

# Produção de espuma cerâmica com baixo impacto ambiental para aplicação em petróleo

L. B. Barbosa, L. M. de Jesus, S. J. Matos, Z. S. Macedo

*Departamento de Física, Grupo de Materiais Cerâmicos Avançados, Universidade Federal de Sergipe, Campus*

*Universitário, São Cristóvão – SE 49.100-000.*

*luciarabb@gmail.com, silvaneidematos@yahoo.com.br*

*(Recebido em 31 de agosto de 2010; aceito em 20 de dezembro de 2010)*

---

As espumas cerâmicas são estruturas porosas com alta resistência mecânica, bastante empregadas como filtros e como suporte para catalisadores com aplicação em diversas áreas ligadas à cadeia do conhecimento do petróleo. Neste trabalho desenvolvemos uma metodologia de produção mecânica de poros, minimizando o impacto ambiental do processo de produção de espumas cerâmicas de alumina utilizando a rota de sol-gel protéico. As amostras preparadas apresentaram porosidade da ordem de 60% e boa resistência mecânica.

Palavras-chave: Espuma cerâmica, sol-gel protéico, catalisadores.

Ceramic foams are porous structures with high mechanical strength and they are highly used as filters and as support for catalysts with application in several areas related to the oil knowledge chain. In this paper we develop a methodology for the mechanical production of pores, minimizing the environmental impact of production of alumina ceramic foams using the proteic sol-gel route. Prepared samples show porosity of about 60% and good mechanical strength.

Keywords: ceramic foam, proteic sol-gel, catalisers.

---

## 1. INTRODUÇÃO

Corpos cerâmicos são usados em diversas etapas na indústria do petróleo. Seu uso é tão abrangente que engloba desde os testes de laboratório, tais como os de caracterização de poços, extração e refino do óleo, e diversos processos de separações, até vários tratamentos de descarte de resíduos [1].

As espumas cerâmicas são estruturas porosas com alta resistência mecânica, baixo peso específico, baixa condutividade térmica, elevada área específica, alta refratariedade, ampla faixa de permeabilidade, resistência ao desgaste e a altas temperaturas e estabilidade química, bastante empregadas como filtros e como suporte para catalisadores, com aplicação em diversas áreas ligadas à cadeia do conhecimento do petróleo [2, 3, 4].

A técnica mais comum de produção de espuma cerâmica é o método da réplica, que envolve o recobrimento de uma esponja polimérica de células abertas com uma suspensão cerâmica. A composição química da suspensão depende da aplicação do produto final. Após as etapas de calcinação para eliminação do polímero e da sinterização, tem-se uma réplica da esponja em cerâmica [5].

O método de preparação utilizando réplicas poliméricas, apesar de ser eficiente e ter bons resultados comprovados, traz prejuízos do ponto de vista ambiental, principalmente se produzido em larga escala. Isto ocorre porque uma grande quantidade de CO<sub>2</sub> é liberada durante a queima da esponja polimérica.

Processos alternativos para produção de espuma cerâmica que dispensam o uso de esponjas poliméricas envolvem a rota de sol-gel combinada com a indução mecânica dos poros através de borbulhamento ou agitação mecânica [6]. Durante estes processos, são acrescentados surfactantes que auxiliam a formação de poros e que são liberados na etapa de calcinação. Estes surfactantes, no entanto, constituem apenas cerca de 3% da massa total do produto, de modo que o grau de toxicidade do processo é bastante reduzido, se comparado à rota de produção pelo método da réplica.

Na busca de processos de síntese com menor impacto ambiental, foi desenvolvida uma rota de sol-gel alternativa, nomeada de rota de Sol-Gel Protéico (SGP), e que utiliza água de coco em substituição aos alcóxidos convencionais durante a etapa de formação das cadeias poliméricas que ancoram os íons precursores [6, 7, 8].

Neste trabalho desenvolvemos uma metodologia de produção mecânica de poros, minimizando o impacto ambiental do processo de produção de espumas cerâmicas de alumina utilizando a rota de SGP.

## 2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

A alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) foi obtida através da rota de sol-gel protéico. Neste processo o precursor utilizado é o cloreto de alumínio ( $\text{AlCl}_3$ ), que é dissolvido em água de coco verde processada para formar o sol. Nesta etapa foi adicionado o hidróxido de amônia ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) para controle do pH da solução. Após a dissolução e homogeneização esta solução foi colocada em uma chapa metálica à temperatura de  $100\text{ }^\circ\text{C}$  por 24 h, e em seguida submetida às etapas de homogeneização em almofariz, calcinação a  $500\text{ }^\circ\text{C}$  por 4 h em forno elétrico convencional com atmosfera aberta e taxa de aquecimento  $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$  para retirada parcial do material orgânico. Após a calcinação o xerogel foi homogeneizado em almofariz de ágata e misturado a uma fase vítrea moída (vidro reciclado) nas quantidades 20% e 15% em massa. Através de prensagem uniaxial, utilizando-se uma pressão nominal de 1 ton. durante 30 s, foram produzidas pastilhas com 12 mm de diâmetro e espessura variável, as quais foram calcinadas a  $600\text{ }^\circ\text{C}$  por 4 h para retirada total do material orgânico, e finalmente sinterizadas a temperatura de  $1300\text{ }^\circ\text{C}$  por 4 h.

A caracterização estrutural da alumina foi realizada por meio da difratometria de raios-X (DRX). Estas medidas foram realizadas no pó calcinado a diferentes temperaturas e nas cerâmicas sinterizadas a  $1300\text{ }^\circ\text{C}$  por 4 h, em modo de varredura contínua em um difratômetro Rigaku RINT 2000/PC, com radiação  $\text{K}\alpha$  do Cu, em um intervalo de varredura  $2\theta$  entre  $10^\circ$  e  $80^\circ$ , com passo de  $0,02^\circ$ .

As técnicas de análise térmica diferencial (ATD) e termogravimétrica (TG) foram utilizadas a fim de se obter o ponto de fusão do vidro para determinar qual a melhor temperatura de sinterização das amostras. Estas medidas foram realizadas por meio de medidas simultâneas de ATD/TG (SDT 2960), da temperatura ambiente até  $1300\text{ }^\circ\text{C}$ , com taxa de aquecimento de  $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ , em atmosfera de ar sintético ( $\text{O}_2/\text{N}_2 = 1/4$ ), e utilizando a platina como material de referência.

Para a análise da porosidade das espumas cerâmicas foram utilizadas as técnicas de porosimetria por intrusão de mercúrio (PIM), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e medição de densidade e porosidade pelo método de Arquimedes (MARq). Nesta última, a porosidade  $P$  foi obtida da relação  $P = 100\% - \rho_{\text{rel}}$ , com a densidade relativa  $\rho_{\text{rel}}$  sendo  $\rho_{\text{rel}} = \rho / \rho_{\text{teo}}$ , a densidade teórica  $\rho_{\text{teo}}$  sendo  $\rho_{\text{teo}} = (\% \rho_v + \% \rho_{\text{alu}}) / 100\%$ , e a densidade experimental  $\rho$  sendo  $\rho = m_{\text{seca}} / V$ , com  $m_{\text{seca}}$  igual a massa seca da amostra e  $V$  igual ao seu volume. O cálculo da densidade teórica  $\rho_{\text{teo}}$  das misturas de alumina e vidro envolveu a densidade do vidro  $\rho_v$  e a densidade teórica do  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\rho_{\text{alu}}$ .

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 mostra os difratogramas obtidos da alumina sinterizada a diferentes temperaturas, sem a adição da fase vítrea, onde se evidencia a predominância da fase cristalina  $\theta\text{-Al}_2\text{O}_3$  (JCPDS 110517).

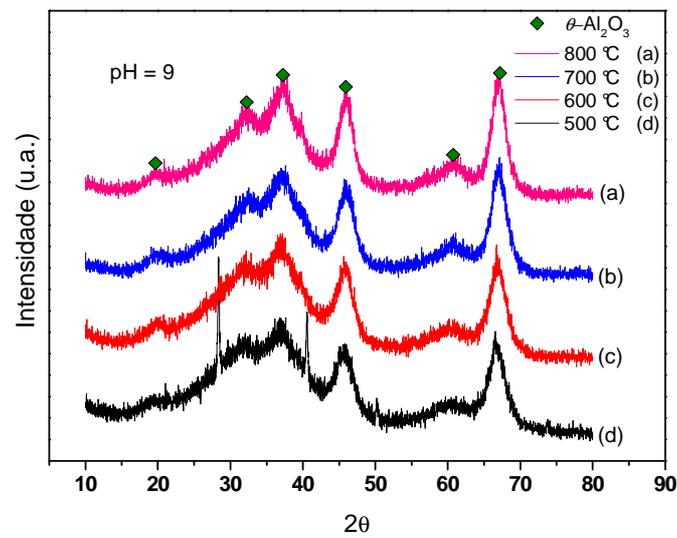


Figura 1: Difratomogramas da alumina sintetizada de pH = 9 pelo método SGP em diferentes temperaturas.

A Figura 2 mostra as curvas de decomposição térmica (ATD/TG) do vidro comercial moído. Observa-se entre 1000 °C e 1100 °C outra região com uma perda de massa que pode indicar um possível ponto de fusão, o qual foi confirmado através de um teste realizado com uma amostra do vidro levado ao forno a 1050 °C.

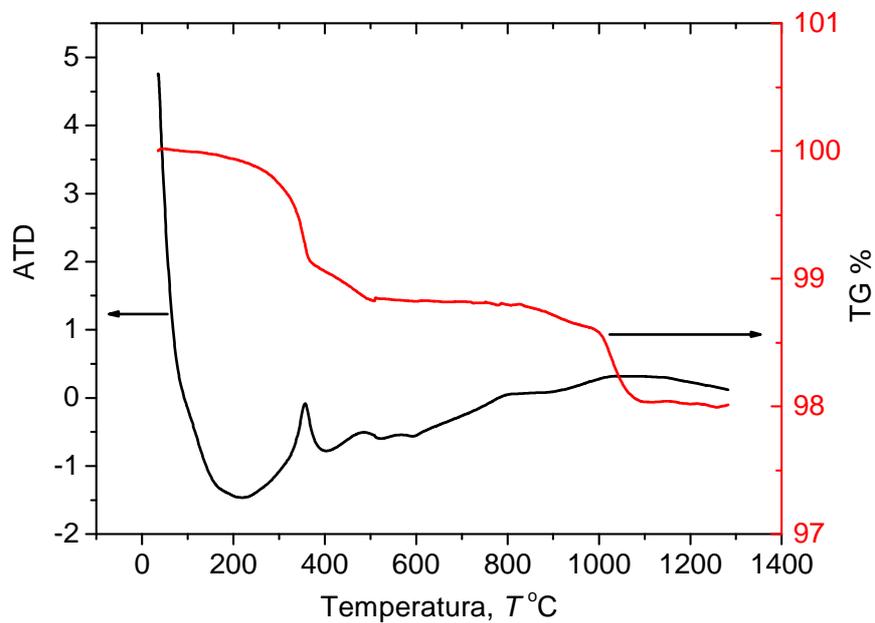


Figura 2: Análise térmica (ATD/TG) do vidro moído utilizado na mistura com alumina.

A Tabela 1 resume as medições de porosidade das espumas cerâmicas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> obtidas através do Método de Arquimedes. A porosidade  $P$  varia de 55% a 65% em qualquer caso, mas para cada percentagem de vidro as maiores e menores porosidades se encontram em intervalos de pH diferentes.

Tabela 1: Porosidade de espumas cerâmicas de  $Al_2O_3$  obtidas de soluções de diferentes pH.

20% de vidro		15% de vidro	
pH da solução	P (%)	pH da solução	P (%)
0	64	0	55
2	59	2	56
3	64	3	55
4	56	4	57
5	58	5	53
6	62	6	64
7	54	7	65
8	52	8	60
9	55	9	58

A Figura 3 mostra a microestrutura de uma superfície de espuma cerâmica preparada com 20% de vidro a partir de uma solução de pH=6. O tamanho médio de poro aparenta estar entre 10  $\mu$ m e 20  $\mu$ m e a geometria deste não é regular.

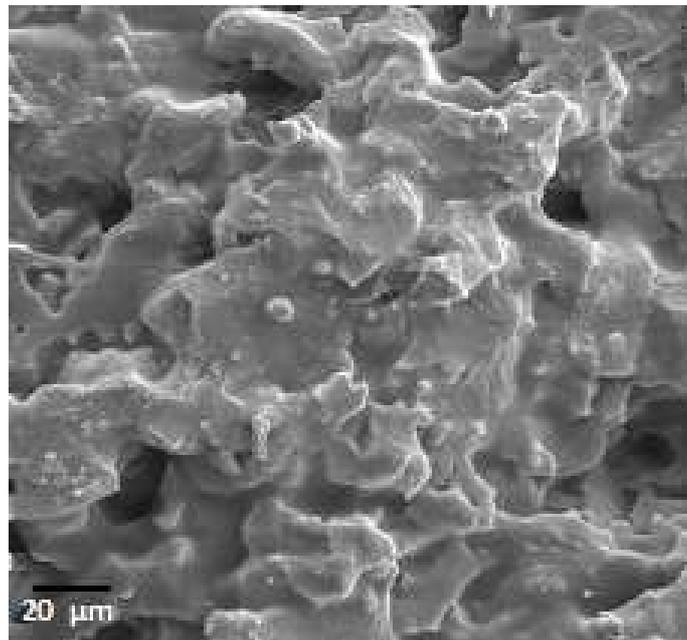


Figura 3: Microestrutura de espuma cerâmica preparada com 20% de vidro a partir de uma solução de pH=6. A superfície analisada foi obtida através de fratura.

A Figura 4 mostra uma medida de porosimetria de mercúrio da mesma amostra analisada por MEV da Fig. 3, onde se verifica o tamanho médio de poro próximo de 10  $\mu$ m.

Medidas similares de MEV e PIM, não mostradas aqui, feitas em outras amostras reproduzem a tendência de porosidade encontrada na Tabela 1.

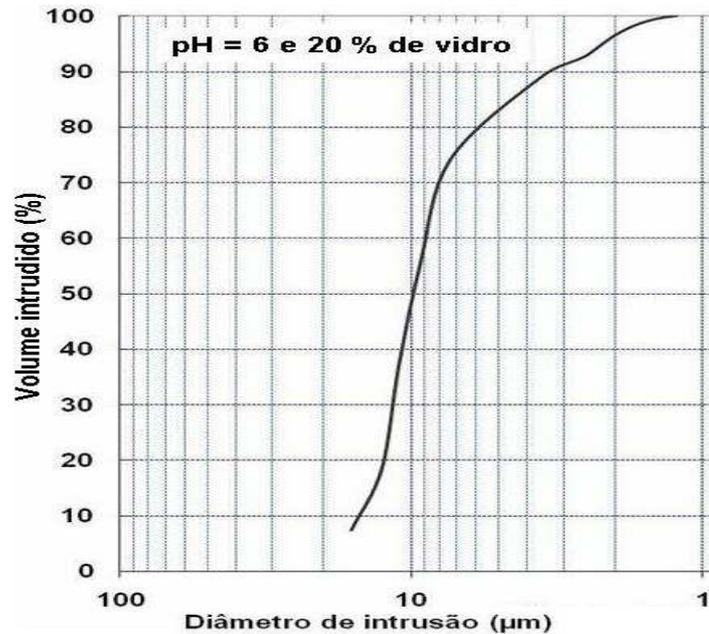


Figura 4: Porosimetria por intrusão de mercúrio da amostra de espuma cerâmica preparada com a solução de pH = 6 sinterizada com 20% de vidro a 1300 °C por 4 horas.

#### 4. CONCLUSÕES

As cerâmicas preparadas apresentam porosidade da ordem de 55% a 65% calculadas e medidas. As medidas por porosimetria de mercúrio e microscopia eletrônica de varredura confirmaram os resultados das porosidades obtidas através do Método de Arquimedes, isto é, as espumas cerâmicas possuem alta porosidade aberta com tamanho médio de poros da ordem de micrometros.

A técnica de processamento apresentada neste trabalho representa um significativo avanço no desenvolvimento de materiais porosos e, por isso, deverá possibilitar a descoberta de novas aplicações de espumas cerâmicas processadas por essa nova técnica.

- [1] F. Vale Brito, Dissertação apresentada ao programa de pós-graduação de Engenharia da Universidade federal do Rio de Janeiro em Janeiro de 2005.
- [2] L.M.Sheppard, "Porous Ceramics: Processing and Applications" In "Ceramic Transactions" V. 31, Ed Kozo Ishizaki...[et al], 1993.
- [3] I. Nettleship, Key Eng. Mater. 122-124 (1996) 305-24.
- [4] V. R. Salvini, M. D. M. Innocentini, V. C. Pandolfelli, "Influência das condições de processamento cerâmico na resistência mecânica e na permeabilidade dos filtros de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC", Cerâmica 48 (307) Jul/Ago/Set 2002.
- [5] T. Tomita, S. Kawasaki e K. Okada, "Effect of viscosity on preparation of foamed silica ceramics by a rapid gelation foaming method", Journal of Porous Materials 12: 123–129, 2005.
- [6] J.G.D. Duque, M.A. Macedo e N.O. Moreno, "An alternative method to prepare CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> thin films", Physica Status Solidi B-Basic Research, v. 220 [1], p. 413-415, 2000.
- [7] J.G.D. Duque, M.A. Macedo, N.O. Moreno, J.L. Lopez e H.D. Pfaner, "Magnetic and structural properties of CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> thin films synthesized via a sol-gel process", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v. 226, p. 1424-1425, 2001.
- [8] M.A. Macedo e J.M. Sasaki, Processo de fabricação de pós nanoparticulados, Patente: Privilégio de Inovação n.PI 0203876-5, 24 de setembro de 2002.