infinitas vezes e, mesmo assim, manter as mesmas características do material original. Isto torna o processo muito vantajoso, pois proporciona o racionamento de todas as matérias-primas utilizadas em sua produção, além de preservar o meio ambiente.

O processo de reciclagem do vidro começa com uma lavagem para retirar as impurezas, depois é triturado e aquecido à altas temperaturas para sua fundição e, por fim, ele é resfriado, solidificado e pode ser moldado para a confecção de novos produtos.

Outro método que pode ser aplicado na reciclagem do vidro é a sinterização. Esta segue os mesmos passos do processo original de reciclagem, com a diferença que sugere fundir superficialmente partículas em contato físico de um material sólido à temperaturas menores que o ponto de fusão, sendo vantajoso no consumo de energia (SOLTOVSKI; KAWAMOTO, 2016).

A sinterização, no entanto, produz vidros com características físicas diferentes do produzido no processo de reciclagem comum, tendendo a ser mais poroso e, deste modo, possibilitando a produção de membranas.

Para produzir estas membranas, é necessária a adição de um sal, juntamente com o pó moído de vidro, no processo de sinterização, garantindo maior porosidade ao vidro, pois, depois da lavagem do material, as partículas

de sal são retiradas, deixando espaços vazios em seus lugares. Além disso, o sal proporciona a interconexão dos porosos, permitindo a passagem de substâncias e, portanto, criando a funcionalidade da membrana.

Ao utilizar vidro reciclado para produzir membranas, é levado em conta o desenvolvimento sustentável, tratando-se de produzir um material com várias utilidades por meio de um método barato.

Assim, o presente trabalho irá tentar otimizar o processo de produção de membrana de vidro sinterizado, sendo que o problema tratado será como a otimização das variáveis, temperatura e pressão, afeta a produção de membrana e sua eficiência a partir do vidro sinterizado.

Este projeto será realizado porque, segundo dados da ABIVIDRO, apesar de cerca de 40% do vidro produzido ser reciclado no Brasil, a parte que não passa por esse processo e não é retornável acaba sendo descartado em aterros, lixões e no meio ambiente. Sabendo que o tempo de decomposição do vidro é indeterminado, podendo levar milhões de anos, o presente trabalho visa achar um uso alternativo para o vidro descartado.

Na indústria química é necessário separar, concentrar e purificar espécies químicas para chegar aos produtos finais com as especificações certas, pois essa é, fundamentalmente, uma indústria de transformação. Essas espécies estão presentes em diferentes correntes resultantes das transformações, assim, o processo de separação por membrana, além de ser recente, possui ampla aplicabilidade.

A produção das membranas utilizando o vidro reciclado, por ter grande aplicabilidade, acaba resultando um produto útil de baixo custo, tendo uma ótima relação de custo-benefício. Para que essa relação melhore, este trabalho irá estudar principalmente os efeitos da otimização das variáveis pressão de compactação e temperatura de sinterização no processo, na tentativa de produzir membranas mais eficientes.

1.1 OBJETIVO

1.1.1 OBJETIVO GERAL

Analisar como a morfologia e características físico-químicas de uma membrana de vidro para processos de filtração se comportam com a variação de temperatura e pressão em sua produção.

1.1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Aprimorar a eficiência da membrana de vidro produzida em um projeto anterior de SOLTOVSKI e KAWAMOTO, em 2016, fazendo com que haja a possibilidade de maior fluxo de permeado pela mesma.
- Caracterizar uma membrana de vidro sodo-cálcico a partir dos métodos estudados.
- Estudar os efeitos das variáveis pressão de compactação e temperatura de sinterização na produção de membranas de vidro.

2. REFERENCIAL TEÓRICO

2.1. VIDRO

O vidro, segundo BERNARDES (2016), é um material composto por várias matérias-primas: areia, carbonato de sódio, óxido de alumínio, calcário e corante, sendo estas sempre as mesmas ao longo dos anos, mudando apenas a tecnologia no processo de produção do mesmo.

A definição para o vidro passou por muitas mudanças, existindo ainda hoje algumas divergências quanto a isso. Na ciência dos materiais o vidro é uma substância sólida e amorfa, que apresenta a temperatura de transição vítrea (ELLIOTT, 1994).

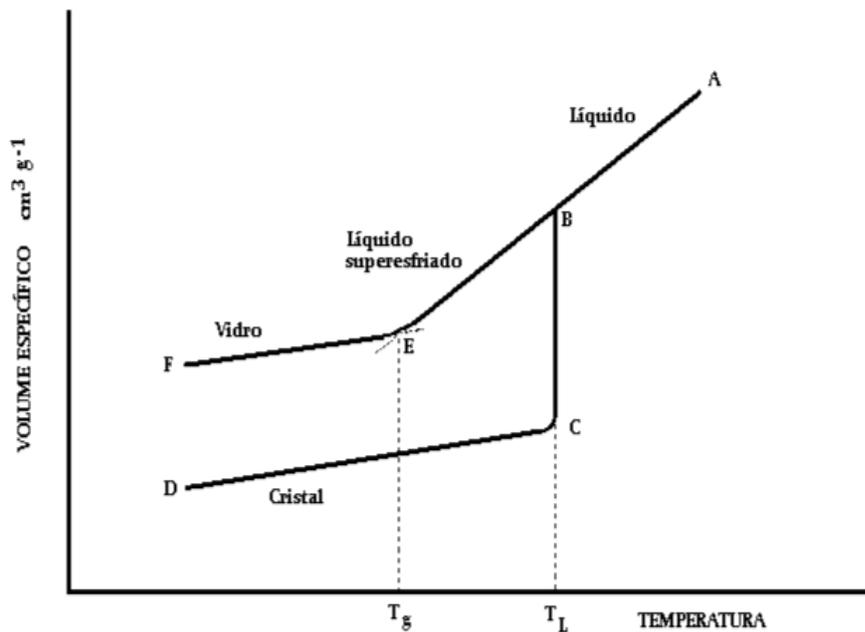
Segundo Alves, Gimenez e Mazali (2001) o vidro é um sólido não-cristalino que exhibe o fenômeno de transição vítrea e pode ser obtido a partir de vários materiais e formado através de qualquer técnica de preparação.

Deste modo é possível dizer que existem muitos tipos de vidro que, mesmo partindo da mesma base, mudam suas composições de acordo com sua finalidade, técnica de formação e estruturação. Na técnica de produção mais usada, a matéria-prima é levada a um misturador para, em seguida, ser colocada em um forno de fusão e se transformar em vidro. Após este processo, a peça deve ser resfriada até a temperatura ambiente, sendo que a velocidade deste resfriamento interfere diretamente no empacotamento das partículas.

O volume do produto final é influenciado, sendo inversamente proporcional ao empacotamento das partículas. O volume também é influenciado pela temperatura, assim pode-se entender que podemos ter diferentes estruturas com volumes diferentes à temperaturas diferentes (ALVES; GIMENEZ; MAZALI, 2001).

É possível representar as diferentes estruturas formadas em forma de gráfico, como mostra a figura 1, facilitando o entendimento do comportamento de acordo com as variáveis.

Figura 1 - Variação de volume de uma massa fixa em função da temperatura



FONTE: AKERMAN, 2000

Para termos um vidro, precisamos antes ter um líquido fundido que tenha a característica de ser viscoso e ter aumentado muito a sua viscosidade durante o esfriamento, e que, finalmente apresente a transição vítrea (AKERMAN, 2000). O processo precursor para a produção de membranas de vidro e, portanto, avaliado neste trabalho, é a sinterização, que acontece quando trabalha-se com temperaturas menores do que a de fundição dos componentes.

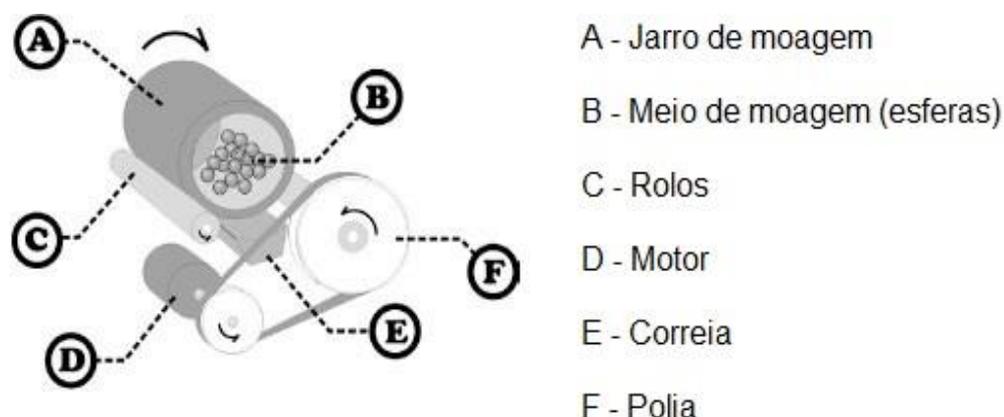
O vidro utilizado para a produção de membranas neste projeto é o sodocáustico que, segundo Hashemi e Smith (2010), é o tipo mais comum produzido, sendo sua composição de 71 a 73% de SiO_2 , 12 a 14% de Na_2O e 10 a 12% de CaO .

2.2. PROCESSO DE MOAGEM DE PARTÍCULAS

Para a obtenção de partículas com o tamanho apropriado utiliza-se o moinho de bolas. Este consiste de um cilindro rotativo com esferas de alumina atuando como meios de moagem. Possui também um tambor cilíndrico, onde é

colocado o material a ser moído, o qual é reduzido a partículas menores pelas bolas de alumina, um esquema representando o moinho de bolas é apresentado na figura 2.

Figura 2 - Representação de um moinho de bolas



FONTE: RICHERSON, 2005

Trata-se de um equipamento que, dependendo do tempo de processamento das amostras no moinho e do diâmetro das bolas, pode proporcionar diferentes tamanhos de partículas em um processo de moagem.

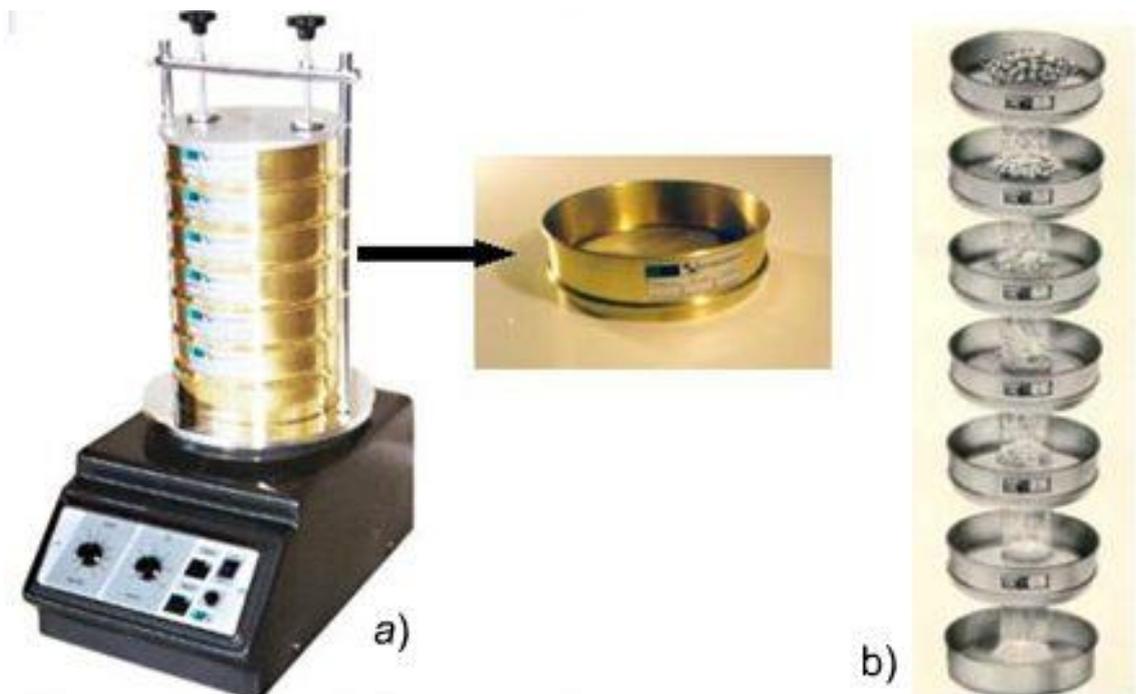
2.3. SELEÇÃO DO TAMANHO DE PARTÍCULAS

Para selecionar o tamanho das partículas em um processo deve ser utilizado o peneiramento.

Este é um método de separação de partículas que leva em consideração o tamanho das mesmas, peneirando o material através de uma série de peneiras com agitador eletromagnético, pesando o que é retido em cada peneira.

A distribuição do tamanho da partícula é então associada à fração mássica retida em cada peneira. As dimensões das aberturas de cada peneira são dadas em milímetro ou aberturas por polegada linear (mesh) (CREMASCO, 2012). A figura 3 representa a peneira utilizada e o funcionamento da mesma.

Figura 3 - Peneiramento laboratorial

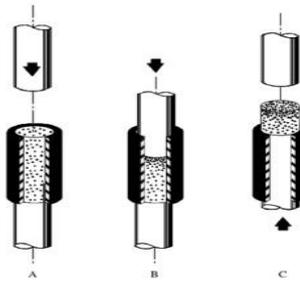


Para que se obtenha a partícula apropriada, é preciso estabelecer um valor de tempo estimado para garantir uma seleção eficaz, pois este tempo de peneiramento também influencia o resultado.

2.4. PROCESSO DE COMPACTAÇÃO DAS PARTÍCULAS

Segundo ALBARO (2001), a prensagem uniaxial é a técnica de conformação de peças mais empregada no processamento de materiais cerâmicos, consistindo em uma cavidade rígida que contém uma massa aglomerada, a qual é compactada pela aplicação de pressão em uma direção axial através de punções rígidos, a figura 4 mostra um exemplo de prensagem por ação simples.

Figura 4 - Prensagem por ação simples

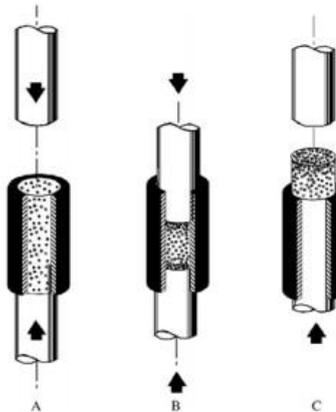


FONTE: ALBARO, 2001

Na prensagem por ação simples a pressão é aplicada por um simples pressão, visando obter peças simples e de pequenas espessuras.

Também pode ser utilizada a prensagem por dupla ação, mostrada na figura 5, onde tanto o pistão inferior quanto o superior são utilizados para aplicar pressão na massa, tendo as peças, neste caso, espessuras muito grandes para sofrerem prensagem por ação simples.

Figura 5 - Prensagem por dupla ação



FONTE: ALBARO, 2001

O processo de prensagem é útil para obter as peças de vidro no formato desejado, podendo ser utilizada para compactar pó de vidro em determinado molde.

2.5. SINTERIZAÇÃO

Este trabalho depende muito da sinterização, pois é o processo responsável pelo produto final desejado.

A sinterização é definida por GERMAN (1984) como sendo a união de partículas em temperaturas elevadas, mas ainda abaixo do ponto de fusão das mesmas.

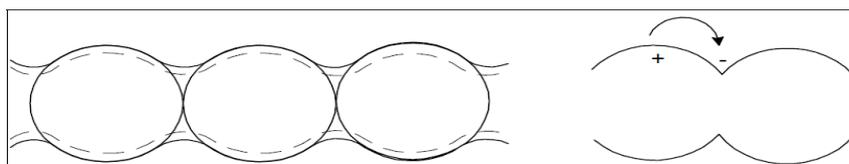
Esta união acontece quando o pó compactado, sem tratamento térmico, é aquecido em pressão controlada. Essas condições fazem com que os compactados liguem-se entre si e assim o material adquire as características desejadas de densidade, porosidade, dureza e resistência mecânica (CHIAVERINI, 1914).

No estado inicial as partículas estão em contato físico, mas quando o processo ocorre, os poros entre estas partículas diminuem em tamanho e quantidade por meio de um processo envolvendo energia superficial, o qual cria um pescoço entre elas.

Vieira (2002, p.17) relata: “o movimento de um átomo para a região do pescoço é favorecido no aquecimento pois há uma redução na energia superficial, devido ao decréscimo da área superficial total, caracterizando assim o início do processo de sinterização”.

A formação deste pescoço pode ser melhor entendida ao observar a figura 6.

Figura 6 - Representação hipotética da formação de pescoços



FONTE: VIEIRA, 2002

Neste pescoço é formado um contorno de grão entre as partículas, havendo uma diferença de curvatura que provoca um gradiente de concentração entre a superfície do pescoço de alta curvatura e a superfície plana adjacente, sendo que a primeira possui elevada concentração de lacunas, enquanto a segunda tem baixa concentração de efeitos cristalinos.

Em função dessa diferença de concentração podem então ocorrer dois tipos de fluxo difusional: a difusão de volume, e a difusão superficial. E é por meio desses fluxos que ocorre o arredondamento e esferoidização de poros irregulares num compactado (CHIAVERINI, 1914).

Para que haja esse deslocamento atômico inicial na difusão estabelecida por ativação térmica, é necessário superar o potencial de energia de ativação. E tanto a formação de vacâncias quanto o movimento dos átomos dependem do número de átomos com energia igual ou acima da energia de ativação (VIEIRA, 2002).

Este número de átomos com energia superior à energia de ativação segue a lei de Arrhenius:

$$\frac{N}{N_0} = \exp \left[-\frac{E}{kT} \right] \quad (I)$$

Onde:

$\frac{N}{N_0}$ = razão do número de átomos ativados em relação ao número de átomos total

E = energia de ativação (J)

k = constante de Boltzmann = $1,38 \cdot 10^{-23} \text{ m}^2 \cdot \text{kg} \cdot \text{s}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$

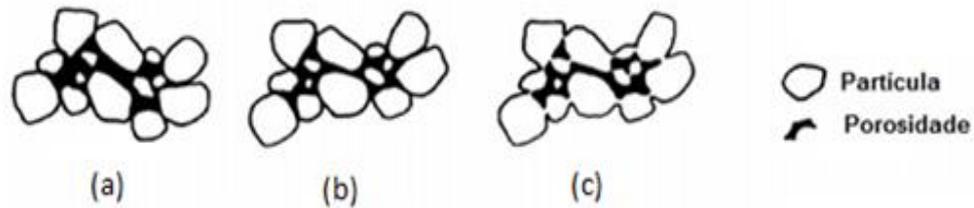
T = temperatura absoluta (K)

Simplificando, o processo de sinterização ocorre em três etapas, as quais apresentam mudanças nas moléculas que as diferenciam de acordo com o estágio do processo em que se encontram.

Richerson (2005) escreve que o estágio inicial da sinterização envolve o rearranjo das partículas, aumentando o ponto de contato entre elas pelo seu movimento de rotação, formando, neste ponto, o pescoço inicial da sinterização.

As mudanças ocorridas no primeiro estágio de sinterização estão esquematizadas na figura 7.

Figura 7 - Mudanças ocorridas no primeiro estágio de sinterização. (a) partículas em seu estado inicial, (b) rearranjo das partículas, (c) formação do pescoço.

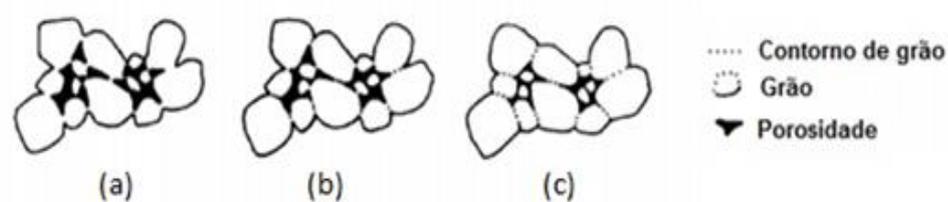


FONTE: RICHERSON, 2005

No estágio intermediário ocorre o crescimento do tamanho do pescoço iniciado no primeiro estágio. Há o movimento das partículas, onde o centro das mesmas se move para perto uns dos outros fazendo com que a porosidade diminua. Então acontece um encolhimento equivalente ao tanto que a porosidade diminui nesse estágio. Por fim, acontece o alongamento dos limites das partículas, que agora já são caracterizadas como grãos, e acontece o crescimento do grão formado (RICHERSON, 2005).

As mudanças no segundo estágio podem ser observadas na figura 8

Figura 8 - Mudanças no segundo estágio de sinterização. a) crescimento do pescoço e encolhimento do volume, (b) alongamento do contorno de grão, (c) contínuo crescimento do pescoço e alongamento do contorno de grão, encolhimento do volume, e crescimento do grão.

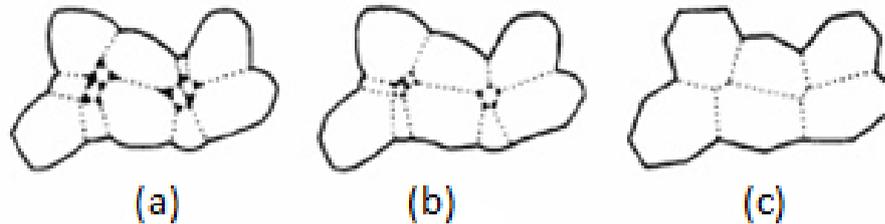


FONTE: RICHERSON, 2005

Ainda é descrito por Richerson (2005) que, no terceiro estágio, os poros da molécula são eliminados por meio da difusão de vacâncias nas fronteiras dos grãos, sendo esta auxiliada pelo movimento dos contornos dos grãos e de seu crescimento controlado, o qual é conduzido pela energia superficial.

As mudanças que ocorrem no último estágio podem ser vistas na figura 9.

Figura 9 - 9 Mudanças no último estágio de sinterização. (a) crescimento do grão com descontínuas fases de poros, (b) crescimento de grão com redução de porosidade, (c) crescimento de grão com eliminação dos poros.



FONTE: RICHERSON, 2005

A sinterização, portanto, é um fenômeno que une partículas, sendo que estas não tem grandes modificações em seu corpo.

2.5.1. Mecanismos de transporte atômico

Durante o aquecimento de partículas sólidas, o fluxo atômico pode ocorrer por dois tipo de mecanismos: transporte pela superfície e transporte pela matriz.

Vieira (2012) escreve que o transporte pela superfície usa o deslocamento superficial no movimento atômico, de modo que o espaço entre as massas envolvidas não varia, não ocorrendo densificação. Já no transporte pela matriz o pescoço cresce por meio do movimento pelo interior da partícula, que é depositado na região do pescoço.

O movimento atômico na superfície acontece por evaporação-condensação, difusão superficial ou por volume, e pela matriz por fluxo plástico, difusão por contorno de grão, fluxo viscoso e difusão por volume.

2.5.2. Tipos de sinterização

O processo de sinterização pode ocorrer por: sinterização no estado sólido, sinterização no estado líquido e sinterização de fluxo viscoso, podendo ser combinados e tendo cada um suas particularidades.

2.5.2.1. Sinterização no estado sólido

Esta sinterização ocorre a partir do processo de transporte de partículas por difusão de volume entre elas. Essa difusão consiste no movimento dos átomos ou vacâncias ao longo da superfície, da fronteira do grão ou do volume do material (RICHERSON, 2005).

A diferença de energia entre as superfícies livres de cada partícula e do ponto de contato entre elas é a força motriz responsável pelo transporte atômico no estado sólido (RICHERSON, 2005).

2.5.2.2. Sinterização no estado líquido

Quando há uma fase líquida em menor quantidade fundida no processo, há a ocorrência da sinterização no estado líquido.

Segundo German (1985), a fase líquida coexiste com o sólido particulado durante a temperatura de sinterização, melhorando a taxa de ligação entre as partículas durante o processo. O uso de pós componentes leva à formação de líquido durante a sinterização, sendo resultado do derretimento de um componente ou a formação de uma mistura eutética, a qual o ponto de fusão é o mais baixo possível.

2.5.2.3. Sinterização viscosa

Este é o tipo de sinterização, que rege os compostos amorfos, será aplicado na fabricação da membrana utilizada neste trabalho.

No caso do vidro, a união entre as partículas é consolidada no início do processo, então o pescoço é formado a partir de um fluxo viscoso produzido pela tensão superficial, a qual é influenciada pela dimensão dos pós.

Vieira (2012) afirma que formam-se pequenos poros entre as partículas primárias, quando estas são do mesmo tamanho, e poros maiores entre os aglomerados, independente do fluxo. Já quando o tamanho das partículas é aleatório, há uma diferença na velocidade de coalescência entre as partículas pequenas, estabelecendo o início do fluxo viscoso do sistema.

Frenkel propôs um modelo para o fluxo viscoso na sinterização, o qual tem uma diferença entre os mecanismos de transporte atômico, sendo necessário, no caso do vidro, a tensão superficial para desencadear o processo de movimento atômico.

A definição de Frenkel para fluxo viscoso é dado pela equação (II):

$$F = n\varepsilon \quad (II)$$

Onde:

F = força atuante (N);

n = coeficiente de viscosidade (Pa.s);

ε = taxa de cisalhamento (s^{-1});

Frenkel assume que a união entre duas esferas de vidro com um diâmetro uniforme ocorre predominantemente pelo movimento atômico em direção de uma força atuante, sendo essa a tensão superficial. Tendo então uma relação entre o crescimento do pescoço (x), e o tempo de sinterização (t), essa relação é descrita pela equação III:

$$\left(\frac{x}{R}\right)^2 = \left(\frac{3}{2}\right) \left(\frac{\gamma t}{nR}\right) \quad (III)$$

Onde:

γ = energia superficial do material (J);

R = raio original das partículas (m);

t = tempo de sinterização (s);

n = viscosidade ($N.s.m^{-2}$).

Então para Frenkel existe uma relação linear entre x^2 e o tempo t . Isso faz com que seja possível estimar a viscosidade a uma determinada temperatura. Para isso assume-se que a temperatura seria uma função linear do tempo e que energia de ativação e tensão superficial independem da temperatura (VIEIRA, 2012).

2.5.3. Ocorrência do fluxo viscoso em vidros

O processo de sinterização pelo fluxo viscoso, utilizado em materiais amorfos como o vidro, é dependente da temperatura na qual o material a ser sinterizado é submetido.

Segundo Reis (2012), quando este processo ocorre sob temperatura maior do que a temperatura de transição vítrea, ele é mais eficiente.

Vieira (2012) sugere que o fluxo viscoso nos vidros baseia-se na transição de maior para menor energia, devido ao incremento energético fornecido durante a sinterização.

Assim assumindo que λ_1 é a distância que separa duas camadas moleculares, pode-se assumir que uma camada desliza em relação a uma outra pela ação de uma força (τ_t) aplicada por unidade de área (VIEIRA, 2012).

Então se Δ_u é a diferença na velocidade entre essas duas camadas, por definição chegamos à equação (IV):

$$n = \tau_t \frac{\lambda_1}{\Delta_u} \quad (IV)$$

Essa força resultante é resultado da junção de partículas sólidas na compactação, ou devido a força da gravidade que é como ocorre no processo de aquecimento do vidro (VIEIRA, 2012).

Pode se assumir então que os átomos da mesma camada passam de uma posição de equilíbrio para outra posição de equilíbrio, e são separados por uma distância $\lambda \approx \lambda_3$ que segue na mesma direção do movimento (VIEIRA, 2012).

2.6 MEMBRANAS

Uma membrana é basicamente um material seletivo e permeável, que permite a transferência de uma dada substância através dela. A força motriz por trás do fenômeno é o potencial químico, no qual ocorre a transferência do lado com maior potencial, para o lado com menor potencial, até um dado momento em que se atinja um equilíbrio termodinâmico entre as fases, e as transferências de um lado para o outro se tornem equivalentes, mantendo o sistema no estado de equilíbrio. (HABERT; BORGES; NOBREGA, 2006, p.83).

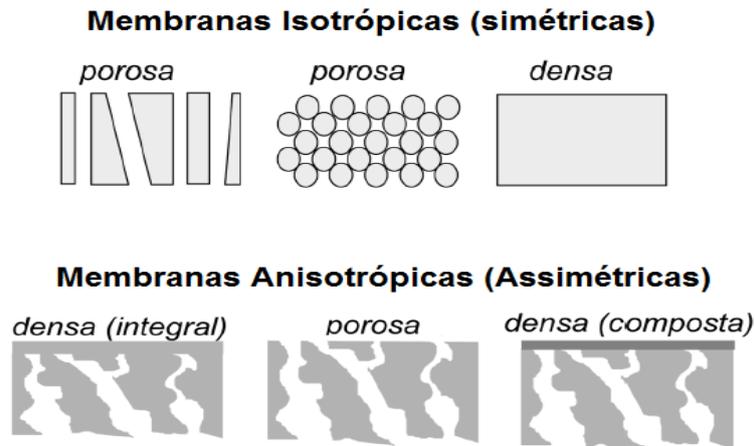
As primeiras membranas a serem descobertas foram as biológicas, e devido a alta seletividade apresentada, que permite o fluxo de água, mas impede os contaminantes, ocorreu um alto interesse de escala laboratorial para o estudo das mesmas, com o intuito de produção de membranas sintéticas capazes de reter mais contaminantes e apresentar um maior fluxo de líquido. Dessa forma, até o final da década de 50, os processos de separação por membrana eram especificamente usados para testes laboratoriais, com pouco ou nenhum uso industrial. Tal situação manteve-se até os experimentos de Reid e Breton (1953), no qual os pesquisadores relatam que membranas de acetato de celulose, em osmose reversa, apresentavam alta retenção salina, e Loeb e Sourirajan (1960-62) propuseram uma nova técnica de produção de membranas, permitindo que houvesse maior fluxo de água através da membrana, mantendo o nível de sais retidos. (HABERT; BORGES; NOBREGA, 2006, p.83).

Com essas descobertas, o interesse em escala industrial pelo uso de membranas aumentou consideravelmente, visto o aumento no fluxo de água permeante e a maior seletividade das membranas, isso fez os processos de separações por membranas mais competitivos para o cenário industrial. (HABERT; BORGES; NOBREGA, 2006, p.83).

As membranas sintéticas produzidas atualmente para fins comerciais são em grande maioria de origem polimérica, essas possuem variados tipos de características físico-químicas. Além destas, existem as produzidas com material inorgânico, que já são produzidas há mais de 20 anos, no entanto, apenas nos últimos anos elas começaram a competir pelo mercado das poliméricas. As membranas inorgânicas apresentam como vantagem uma maior facilidade de limpeza e vida útil, como desvantagem são bem mais caras. (HABERT; BORGES; NOBREGA, 2006, p.83).

De um modo geral, a morfologia das membranas podem ser divididas em dois grandes grupos: as porosas e as densas. A superfície de contato entre a membrana e a solução que deseja-se separar define qual dos dois tipos deve ser usado. Elas também são classificadas como isotrópicas e anisotrópicas (em relação a sua simetria), na figura 10 temos exemplos de cada uma das situações descritas.

Figura 10 - Diferentes tipos de membranas sintéticas de acordo com morfologia



Fonte: HABERT;BORGES;NOBREGA,2006

Das duas grandes categorias, as membranas porosas podem ser divididas de acordo com o tamanho de partícula que pode passar através dela, e as densas classificam-se pela afinidade química da solução e o material da membrana, ou seja, de acordo com a sua seletividade. (KAUSHIK, 2008).

Para todos os tipos existentes, os materiais com os quais elas são produzidas devem possuir propriedades importantes para que tenha como resultado uma membrana eficiente, dentro dessas qualidades, podemos citar: estabilidade térmica e mecânica, resistência química, permeabilidade, seletividade e estabilidade.

Outras características importantes para as membranas são o fluxo, que é a quantidade de mistura que passa através da membrana por unidade de tempo, e a seletividade. A seletividade é descrita pelo coeficiente R (coeficiente de rejeição), utilizado para casos de solvente-soluto. É a forma matemática que descreve o material retido pela membrana durante a passagem de soluto. É expresso pela equação (V):

$$R = 1 - \frac{C_p}{C_a} \quad (V)$$

Onde, C_p é a concentração de líquido que passa pela membrana e C_a a concentração da alimentação (MELO, 2005, p.180; SCOTT,HUGHES, 1996, p.5).

2.6.1 Classificação dos processos de separação por membranas

O fluxo de permeado pode ser de três principais tipos: passivo, ativo e facilitado por um mediador. O primeiro ocorre sem um gasto de energia adicional externo, a força motriz de tal modo é uma diferença de concentração ou no potencial químico entre os dois lados da membrana, desta forma, o processo tende a chegar ao equilíbrio, no qual a transferência do lado A para o lado B se equivale do lado B para o lado A, assim mantendo o equilíbrio termodinâmico do sistema. O transporte ativo é utilizado quando deseja-se um fluxo contrário ao “natural” do processo passivo, isto é, caso seja desejado que a espécie de menor potencial química transfira para a de maior potencial químico. O transporte facilitado é quando tem um facilitador de passagem, um componente integrado na mistura da membrana para ajudar no fluxo de permeado. (KAUSHIK, 2008,p.4).

Os processos ativos geralmente usam uma diferença de pressão inserida externamente como força motriz, para forçar o permeado a seguir um contra-fluxo, enquanto os processos passivos podem ser por diferenças de concentrações, como nos casos de extração por membrana ou diálise, por potencial químico, ou potencial elétrico, como nas eletrodíálises. (KAUSHIK, 2008).

Existem outros tipos de processos em desenvolvimento, no entanto, os citados acima são os com maior importância no cenário atual.

Um comparativo entre os processos clássicos de filtração com os de membranas nos mostra quais tecnologias são mais próximas às outras, também nota-se uma menor capacidade de purificação dos processos clássicos, apesar que uma combinação de ambos os métodos vem mostrando-se vantajosos (HABERT; BORGES; NOBREGA, 2006).

2.6.2 Microfiltração

É um processo feito com membranas porosas entre 0,1 e 10 μm , a força motriz utilizada geralmente é a diferença de pressão, essa diferença não precisam ser muito elevadas, chegando no máximo até 3 bar. São técnicas de filtração mais próximas das clássicas. É Utilizada principalmente em sistemas

solvente-soluto, sendo o solvente a água e o ar. (HABERT; BORGES; NOBREGA, 2006).

2.7 Caracterização de membranas

Cada sistema a ser separado por membranas, depende diretamente das características da mesma, desta forma, a caracterização é uma etapa fundamental em seu estudo. É ela que nos diz que tipo de processo a membrana de estudo é mais indicada. (HABERT; BORGES; NOBREGA, 2006).

Devem ser feitos inúmeros testes para caracterização correta de uma membrana, independente se for do tipo porosa ou densa. Os resultados dos testes indica como ela irá se comportar, qual tipo de processo é mais indicada, e suas características. (HABERT; BORGES; NOBREGA, 2006).

2.7.1 Caracterização de membranas porosas

Os principais fatores na caracterização de uma membrana porosa são: tamanho e distribuição dos poros, porosidade superficial e densidade aparente. Deve-se tomar cuidado durante a caracterização com a geometria dos poros, já que eles são irregulares. Os modelos apresentados admitem polos regulares, na forma de cilindros paralelos, a fim de facilitar os cálculos. (HABERT; BORGES; NOBREGA, 2006).

Para se determinar a morfologia da membrana, pode-se utilizar métodos diretos, sendo o mais comum o MEV (microscopia eletrônica de varredura) e são mais indicados para análises qualitativas, ou métodos indiretos baseados nos tamanhos e densidades do poros, são mais indicados para análises quantitativas. (HABERT; BORGES; NOBREGA, 2006).

2.7.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

O comprimento de onda de um microscópio óptico convencional permite a ampliação de um objeto em até 2000 vezes. Quando se há a necessidade uma ampliação ainda maior, é preciso a aplicação de uma radiação com um menor comprimento de onda. O equipamento que nos permite essa diminuição no comprimento de onda é o MEV, que é capaz de atingir aumentos em até 300.000 vezes de um dado objeto. Para a leitura do MEV, geralmente é feita

uma metalização do objeto, comumente com ouro ou platina, tal procedimento é realizado pois alguns materiais não emitem elétrons suficientes para uma leitura eficaz, e com a metalização esse problema é corrigido. (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007).

Para fins deste projeto, a utilidade do MEV está na caracterização das membranas, sua única limitação, entretanto, está nos poros que podem ser observados, aqueles com diâmetros menores que 0,01 μm estão próximos ao limite possível de observação. Apesar dessa limitação, ainda é um método confiável para a caracterização de membranas. (DEDAVID; GOMES; MACHADO, 2007).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Métodos

3.1.1 Produção do pó de vidro

Para produzir o pó de vidro, foram utilizadas como matéria-prima garrafas de vidro transparentes do tipo sodo-cálcico, que é o tipo mais comum e de fácil acesso, tendo sua composição básica de acordo com a Associação Técnica Brasileira das Indústrias Automáticas de Vidro (ABIVIDRO), sendo esta aproximadamente de 60 a 74% de silícia (SiO_2), de 12 a 18% de óxido de sódio (Na_2O) e de 5 a 12% de óxido de cálcio (CaO), podendo ainda conter pequenas quantidades de outros componentes, como potássio (K), alumínio (Al) e óxido de magnésio (MgO).

Primeiramente foi feita a lavagem das garrafas, seguida pela secagem e fragmentação manual das mesmas com o auxílio de um martelo e uma coberta isolante para conter os fragmentos de vidro, até as partículas atingirem um tamanho suficiente para serem processadas no moinho de bolas. Em sequência, estas partículas foram levadas para um moinho de bolas Servitech modelo CT 240/A para serem moídas em partículas ainda menores. Foram utilizadas bolas compostas de alumina para este processo de moagem. O moinho utilizado pode ser observado na figura 11.

Figura 11 - Moinho de bolas Servitech CT 240/A



O moinho trabalhou com volume de 20% de bolas de alumina e 30% de volume em amostra, com uma rotação de 36 rpm, sendo feito um acompanhamento de aproximadamente 2horas.

3.1.2 Peneiramento

Foi utilizada uma mesa vibratória Servitech modelo Vibrotech CT-025, disponível no laboratório de ensaios destrutivos e não destrutivos da UTFPR – Ponta Grossa, em que foram acopladas peneiras com diferentes aberturas, para a distribuição de tamanhos. O pó de vidro, depois de moído, foi levado à esta mesa e peneirado, então foram selecionados o tamanho desejado das partículas.

As peneiras utilizadas foram com Mesh de 32, 80, 100, 170, 200 e 270, sendo escolhidas as partículas da peneira com mesh 100 para as análises, o que é equivalente a partículas com 0,150mm de diâmetro, este tamanho de partícula foi selecionado por ser o menor diâmetro obtido em quantidades viáveis para os experimentos..

3.1.3 Adição de sal

Nesta etapa foi utilizado o cloreto de sódio (NaCl), uma fase não sinterizável, como agente formador de poros no pó de vidro. O sal também foi processado no moinho de bolas, de forma a obter um tamanho de partícula mais adequado, e com o auxílio de uma balança analítica Shimadzu modelo AW220 foi adicionado à uma proporção de 20% em relação ao pó de vidro,

sendo feita uma homogeneização manual rigorosa dentro de um recipiente para reagentes da mistura para a próxima etapa. A figura 12 mostra a balança utilizada para tal procedimento.

Figura 12 - Balança analítica utilizada



3.1.4 Compactação

Após a preparação prévia do pó de vidro (peneiramento e adição de NaCl), o material foi compactado em uma prensa manual Servitech modelo CT-320, mostrada na figura 13.

Figura 13 - Prensa utilizada para compactação



Este processo, juntamente com a pressão aplicada sobre o pó, é o responsável pela espessura da membrana. A compactação foi feita numa matriz com 10 mm de diâmetro e uma porção de aproximadamente 1,5g da mistura, utilizando massas aplicadas para compactação de 3, 5 e 7 toneladas. Foi utilizada uma balança analítica Shimadzu modelo AW220 para pesar as amostras a serem prensadas.

Para calcular a pressão de compactação, levou-se em consideração a força aplicada e a área da membrana, utilizando a equação (VI):

$$P = \frac{F}{A} \quad (VI)$$

Sendo A a área referente à matriz utilizada para prensar as membranas, que possui diâmetro de 10 mm.

Deste modo, as pressões aproximadas de compactação referentes às massas de aplicação de 3, 5 e 7 toneladas foram, respectivamente: 93 MPa, 154 MPa e 216 MPa.

Foram prensadas 135 corpos de prova para as análises, sendo 45 para cada uma das pressões de estudo. A prensa é mostrada na figura 13.

3.1.5 Sinterização do pó

Após a compactação, as amostras foram divididas em três grupos e levadas ao forno Jung modelo 0612 mostrado na figura 14, onde, de acordo com seu grupo, foram aquecidas à três temperaturas diferentes: 650°C, 700°C e 750°C, sendo mantidas por aproximadamente uma hora nestas temperaturas. Depois de sinterizadas, as amostras foram resfriadas no próprio forno antes de serem retiradas.

Foram sinterizados 15 corpos de prova para cada temperatura em dada pressão separados por grupos, conforme a tabela 1:

Tabela 1 Relação de grupos a serem analisados

	Pressão (Mpa)	Temperatura (°C)
Grupo 1	93	650
Grupo 2	154	650
Grupo 3	216	650
Grupo 4	93	700
Grupo 5	154	700
Grupo 6	216	700
Grupo 7	93	750
Grupo 8	154	750
Grupo 9	216	750

O forno utilizado para a sinterização pode ser observado na figura 14.

Figura 14 - Forno utilizado para sinterização



3.1.6 Remoção do sal

Depois do resfriamento dos corpos de prova, estas foram fervidas em béqueres em um volume de água suficiente para cobri-las, com um auxílio de uma chapa térmica localizada no laboratório de acordo com seus grupos e identificadas com uma caneta de tinta permanente de 1 a 15 dentro do mesmo, durante um período de 4 horas. Este período foi dividido em 4 processos de 1 hora cada, sendo realizada a secagem em estufa por 30 minutos e pesagem das amostra de massa seca entre cada período. A chapa utilizada, juntamente com as amostras, estão na figura 15.

Figura 15 - Remoção de sal através de lavagem



O objetivo desta etapa é remover o sal presente nas amostras sinterizadas, fazendo com que sejam formados os poros. A eficiência da remoção do sal foi calculada dividindo-se a taxa de massa removida depois da fervura pela taxa de massa de sal adicionada relativa à massa de pó de vidro. Ao final de todo o processo de lavagem também se mediu a massa úmida e imersa de cada um dos corpos de prova. A massa imersa foi medida com uma aparelhagem localizada no laboratório de caracterização de materiais, conforme na figura 16.

Figura 16 - Método para medir massa imersa

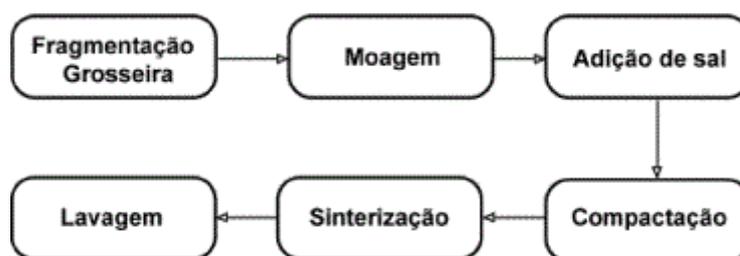


Os corpos de prova eram colocados dentro da peneira, que suspensa em água, permite a medição do material imerso. A parte amarela é utilizada para suspender o béquer com água e não sobrecarregar a carga máxima permitida pela balança de 200g.

3.1.7 Resumo dos processos

Foi feito um esquema com todos as etapas realizadas no processo, visando a melhor compreensão do mesmo, mostrado na figura 17.

Figura 17 - Etapas da produção



FONTE: ASSIS, 2006

3.1.8 Caracterização da membrana

3.1.8.1 Análise microscópica

As análises serão observadas em um microscópio Olympus BX 61 para analisar quais regiões serão melhores para um estudo mais aprofundado.

Após a análise primária, a morfologia das membranas será avaliada no microscópio eletrônico de varredura (MEV). Então as amostras serão colocadas em um suporte padrão e metalizadas com ouro para que possa ser feita a leitura, sendo que elas também serão fraturadas para observar a sua estrutura interna.

3.1.8.2 Análise da porosidade aparente e absorção de água

Foram feitos os testes da porosidade aparente e absorção de água das membranas.

As amostras, depois de sofrerem sinterização e remoção do sal, tiveram medidas a massa úmida, massa seca e massa imersa. A massa úmida foi determinada após as mesmas serem retiradas da imersão em água para a remoção do sal sendo seca apenas a sua superfície, a massa imersa foi medida quando a amostra encontrava-se imersa em água e a massa seca quando estas já estavam totalmente secas.

Deste modo foi possível determinar a porosidade aparente pela equação (VII)

$$PA = \frac{mu - ms}{mu - mi} * 100\% \quad (VII)$$

Onde:

PA = porosidade aparente (kg)

mu = massa úmida (kg)

ms = massa seca (kg)

mi = massa imersa.(kg)

A absorção de água, definida como o ganho percentual de massa adquirido pela amostra quando absorve o máximo de água, foi calculada com a equação (VIII)

$$AA\% = \frac{mu - ms}{ms} * 100\% \quad (VIII)$$

Nestes cálculos foram utilizados os mesmos dados de massa medidos anteriormente e utilizados para a equação VII.

3.1.8.3 Cálculo da densidade aparente

Será utilizada a técnica de Archimedes para medir a densidade aparente, imergindo as amostras 24 h em água, medindo-se a massa imersa (mi) e a massa úmida (mu). Depois disso, elas serão secas em estufa a uma temperatura definida pelas observações das práticas laboratoriais. Depois de secas, as amostras serão pesadas para ser obtidos os valores de massa seca (ms).

A densidade aparente será calculada pela equação (IX):

$$DA = \frac{ms}{mu - mi} * dl \quad (IX)$$

Como o líquido imerso é a água, a densidade do líquido (dl) pode ser considerada 1g/cm³, e ms, mu e mi são as mesmas variáveis utilizadas nas equações VII e VIII.

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 PROCESSAMENTO DO PÓ DE VIDRO

A granulometria com a distribuição de tamanhos das partículas após moagem e peneiramento é mostrada na tabela 2.

Tabela 2 - Distribuição dos tamanhos das partículas do pó de vidro

Mesh	Peso do pó (g)	%
32	127,35	18,74
80	180,31	26,53
100	214,63	31,58
170	105,43	15,51
200	29,03	4,27
270	16,55	2,44
Fundo	6,24	0,93
Total	679,54	

% = porcentagem de amostra retida em cada peneira relativo ao total peneirado.

As peneiras foram selecionadas com a finalidade de obter uma boa distribuição de partículas, removendo aquelas excessivamente grossas ou finas e que ao mesmo tempo contivessem material suficiente para os experimentos.

4.2 PRODUÇÃO DAS MEMBRANAS

4.2.1. Preparação do pó de vidro para prensagem

Utilizando-se as partículas retidas na peneira de mesh 100, foi adicionado um volume em massa de 20% de NaCl anteriormente moído no moinho de bolas.

A massa de pó de vidro utilizada foi de 200g, portanto, utilizou-se 40g de sal.

Após a adição do sal, a mistura foi homogeneizada manualmente de forma rigorosa em um recipiente apropriado.

4.3.1. Compactação da mistura

Foram utilizadas três pressões de compactação: 93 MPa, 154 MPa e 216 MPa, sendo compactadas 45 amostras da mistura de pó de vidro e sal por pressão.

Os dados de massa, espessura e volume foram coletados e estão na tabela 3:

Tabela 3 - Dados das amostras

Pressão de Compactação (MPa)	Massa (g)	Espessura (mm)	Volume (mm³)
	1,49	2,90	920,20
	1,49	3,00	951,93
	1,50	3,10	983,66
	1,52	2,80	920,20
	1,53	3,10	983,66
	1,59	3,00	951,93
	1,51	3,10	983,66
	1,50	3,20	983,66
	1,52	3,00	951,93
	1,49	2,90	920,20
	1,45	3,00	951,93
	1,53	3,10	983,66
	1,44	3,10	983,66
	1,56	3,00	951,93
93	1,54	2,90	920,20
	1,50	2,90	920,20
	1,53	3,00	951,93
	1,52	3,10	983,66
	1,50	3,00	951,93
	1,49	3,10	983,66
	1,55	3,10	983,66
	1,50	2,90	920,20
	1,53	2,90	920,20
	1,50	3,00	951,93
	1,54	3,00	951,93
	1,53	3,00	951,93
	1,52	2,90	920,20
	1,45	3,10	983,66

Continuação Tabela 3

	1,44	2,90	920,20
	1,56	3,00	951,93
	1,57	3,00	951,93
	1,52	3,00	951,93
	1,54	3,10	983,66
	1,49	3,00	951,93
	1,49	3,10	983,66
93	1,50	3,00	951,93
	1,48	2,90	920,20
	1,57	3,00	951,93
	1,45	3,10	983,66
	1,48	2,90	920,20
	1,50	3,00	951,93
	1,50	2,90	920,20
	1,51	3,00	951,93
	1,52	2,80	905,52
	1,51	3,00	951,93
	1,55	2,90	920,20
Média	1,54	3,00	951,93
	1,40	2,90	920,20
	1,50	3,10	996,35
	1,41	2,90	920,20
	1,43	3,00	951,93
	1,43	2,90	920,20
	1,55	2,90	920,20
	1,48	3,00	951,93
	1,50	2,90	920,20
	1,50	2,90	920,20
	1,48	3,00	951,93
	1,49	3,10	983,66
	1,53	2,90	920,20
	1,55	2,80	905,52
154	1,49	3,00	951,93
	1,48	3,00	951,93
	1,47	3,00	951,93
	1,50	3,00	951,93
	1,50	3,00	951,93

Continuação Tabela 3

	1,56	3,10	983,66
	1,50	3,00	951,93
	1,55	3,10	983,66
	1,52	3,00	951,93
	1,49	2,90	920,20
	1,51	2,90	920,20
	1,50	2,90	920,20
	1,49	3,00	951,93
	1,49	3,10	983,66
	1,50	3,00	951,93
	1,50	2,90	920,20
	1,45	3,00	951,93
	1,55	2,90	920,20
154	1,54	2,90	920,20
	1,53	3,20	983,66
	1,50	3,10	983,66
	1,52	3,00	951,93
	1,53	2,90	920,20
	1,42	2,90	920,20
	1,53	3,00	951,93
	1,54	3,00	951,93
	1,54	3,00	951,93
	1,53	3,10	983,66
	1,50	2,90	920,20
	1,50	3,00	951,93
	1,42	3,00	951,93
	1,47	2,90	920,20
Média	1,52	3,00	951,93
	1,47	2,90	939,23
	1,51	3,00	951,93
	1,43	2,90	888,46
216	1,40	3,00	951,93
	1,55	3,10	996,35
	1,50	3,00	951,93
	1,52	3,00	951,93
	1,53	3,10	983,66

Continuação Tabela 3

	1,45	3,00	951,93
	1,48	2,90	920,20
	1,49	3,00	951,93
	1,49	3,00	951,93
	1,50	3,10	983,66
	1,52	2,90	920,20
	1,50	2,90	920,20
	1,52	3,00	951,93
216	1,45	2,90	920,20
	1,48	3,00	951,93
	1,49	3,00	951,93
	1,50	3,10	983,66
	1,50	3,00	951,93
	1,54	3,10	983,66
	1,56	3,10	983,66
	1,52	2,90	920,20
	1,50	3,00	951,93
	1,45	2,90	920,20
	1,53	3,00	951,93
	1,50	2,90	920,20
	1,45	3,00	951,93
	1,56	3,00	951,93
	1,48	2,90	920,20
	1,53	3,00	951,93
	1,54	2,90	920,20
	1,45	2,90	920,20
	1,53	3,00	951,93
	1,52	3,00	951,93
	1,50	3,10	983,66
	1,45	2,90	920,20
	1,56	3,00	951,93
	1,57	3,10	983,66
	1,50	3,00	951,93
	1,52	3,10	983,66
	1,44	2,90	920,20
	1,40	3,00	951,93

Conclusão Tabela 3

Média	1,48	3,00	951,93
--------------	-------------	-------------	---------------

Foi possível observar nos dados obtidos que não houve muita variação nas espessuras das amostras relativas à pressão de compactação. Após a compactação, as amostras foram colocadas em um tijolo refratário para serem levadas à sinterização.

4.3.2. Sinterização das membranas

Nesta etapa foram utilizadas 3 temperaturas diferentes: 650 °C, 700 °C e 750 °C, sendo que em cada temperatura foram colocadas 45 corpos de prova, sendo 15 de cada pressão de compactação.

Logo após a sinterização, as amostras foram identificadas e analisadas, gerando as tabelas 4, 5 e 6:

Tabela 4 - Dados das amostras sinterizadas à 650 °C

Pressão de Compactação	Identificação	Massa (g)	Espessura (mm)	Volume (mm ³)
93	1	1,38	2,50	799,62
	2	1,40	2,50	812,31
	3	1,42	2,80	894,81
	4	1,42	2,60	831,35
	5	1,46	2,70	875,77
	6	1,49	2,70	875,77
	7	1,42	2,60	831,35
	8	1,43	2,50	799,62
	9	1,45	2,60	831,35
	10	1,44	2,50	799,62
	11	1,38	2,50	799,62
	12	1,42	2,50	799,62
	13	1,37	2,50	799,62
	14	1,40	2,60	831,35
	15	1,42	2,60	831,35
	Média	1,42	2,60	831,35
154	16	1,41	2,50	799,62
	17	1,40	2,60	831,35
	18	1,43	2,50	799,62
	19	1,42	2,60	831,35
	20	1,40	2,60	831,35
	21	1,43	2,60	831,35
	22	1,41	2,50	799,62
	23	1,42	2,70	875,77
	24	1,43	2,70	875,77
	25	1,41	2,50	799,62
	26	1,43	2,50	799,62
	27	1,40	2,50	799,62
	28	1,41	2,50	799,62
	29	1,43	2,60	831,35
	30	1,44	2,50	799,62
	Média	1,41	2,58	817,39
216	31	1,49	2,70	863,08
	32	1,53	2,80	907,50

Conclusão Tabela 4

	33	1,45	2,60	825,00
	34	1,40	2,50	812,31
	35	1,45	2,70	856,73
	36	1,42	2,50	812,31
216	37	1,43	2,60	825,00
	38	1,41	2,50	812,31
	39	1,40	2,50	812,31
	40	1,43	2,60	825,00
	41	1,44	2,60	825,00
	42	1,40	2,50	812,31
	43	1,42	2,50	812,31
	44	1,40	2,50	812,31
	45	1,41	2,50	812,31
	Média	1,46	2,60	825,00

Tabela 5 - Dados das amostras sinterizadas à 700 °C

Pressão de Compactação	Identificação	Massa (g)	Espessura (mm)	Volume (mm ³)
	46	1,38	2,50	812,31
	47	1,40	2,50	812,31
	48	1,52	2,80	894,81
	49	1,42	2,60	825,00
	50	1,49	2,70	856,73
	51	1,42	2,60	825,00
93	52	1,41	2,50	812,31
	53	1,43	2,50	812,30
	54	1,42	2,60	825,00
	55	1,45	2,50	812,30
	56	1,44	2,60	825,00
	57	1,45	2,50	812,31
	58	1,41	2,50	812,30
	59	1,40	2,60	825,00
	60	1,40	2,50	812,30
	Média	1,42	2,66	842,77

Conclusão tabela 5

	62	1,38	2,50	812,30
	63	1,39	2,50	812,31
	64	1,47	2,70	863,08
	65	1,41	2,60	844,04
	66	1,44	2,60	825,00
	67	1,42	2,50	812,30
	68	1,43	2,60	825,00
154	69	1,40	2,50	812,30
	70	1,42	2,50	812,30
	71	1,39	2,50	812,30
	72	1,39	2,50	812,30
	73	1,40	2,50	812,30
	74	1,41	2,50	812,30
	75	1,42	2,60	825,00
	Média	1,41	2,55	817,39
<hr/>				
	76	1,49	2,70	863,08
	77	1,53	2,70	863,08
	78	1,45	2,60	825,00
	79	1,40	2,50	812,31
	80	1,45	2,70	863,08
	81	1,41	2,50	812,31
216	82	1,42	2,50	812,31
	83	1,41	2,50	812,31
	84	1,40	2,50	863,08
	85	1,43	2,60	812,31
	86	1,40	2,60	812,31
	87	1,42	2,60	825,00
	88	1,43		825,00
	89	1,44		825,00
	90	1,41		825,00
	Média	1,42	2,65	852,93
<hr/>				

Tabela 6 - Dados das amostras sinterizadas à 750 °C

Pressão de Compactação	Identificação	Massa (g)	Espessura (mm)	Volume (mm ³)
93	91	1,38	2,50	812,31
	92	1,40	2,60	825,00
	93	1,52	2,80	894,81
	94	1,42	2,60	825,00
	95	1,49	2,70	863,08
	96	1,45	2,60	825,00
	97	1,44	2,50	812,31
	98	1,43	2,60	825,00
	99	1,45	2,60	825,00
	100	1,47	2,70	863,08
	101	1,44	2,50	812,31
	102	1,40	2,60	825,00
	103	1,42	2,50	812,31
	104	1,43	2,60	825,00
	105	1,42	2,60	825,00
	Média	1,44	2,66	842,77
154	106	1,41	2,50	812,31
	107	1,38	2,40	767,89
	108	1,39	2,50	812,31
	109	1,47	2,70	863,08
	110	1,41	2,60	825,00
	111	1,40	2,50	812,31
	112	1,43	2,60	825,00
	113	1,41	2,50	812,31
	114	1,42	2,40	767,89
	115	1,43	2,60	825,00
	116	1,40	2,50	812,31
	117	1,42	2,50	812,31
	118	1,43	2,50	812,31
	119	1,44	2,60	825,00
	120	1,40	2,50	812,31
	Média	1,41	2,58	817,39
216	121	1,49	2,70	863,08
	122	1,53	2,80	907,50

Conclusão Tabela 6

	123	1,45	2,60	825,00
	124	1,40	2,50	812,31
	125	1,45	2,70	856,73
	126	1,44	2,60	825,00
216	127	1,43	2,50	812,31
	128	1,46	2,50	812,31
	129	1,45	2,60	825,00
	130	1,44	2,50	812,31
	131	1,40	2,60	825,00
	132	1,41	2,50	812,31
	133	1,45	2,60	825,00
	134	1,43	2,50	812,31
	135	1,42	2,60	825,00
	Média	1,46	2,69	852,93

Foi possível observar que, após a sinterização, as amostras apresentaram uma ligeira perda de massa e espessura. Isso ocorre devido à natureza da sinterização já explicada anteriormente e às altas temperaturas. O gráfico 1, 2 e 3 referentes a temperaturas de sinterização de 650, 700 e 750, respectivamente, auxiliam na observação dos resultados demonstrados na tabela.

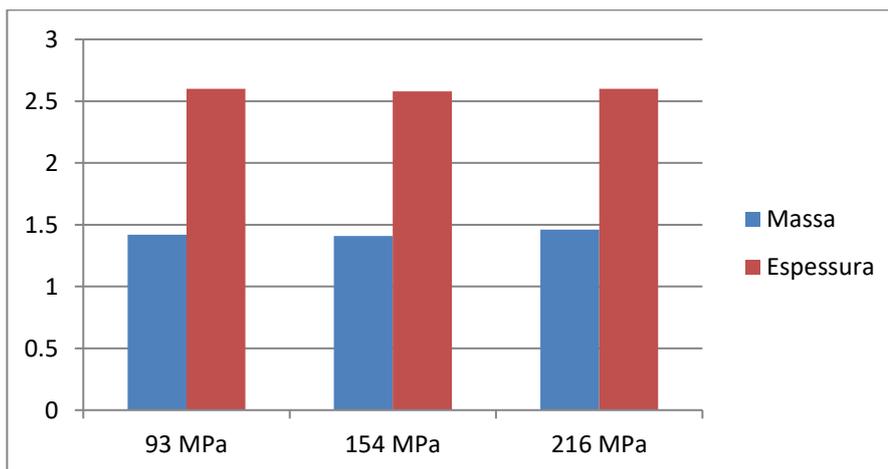


Gráfico 1 Comparação de massas e espessuras médias para sinterização a 650°C

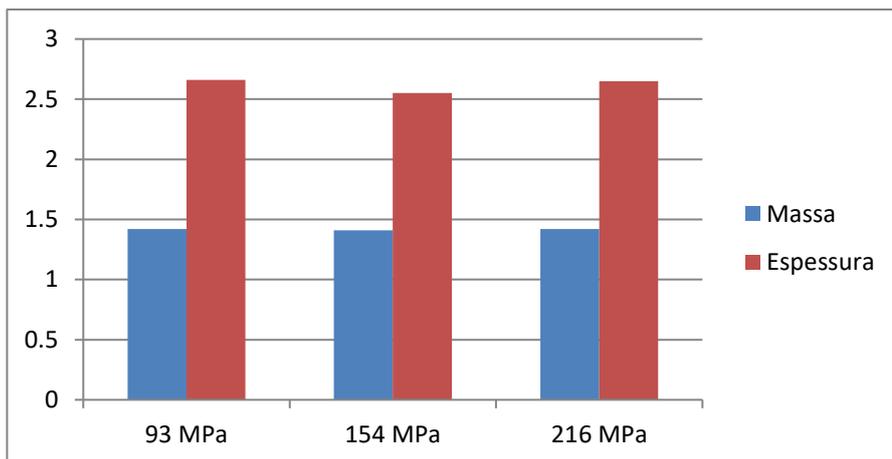


Gráfico 2 Comparação de massas e espessuras médias para sinterização à 700°C

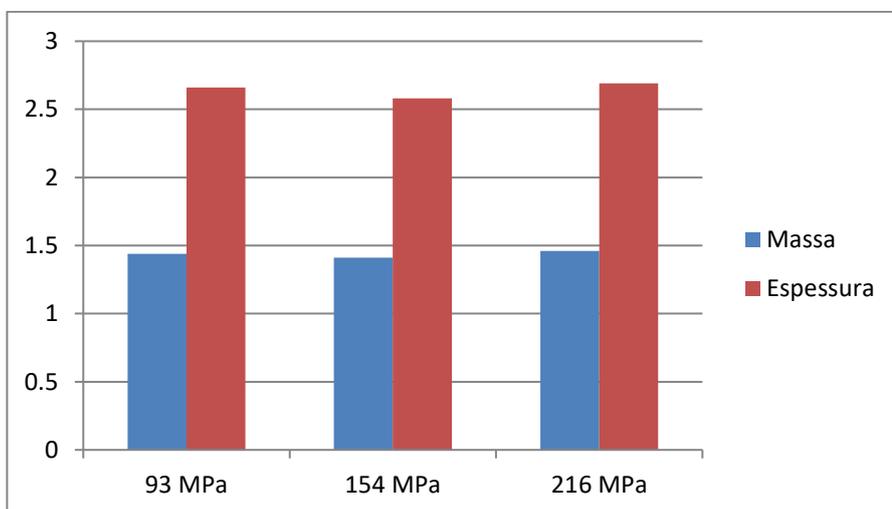


Gráfico 3 Comparação de massas e espessuras médias para sinterização à 750°C

4.3.3. Remoção do NaCl das membranas

Foram realizadas as fervuras das amostras e, após o término, foi realizada uma análise para identificar a quantidade de massa removida no processo. Foram medidas a massa úmida, massa imersa e massa seca das amostras.

Os dados de massa úmida das amostras sinterizadas à 650°C estão dispostos na tabela 7. Nesta etapa ocorreram algumas perdas de corpos de prova, devido à quebras e esfarelamento das mesmas, tal fato será discutido posteriormente. Por hora, as membranas perdidas serão representadas por ‘-’ em suas respectivas massas:

Tabela 7 - Dados das massas com sinterização à 650°C úmidas obtidas antes e depois de 4 horas de fervura

Pressão de compactação (MPa)	Identificação	Massa antes da fervura (g)	Massa úmida (g)
93	1	1,38	1,588
	2	1,40	1,558
	3	1,42	1,574
	4	1,42	1,482
	5	1,46	1,53
	6	1,49	-
	7	1,42	1,577
	8	1,43	1,534
	9	1,45	1,612
	10	1,44	1,495
	11	1,38	1,505
	12	1,42	1,528
	13	1,37	1,483
	14	1,40	-
	15	1,44	-
	Média	1,43	1,55
154	16	1,41	1,487
	17	1,40	1,627
	18	1,43	1,494
	19	1,42	1,495
	20	1,40	1,587
	21	1,43	1,590
	22	1,41	1,388
	23	1,42	-
	24	1,43	1,654
	25	1,41	1,474
	26	1,43	-
	27	1,40	1,598
	28	1,41	1,642
	29	1,43	1,700
	30	1,44	1,681
	Média	1,41	1,58

Conclusão tabela 7

	31	1,49	1,380
	32	1,53	1,421
216	33	1,45	1,342
	34	1,40	-
	35	1,45	-
	36	1,42	-
	37	1,43	-
	38	1,41	-
	39	1,40	1,392
	40	1,43	1,500
	41	1,44	1,348
	42	1,40	1,392
	43	1,42	1,494
	44	1,40	1,557
	45	1,41	1,510
	Média	1,47	1,50

Os dados das massas úmidas das amostras sinterizadas a 700°C estão na tabela 8:

Tabela 8 Massas úmidas sinterizadas a 700°C

Pressão de compactação (MPa)	Identificação	Massa antes da fervura (g)	Massa úmida (g)
	46	1,38	-
	47	1,40	-
93	48	1,52	-
	49	1,42	-
	50	1,49	1,584
	51	1,42	1,606
	52	1,41	1,611
	53	1,43	1,452
	54	1,42	1,480
	55	1,45	1,385
	56	1,44	1,324
	57	1,45	1,477
	58	1,41	1,453

Conclusão tabela 8

93	59	1,40	1,503
	60	1,40	1,491
	Média	1,41	1,56
<hr/>			
154	61	1,41	1,589
	62	1,38	-
	63	1,39	1,554
	64	1,47	1,498
	65	1,41	1,519
	66	1,44	1,525
	67	1,42	1,530
	68	1,43	1,478
	69	1,40	1,699
	70	1,42	1,455
	71	1,39	1,530
	72	1,39	1,667
	73	1,40	1,674
	74	1,41	1,561
	75	1,41	1,480
	Média	1,41	1,54
<hr/>			
216	76	1,49	1,540
	77	1,53	1,580
	78	1,45	-
	79	1,40	1,482
	80	1,45	1,417
	81	1,41	1,435
	82	1,42	1,445
	83	1,41	1,449
	84	1,40	1,440
	85	1,43	1,383
	86	1,40	1,404
	87	1,42	1,477
	88	1,43	1,484
	89	1,44	1,437
	90	1,41	1,331
		Média	1,42
<hr/>			

Os dados das massas úmidas das amostras sinterizadas a 750°C estão dispostos na tabela 9:

Tabela 9 Massas úmidas sinterizadas a 750°C

Pressão de compactação (MPa)	Identificação	Massa antes da fervura (g)	Massa úmida (g)
93	91	1,38	1,369
	92	1,40	1,383
	93	1,52	1,335
	94	1,42	1,431
	95	1,49	1,327
	96	1,45	1,415
	97	1,44	1,337
	98	1,43	1,325
	99	1,45	1,292
	100	1,47	1,305
	101	1,44	1,310
	102	1,40	1,338
	103	1,42	1,364
	104	1,43	1,361
	105	1,42	1,355
	Média	1,44	1,36
154	106	1,41	1,408
	107	1,38	1,385
	108	1,39	1,347
	109	1,47	-
	110	1,41	1,379
	111	1,40	1,364
	112	1,43	1,329
	113	1,41	1,56
	114	1,42	1,313
	115	1,43	1,393
	116	1,40	1,373
	117	1,41	1,442
	118	1,42	1,437
	119	1,43	1,365
	120	1,40	1,423

Conclusão Tabela 9

	Média	1,41	1,35
	121	1,49	1,411
	122	1,53	1,414
	123	1,45	1,420
	124	1,40	1,418
	125	1,45	1,408
216	126	1,44	1,302
	127	1,43	1,357
	128	1,46	1,349
	129	1,45	1,240
	130	1,44	1,345
	131	1,40	1,375
	132	1,41	1,370
	133	1,45	1,357
	134	1,43	1,225
	135	1,42	1,248
	Média	1,46	1,30

Os dados de massa imersa das amostras sinterizadas a 650°C estão na tabela 10:

Tabela 10 Massa imersa sinterizada à 650°C

Pressão de compactação (MPa)	Identificação	Massa imersa (g)
	1	0,503
	2	0,702
93	3	0,735
	4	0,697
	5	0,701
	6	-
	7	0,715
	8	0,632
	9	0,648
	10	0,710
	11	0,725

Continuação Tabela 10

	12	0,589
	13	0,679
	14	-
	15	-
	Média	0,67
	16	0,670
	17	0,652
154	18	0,712
	19	0,683
	20	0,668
	21	0,571
	22	0,589
	23	-
	24	0,697
	25	0,662
	26	-
	27	0,725
	28	0,623
	29	0,700
	30	0,608
	Média	0,65
	31	-
	32	0,657
216	33	0,649
	34	-
	35	-
	36	-
	37	-
	38	0,590
	39	0,615
	40	0,685
	41	0,675
	42	0,710

Conclusão Tabela 10

43	0,638
44	0,660
45	0,648
Média	0,632

Os dados de massa imersa das amostras sinterizadas a 700°C estão na tabela 11:

Tabela 11 Massa Imersa sinterizada à 700°C

Pressão de compactação (MPa)	Identificação	Massa imersa (g)
93	46	0,692
	47	-
	48	-
	49	0,652
	50	0,627
	51	0,715
	52	0,660
	53	0,625
	54	0,692
	55	0,675
	56	0,710
	57	0,638
	58	0,664
	59	0,661
60	0,585	
	Média	0,66
154	61	0,708
	62	-
	63	0,697
	64	-
	65	0,680
	66	0,714
	67	-

Conclusão Tabela 11

	68	0,695
	69	0,700
	70	0,693
	71	0,673
	72	0,702
	73	0,637
	74	0,670
	75	0,623
	Média	0,67
216	76	-
	77	0,650
	78	-
	79	0,680
	80	0,648
	81	0,712
	82	0,670
	83	0,699
	84	0,740
	85	0,695
	86	0,715
	87	0,640
	88	0,701
	89	0,690
	90	0,698
	Média	0,69

Os dados de massa imersa das amostras sinterizadas a 750°C estão na tabela 12:

Tabela 12 Massas imersas das amostras sinterizadas à 750°C

Pressão de compactação (MPa)	Identificação	Massa imersa (g)
	91	0,710
	92	0,715
93	93	0,706

Continuação Tabela 12

	94	0,721
	95	0,734
	96	0,727
	97	0,720
	98	0,712
	99	0,710
	100	0,715
	101	0,690
	102	0,707
	103	0,700
	104	0,703
	105	0,684
	Média	0,709
	<hr/>	
	106	0,718
	107	0,752
154	108	0,743
	109	-
	110	0,715
	111	0,730
	112	0,742
	113	0,741
	114	0,756
	115	0,720
	116	0,700
	117	0,690
	118	0,755
	119	0,746
	120	0,730
	Média	0,728
	<hr/>	
	121	0,730
	122	0,714
216	123	0,715

Conclusão Tabela 12

124	0,742
125	0,715
126	0,730
127	0,746
128	0,734
129	0,714
130	0,732
131	0,690
132	0,702
133	0,706
134	0,699
135	0,704
Média	0,725

Os dados de massa seca das amostras sinterizadas à 650°C estão na tabela 13:

Tabela 13 Dados de massa seca sinterizadas à 650°C

Pressão de compactação (MPa)	Identificação	Massa seca após 1h de fervura (g)	Massa seca após 2h de fervura (g)	Massa seca após 3h de fervura (g)	Massa seca após 4h de fervura (g)
93	1	1,47	1,32	1,23	1,19
	2	1,49	1,34	1,26	1,20
	3	1,53	1,34	1,28	1,21
	4	1,38	1,35	1,24	1,20
	5	1,48	1,31	1,25	1,19
	6	1,40	1,26	1,23	1,23
	7	1,32	1,28	1,25	1,22
	8	1,51	1,30	1,22	1,18
	9	1,46	1,29	1,20	1,19
	10	1,48	1,40	1,25	1,20
	11	1,3	1,25	1,22	1,21
	12	1,40	1,35	1,28	1,26
	13	1,45	1,29	1,26	1,20
	14	1,46	1,30	1,23	1,21
	15	1,42	1,29	1,23	1,23
	Média	1,43	1,32	1,25	1,21
	% sal perdida				14,8%
154	16	1,43	1,34	1,20	1,15
	17	1,49	1,32	1,26	1,20
	18	1,44	1,32	1,26	1,14
	19	1,36	1,39	1,28	1,22
	20	1,50	1,35	1,20	1,17
	21	1,44	1,30	1,20	1,18
	22	1,37	1,25	1,23	1,23
	23	1,50	1,27	-	-
	24	1,48	1,29	1,23	1,21
	25	1,38	1,31	1,20	1,17
	26	1,32	1,36	-	-
	27	1,46	1,37	1,20	1,19
	28	1,42	1,38	1,22	1,20

Conclusão Tabela 13

	29	1,42	1,26	1,23	1,16
	30	1,49	1,21	1,20	1,15
	Média	1,48	1,32	1,24	1,18
	% sal perdida				16,4%
	31	-	-	-	-
	32	1,37	1,24	1,19	1,13
	33	1,41	1,18	1,17	1,15
	34	-	-	-	-
	35	-	-	-	-
	36	-	-	-	-
	37	-	-	-	-
	38	1,40	1,32	1,21	1,13
	39	1,30	1,25	1,20	1,12
216	40	1,36	1,23	1,18	1,18
	41	1,42	1,26	1,22	1,20
	42	1,31	1,30	1,18	1,16
	43	1,32	1,22	1,16	1,15
	44	1,41	1,35	1,23	1,19
	45	1,33	1,28	1,23	1,22
	Média	1,47	1,22	1,21	1,18
	% sal perdida				17%

Os dados das massas secas das amostras sinterizadas à 700°C estão na tabela 14:

Tabela 14 Dados de massa seca sinterizadas à 700°C

Pressão de compactação (MPa)	Identificação	Massa seca após 1h de fervura (g)	Massa seca após 2h de fervura (g)	Massa seca após 3h de fervura (g)	Massa seca após 4h de fervura (g)
	46	1,27	1,22	1,20	1,17
	47	-	-	-	-
93	48	-	-	-	-
	49	1,38	1,32	1,27	1,17

Continuação Tabela 14

	50	1,32	1,25	1,20	1,19
	51	1,25	1,20	1,18	1,18
	52	1,34	1,22	1,18	1,16
	53	1,39	1,26	1,25	1,21
	54	1,40	1,31	1,26	1,19
	55	1,35	1,24	1,23	1,20
	56	1,40	1,26	1,25	1,25
	57	1,31	1,29	1,20	1,13
	58	1,30	1,24	1,17	1,15
	59	1,35	1,28	1,20	1,17
	60	1,36	1,20	1,18	1,18
	Média	1,43	1,24	1,21	1,18
	% de sal perdida				16,9
	61	1,29	1,25	1,23	1,20
	62	-	-	-	-
154	63	1,31	1,25	1,16	1,14
	64	1,38	1,29	1,18	1,18
	65	1,34	1,25	1,21	1,21
	66	1,40	1,31	1,20	1,17
	67	1,25	1,24	1,23	1,18
	68	1,36	1,33	1,25	1,20
	69	1,55	1,41	1,22	1,19
	70	1,36	1,30	1,23	1,16
154	71	1,41	1,36	1,20	1,15
	72	1,51	1,34	1,26	1,23
	73	1,21	1,20	1,18	1,18
	74	1,30	1,15	1,15	1,14
	75	1,25	1,20	1,15	1,13
	Média	1,41	1,14	0,27	1,18
	% sal perdida				16,3
	76	1,42	1,26	1,23	1,20
	77	1,33	1,24	1,22	1,21
216	78	1,32	1,28	1,27	1,20
	79	1,37	1,30	1,26	1,21

Conclusão Tabela 14

80	1,37	1,31	1,20	1,15
81	1,37	1,32	1,19	1,18
82	1,40	1,26	1,21	1,19
83	1,39	1,33	1,31	1,22
84	1,39	1,26	1,22	1,20
85	1,34	1,34	1,21	1,21
86	1,35	1,29	1,26	1,23
87	1,43	1,27	1,20	1,16
88	1,35	1,26	1,26	1,26
89	1,40	1,26	1,20	1,19
90	1,32	1,24	1,21	1,20
Média	1,34	1,25	1,22	1,20
% sal perdida				15,5

Os dados das massas secas das amostras sinterizadas à 750°C estão na tabela 15:

Tabela 15 Dados de massa seca à 750°C

Pressão de compactação (MPa)	Identificação	Massa seca após 1h de fervura (g)	Massa seca após 2h de fervura (g)	Massa seca após 3h de fervura (g)	Massa seca após 4h de fervura (g)
	91	1,33	1,26	1,26	1,25
	92	1,36	1,30	1,29	1,29
93	93	1,29	1,27	1,26	1,25
	94	1,40	1,35	1,27	1,27
	95	1,38	1,31	1,29	1,28
	96	1,38	1,34	1,31	1,30
	97	1,32	1,30	1,27	1,26
	98	1,33	1,31	1,28	1,27
	99	1,40	1,36	1,35	1,31
	100	1,32	1,30	1,30	1,29
	101	1,32	1,31	1,31	1,30
	102	1,41	1,36	1,35	1,32
	103	1,32	1,30	1,27	1,25

Continuação Tabela 15

	104	1,31	1,27	1,26	1,24
	105	1,28	1,25	1,23	1,23
	Média	1,31	1,29	1,28	1,27
	% sal perdida				11,8
154	106	1,34	1,32	1,32	1,30
	107	1,42	1,40	1,39	1,39
	108	1,35	1,32	1,30	1,28
	109	-	-	-	-
	110	1,38	1,34	1,33	1,33
	111	1,40	1,37	1,35	1,35
	112	1,36	1,30	1,29	1,29
	113	1,36	1,32	1,32	1,30
	114	1,37	1,33	1,33	1,32
	115	1,48	1,42	1,41	1,39
	116	1,34	1,31	1,30	1,29
	117	1,36	1,35	1,35	1,33
	118	1,35	1,31	1,31	1,31
	119	1,36	1,34	1,34	1,34
	120	1,37	1,35	1,31	1,30
		Média	1,36	1,34	1,33
	% sal perdida				6,4
216	121	1,36	1,33	1,32	1,32
	122	1,31	1,31	1,31	1,29
	123	1,33	1,30	1,29	1,28
	124	1,35	1,33	1,31	1,31
	125	1,34	1,31	1,30	1,30
	126	1,38	1,29	1,29	1,27
	127	1,36	1,34	1,30	1,29
	128	1,34	1,31	1,30	1,30
	129	1,30	1,26	1,26	1,25
	130	1,39	1,37	1,36	1,33
	131	1,36	1,34	1,30	1,29
	132	1,35	1,32	1,32	1,30
	133	1,34	1,27	1,26	1,24

Conclusão Tabela 15

134	1,40	1,29	1,29	1,26
135	1,38	1,33	1,31	1,30
Média	1,34	1,31	1,20	11,6

Com base nos dados da tabela e considerando que todas as amostras continham 20% de NaCl em suas estruturas, a eficiência do processo foi calculada com a equação (X):

$$e = \frac{tr}{t} * 100 \quad (X)$$

Sendo tr a porcentagem média de massa removida e t a porcentagem de sal relativo à massa de pó de vidro, em nosso caso, $t = 0,20$. Visto que se utilizou 20% da massa de sal, e as porcentagens removidas para cada grupos estão destacadas nas tabelas acima.

Abaixo há a demonstração do cálculo da eficiência para o grupo 1 utilizando a equação X: (Ver tabela 1 para definição dos grupos), e então a tabela 16 demonstrará a eficiência para os demais grupos:

$$e = \frac{14,8}{20} * 100$$

$$e = 74\%$$

Tabela 16 Eficiência dos processos

Grupo	% sal perdida	Eficiência (%)
1	14,8	74,0
2	16,4	82,0
3	17,0	85,0
4	16,9	84,5
5	16,3	81,5
6	15,5	77,5
7	11,8	59
8	6,4	32
9	11,6	58

Com os resultados acima podemos observar que há uma tendência da membrana perder o sal mais rapidamente conforme se aumenta a temperatura de sinterização.

Por outro lado, com maiores temperaturas a eficiência da perda de sal torna-se menor, principalmente notável nos corpos de prova sinterizados à 750°C, as sinterizadas à 650°C e 700°C apresentam valores aproximados de eficiência. Deve-se também levar em consideração que as amostras sinterizadas à 650°C são mais frágeis e esfarelaram no processo de lavagem, portanto os dados de eficiência para esse caso podem não ser totalmente confiáveis.

4.3.4 Cálculo da porosidade aparente e densidade aparente

Feitas as medições das massas, foi possível realizar os cálculos necessários a partir das médias de cada grupo.

O cálculo de porosidade aparente e densidade para o grupo 1 está realizado abaixo utilizando as equações IX e VII, respectivamente, enquanto os resultados dos demais grupos estão dispostos nas tabelas 17, 18 e 19:

Densidade aparente (grupo 1):

Como a densidade do líquido é 1 g/cm³, desconsideramos dl, portanto:

$$D_{ap} = \frac{1,21}{(1,55 - 0,67)} = 1,37$$

Porosidade aparente (grupo 1):

$$P_a = \left[\frac{1,55 - 1,21}{1,55 - 0,65} \right] * 100 = 0,38$$

Tabela 17 Porosidade e densidade aparente sinterizados à 650°C

Pressão de compactação (MPa)	Massa seca (g)	Massa imersa (g)	Massa úmida (g)	Porosidade aparente (%)	Densidade aparente
93	1,21	0,67	1,55	38	1,37
154	1,18	0,65	1,58	43	1,27
216	1,16	0,632	1,50	39	1,33

Os resultados da porosidade aparente e densidade aparente das amostras sinterizadas à 700°C estão na tabela 18:

Tabela 18 Porosidade e densidade aparente sinterizados à 700°C

Pressão de compactação (MPa)	Massa seca (g)	Massa imersa (g)	Massa úmida (g)	Porosidade aparente (%)	Densidade aparente
93	1,18	0,66	1,56	42	1,31
154	1,18	0,67	1,54	41	1,35
216	1,20	0,69	1,52	38	1,44

Os resultados da porosidade aparente e densidade aparente das amostras sinterizadas à 750°C estão na tabela 19:

Tabela 19 Porosidade e densidade aparente sinterizados à 750°C

Pressão de compactação (MPa)	Massa seca (g)	Massa imersa (g)	Massa úmida (g)	Porosidade aparente (%)	Densidade aparente
93	1,27	0,71	1,36	13	1,95
154	1,32	0,728	1,35	4	2,12
216	1,29	0,725	1,30	2	2,24

Analisando os resultados, foi possível perceber que existe uma grande diferença nas amostras sinterizadas à 750°C, possuindo porosidade aparente bem menor do que as demais e uma densidade aparente maior, isso ocorre pois os corpos de prova sinterizadas à 750°C possuíram uma eficiência de perda de sal bem inferior àquelas sinterizadas em temperaturas mais baixas.

Como a perda de sal é a responsável pela formação dos poros, a porosidade aparente das sinterizadas à 750°C também é inferior, e já que a porosidade é a característica mais importante das membranas, podemos concluir que essa temperatura é ineficiente para sua produção.

4.3.5 Cálculo da absorção de água e retração

Para o cálculo da retração, será utilizada a equação XI:

$$dL = \frac{L_s - L_q}{L_s} * 100 \quad (XI)$$

Sendo L_s o diâmetro inicial das membranas, e L_q seu diâmetro após a sinterização. Para efeitos de cálculo, podemos assumir que o diâmetro inicial das membranas é 10 mm, visto que é o diâmetro da matriz utilizada para moldá-las.

Novamente será calculado a retração para o grupo 1, e os demais grupos terão seus resultados demonstrados nas tabelas 20, 21 e 22:

$$dL = \frac{1 - 0,935}{1} * 100 = 6,5\%$$

Cálculo da absorção de água para o grupo 1, utilizando a equação VIII, mostrando os resultados nas tabelas 20, 21 e 22:

$$AA\% = \frac{1,55 - 1,21}{1,55} * 100$$

$$AA\% = 22\%$$

Tabela 20 Absorção de água e retração sinterizadas à 650°C

Pressão de compactação (MPa)	Massa seca (g)	Massa úmida (g)	Absorção e água (%)	Retração (%)
93	1,21	1,55	22	6,5
154	1,18	1,58	25,3	7,0
216	1,16	1,50	22,6	6,1

Tabela 21 Absorção de água e retração sinterizadas à 700°C

Pressão de compactação (MPa)	Massa seca (g)	Massa úmida (g)	Absorção e água (%)	Retração (%)
93	1,18	1,56	24,0	7,3
154	1,18	1,54	23,4	7,1
216	1,20	1,52	21	6,8

Tabela 22 Absorção de água e retração à 750°C

Pressão de compactação (MPa)	Massa seca (g)	Massa úmida (g)	Absorção e água (%)	Retração (%)
93	1,27	1,36	7	7,5
154	1,32	1,35	2,2	8,0
216	1,29	1,30	0,8	7,3

Por fim, a tabela 23 e os gráficos 4, 5 e 6 irão comparar as características absorção de água, porosidade e densidade aparente, e eficiência de perda de sal entre todos os grupos, visto que essas são as principais qualidades que buscamos em uma membrana para filtração, e com ela pode-se chegar à uma conclusão adequada ao projeto.

Tabela 23 Comparação geral das membranas

Grupo	AA%	Densidade aparente	Porosidade aparente (%)	Eficiência (%)
1	22,0	1,37	38	74
2	25,3	1,27	43	82
3	22,6	1,33	39	85
4	24,0	1,31	42	84,5
5	23,4	1,35	41	81,5
6	21,0	1,44	38	77,5
7	7,0	1,95	13	59
8	2,2	2,12	4	32
9	0,8	2,24	2	58

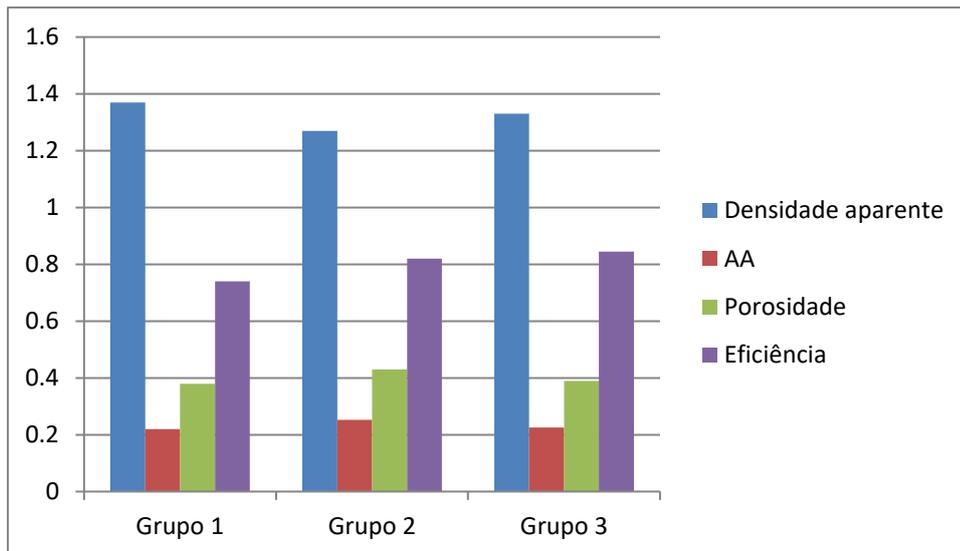


Gráfico 4 Comparação das características dos corpos de prova sinterizados à 650°C

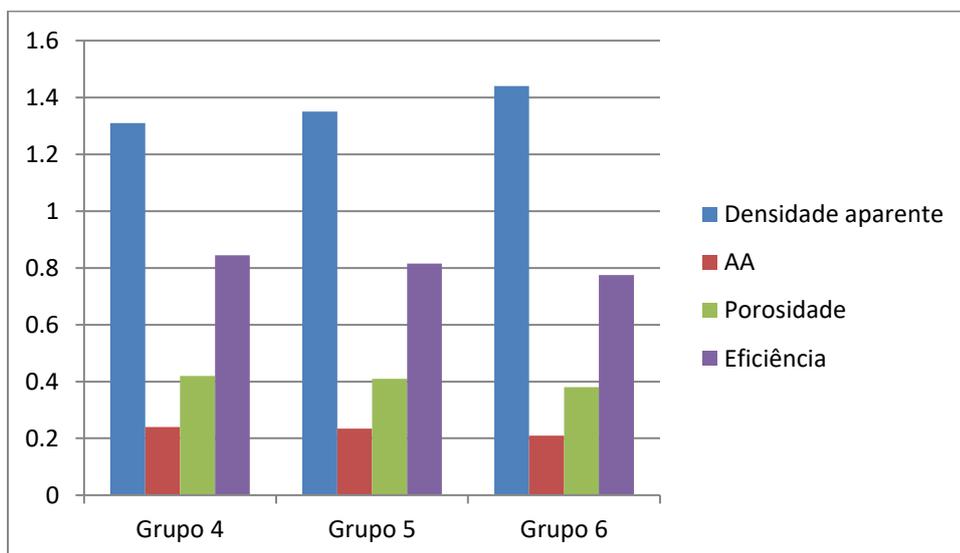


Gráfico 5 Comparação das características dos corpos de prova sinterizados à 700°C

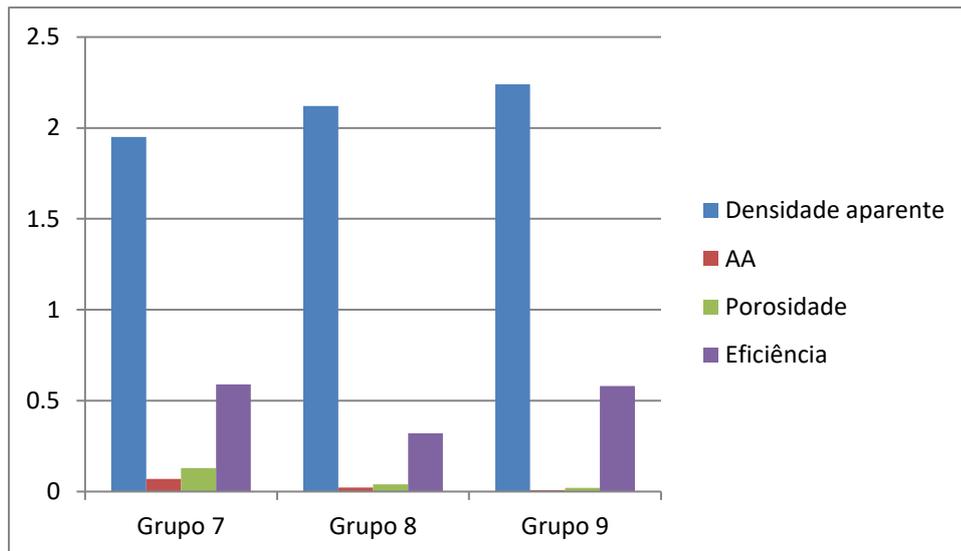


Gráfico 6 Comparação das características dos corpos de prova sinterizados à 750°C

Com os dados da tabela 23 e dos gráficos 4, 5 e 6 fica fácil estabelecer uma relação direta com a eficiência da perda de sal com as características mais desejáveis da membrana. Nota-se claramente que os grupos que foram sinterizados à 750°C possuem uma clara desvantagem com relação aos demais. As pressões de compactação estudadas não parecem oferecer um impacto tão grande no desenvolvimento das membranas, no entanto, por questões de resistência mecânica observada durante os experimentos, as compactadas a 154 MPa são melhores, essas também possuem uma leve vantagem quando comparadas à porosidade aparente.

Em resumo, é possível considerar as membranas do grupo 5 (compactadas a 154 MPa e sinterizadas a 700°C) como as melhores, quando consideramos todos os fatores envolvidos na tabela e a resistência mecânica. As produzidas do grupo 4 (compactadas a 93 MPa e sinterizadas a 700°C) possuem uma leve vantagem em absorção de água e porosidade, no entanto, consideramos que essa pequena diferença não seja suficiente para compensar a perda na resistência da membrana.

5. CONCLUSÃO

Considerando que a matéria prima necessária para a produção das membranas é extremamente barata e de fácil acesso, pode-se admitir que é um processo viável, visto que é composta de apenas vidro e cloreto de sódio. Além de ser uma opção ecologicamente correta, conceito que deve ser levado em consideração, principalmente nos tempos atuais. Assim, podemos assumir que a produção de membranas de vidro é economicamente viável.

Com relação à sua eficiência, nessa análise inicial realizada, as membranas parecem ser suficiente para filtração convencional, no entanto, análises posteriores são necessárias para ter maior conhecimento de sua capacidade de filtração.

As análises realizadas nesse projeto permitem concluir que para a compactação da mistura pó de vidro e sal, a pressão ideal dentro das realizadas é a de 154 ou 216 MPa, as duas pressões não tiveram resultados relevantemente diferentes para poder-se afirmar com precisão qual das duas pressões é a melhor para ser aplicada. No entanto, a pressão de 93MPa mostrou-se ineficiente para a produção, visto que as membranas tornam-se muito frágeis.

Com relação a temperatura de sinterização, podemos afirmar que a mais eficiente é a de 700°C, visto que quando sinterizadas à 650°C, assim como quando compactadas a 93MPa, as membranas tornam-se muito frágeis e suscetíveis à quebra e esfarelamento no manuseio e na fase de lavagem para a remoção do sal, as sinterizadas a 750°C demonstraram resistência mecânica superiores àquelas a 700°C, no entanto, suas características de absorção de água e porosidade são inferiores, e visto que as sinterizadas à 700°C são suficientemente resistentes para evitar quebras, definimos essa como a temperatura de sinterização ideal.

Ainda há muito espaço para desenvolvimento na produção de membranas, futuras análises para diferentes pressões e temperaturas podem ser realizadas, assim como a porcentagem de sal adicionada e o tamanho de

partícula utilizada, que foram mantidas constantes nessa trabalho, em 20% e 100 mesh.

6. REFERENCIAS

1. ABIVIDRO (2016) – Associação Técnica Brasileira das Indústrias Automáticas de Vidro. **Reciclagem de vidro**. Disponível em <<http://www.abividro.org.br/reciclagem-abividro>>. Acesso em novembro de 2016.
2. ALBARO, J.L Amorós. A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial: Descrição da Etapa de Prensagem. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v. 6, n. 3, p.26-32, jun. 2001.
3. ALVES, Oswaldo Luiz; GIMENEZ, Iara de Fátima; MAZALI, Italo Odone. Vidros. **Cadernos Temáticos de Química Nova na Escola**, Campinas, p.1-24, maio 2001.
4. CALLISTER, Jr William D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. Quinta edição. LTC Editora. Rio de Janeiro: 2000.
5. CREMASCO, M.A. Operações Unitárias em Sistemas Particulados e Fluidomecânicos. São Paulo. Blucher, 2012.
6. DEDAVID, Berenice Anina; GOMES, Carmen Isse; MACHADO, Giovanna. **Microscopia eletrônica de varredura: Aplicações e preparações para amostra**. 2007. Disponível em: <<http://www.pucrs.br/edipucrs/online/microscopia/microscopia.pdf>>. Acesso em: 22 nov. 2016.
7. GERMAN, R. M. **Powder Metallurgy Science**. Metal Powder Industries Federation Princeton, NY, 1984.
8. GERMAN, R. M. **Liquid Phase Sintering**. Rensselaer Polytechnic Institute. Troy, NY, 1985.
9. HABERT, Alberto Cláudio; BORGES, Cristiano Piacsek; NOBREGA, Ronaldo. **Processos de separação por membranas**. Rio de Janeiro: E-papers Serviços editoriais, 2006.
10. KAUSHIK, N. **Membrane separation processes**. Vallabh Vidhyanagar, India: Prentice-Hall of India Private, New Delhi. 2008.

11. REIS, Raphael MideaCuccovia Vasconcelos. **Avaliação de Modelos de Sinterização por Fluxo Viscoso e Determinação da Taxa de Crescimento de Cristais e Fração Cristalizada em Vidros**. 2012. 172 f. Tese (Doutorado) - Curso de Ciência e Engenharia dos Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2012.
12. RICHERSON, David W. **Modern Ceramic Engineering: properties, processing, and use in design**. Second Edition . New York: Marcel Dekker Inc, 1992.
13. VIEIRA, Délia do Carmo. **Fabricação de elementos vítreos porosos para o depósito de polímeros visando a obtenção de membranas com superfícies ativas**. 2002. 146 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia e Ciências dos Materiais, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2002.
14. ASSIS, O.B.G. **O uso de vidro reciclado na confecção de membranas para microfiltração**. Embrapa Instrumentação Agrupecuária. Cerâmica 52, p. 105 - 113. S.Carlos, SP: 2006.
15. Elliott, S.R. (1994) **Amorphous Solids: An Introduction**. In: Catlow, C. R. A. (eds.), "Defects and Disorder in Crystalline and Amorphous Solids", NATO Advanced Studies Institutes Series; Series C, Mathematical and Physical Sciences, 418, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht: 73-86. ISBN 0792326105.
16. KAWAMOTO, Willian M.; SOLTOVSKI, Ramon. **Produção de membrana filtrante de vidro reciclado pelo processo de sinterização com posterior caracterização**. 2016. 80 f. Monografia (Bacharelado em Engenharia Química) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Ponta Grossa, 2016.
17. BERNARDES, Tereza Cristina. **HISTORIA DO VIDRO**. Disponível em
<http://www.achetudoeregiao.com.br/lixo_recicle/vidro_sua_historia.htm
>. Acesso em: novembro de 2016

