

Preparação e Caracterização das Propriedades de espumas cerâmicas de fosfato de alumínio e sódio.

GALVÃO, D. M.; LIMA, E. C. O.

Palavras-chave: Espumas cerâmicas – Preparação e Caracterização.

1. INTRODUÇÃO (justificativa e objetivos)

Materiais porosos são muito importantes devido às suas propriedades específicas, tais como grande área superficial, permeabilidade, baixas massa, baixo calor específico e baixa condutividade térmica. Espumas cerâmicas é um exemplo deste tipo de material, e neste trabalho seu processo de obtenção é simples e consiste no tratamento de hidróxido de alumínio amorfo com soluções de ácido fosfórico e hidróxido de sódio (LIMA, 2000; LIMA 2002). A indústria de construção civil vem fazendo uso de materiais leves e com certa resistência, como laje de treliça, porém, estes materiais apresentam alto custo e são poluentes, a existência de materiais alternativos fabricados com matérias-primas nacionais para este tipo de aplicação sem dúvida teria boa aceitação pela indústria da construção civil. Sendo assim, é oportuno intensificar as pesquisas na área de materiais cerâmicos à base de fosfatos, que são matérias-primas nacionais e de baixo custo, buscando atender as necessidades da sociedade moderna.

2. METODOLOGIA

Estudo da composição dos pós-precursores: Estimou-se relações molares de Na/Al e P/Al próximas às da literatura (LIMA, 2000, LIMA, 2001) para a preparação dos pós precursores das espumas cerâmicas, que possivelmente seriam formadas nas temperaturas entre 600 e 800°C.

Preparação dos pós-precursores: Os pós-precursores foram preparados pela mistura de ácido fosfórico, hidróxido de sódio e água, formando uma solução de ortofosfato de sódio. Posteriormente esta solução foi adicionada ao hidróxido de alumínio amorfo (51% Al_2O_3), com ligeira agitação em temperatura ambiente, permanecendo em repouso por aproximadamente 24 horas. A dispersão foi seca em estufa a 150°C até peso constante. Foram obtidos sólidos na forma de pó finamente divididos, que foram pulverizados e peneirados.

Obtenção das espumas: Os pós-precursores (aproximadamente 50g) foram colocados em cápsulas de porcelana e submetidos a um tratamento térmico em mufla (Modelo: INTI, Fabricado por: Maitec, Indústria Mecânica Ltda.) com temperatura programada, e aquecidos lentamente (10°C/min) até atingirem a temperatura de formação das espumas (600-800°C), permanecendo na temperatura desejada por um período de trinta minutos. As espumas foram resfriadas lentamente até a temperatura ambiente.

Estudo das condições do aumento da escala no sistema: Preparou-se quantidades maiores dos pós com um aumento de cinco vezes. Os pós foram submetidos a tratamento térmico em formas de alumina (30cm x 24cm x 8cm) em mufla (Modelo: Electro Therm, Fabricado por: Electro). Para que se pudesse ajustar a temperatura da mufla grande, fez-se diversas tentativas utilizando cápsulas de porcelana (aproximadamente 50g de pó), desta forma foi possível comparar o comportamento do pó precursor nas diferentes muflas.

Caracterização das espumas por difratometria de raios-X: A caracterização das espumas foi feita por difratometria de raios-X, para determinação da composição do esqueleto da espuma, realizada em um gerador de raios-X modelo (XRD-600-SHIMADZU) utilizando um tubo de raios-X de cobre ($\lambda=1.54056\text{nm}$), Voltagem de 40.0kV, corrente de 30,0mA, fendas (divergência = 1.00deg, espalhamento=1.00deg, recebimento=0.30mm). A varredura foi contínua, theta-2theta, com velocidade de 2.000 graus/min em intervalos de 0.0200 graus (BLEICHER, 2000).

Caracterização por microscopia óptica: As espumas obtidas foram lixadas e cortadas em lâminas de aproximadamente 1mm de espessura, foram levadas à um microscópio óptico do IQ-UFG, para determinar o diâmetro médio de seus poros. Estas espumas foram fotografadas macroscopicamente e microscopicamente com uma câmera fotográfica digital.

Teste de resistência à dissolução em meio aquoso ácido: As espumas obtidas (em pequena escala e temperatura de 750°C), foram cortadas obtendo-se blocos de aproximadamente 1 cm cada lado, foram pesadas e colocadas em frascos contendo soluções de acidificadas em diferentes pHs durante 3 semanas, após esta etapa, elas retiradas da solução e secas em estufa (100°C) por 12 horas, e assim pesados novamente, e assim sabendo qual o desgaste físico da espuma. Este teste tem a finalidade de simular o desgaste da espuma exposta a diferentes atmosferas, como chuvas ácidas por exemplo.

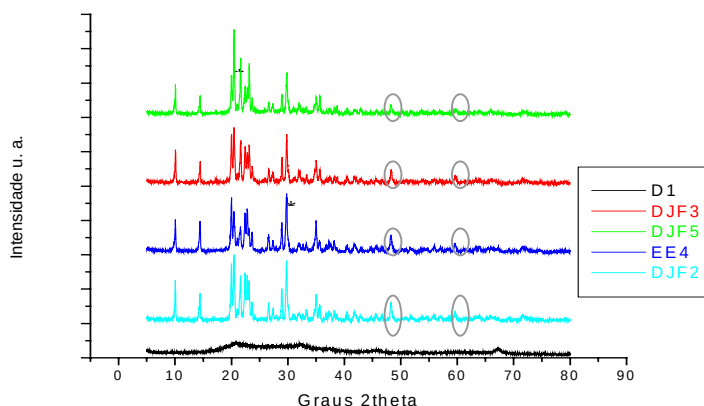
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Composição dos pós-precursores: A composição dos pós-precursores em razões molares de Na/Al e P/Al e temperatura de formação das espumas está apresentado logo abaixo.

Nome do Pó Precursor Formação (°C)	Relação Molar Na/Al	Relação Molar P/Al	Temperatura de
DJF2	0,88	1,30	700 - 750
DJF3	0,93	1,36	750
DJF5	0,88	1,36	750
EE4	0,78	0,92	700 - 750
D1	1,00	0,80	750

Estudo das condições do aumento da escala no sistema: As diferentes composições foram preparadas com um aumento de cinco vezes, submetidas ao tratamento térmico em forma maior (30 cm x 24cm, e 8 cm de altura. Porém não houve boa formação das mesmas, a tentou-se de ajustar a temperatura na qual fosse possível haver a formação das espumas em grande escala. Foram realizados ajustes na programação da mufla grande (Modelo Electro), porém não houve formação das espumas. As possíveis causas para a não formação das espumas em grande escala são: a má distribuição do calor dentro das muflas grandes e a regulação das mesmas.

Caracterização das espumas por difratometria de raios-X: Através dos difratogramas (**figura 1**) pôde-se observar que houve pequenas alterações nas posições dos picos de difração das espumas de composições DJF2, DJF3, DJF5 e EE4, isso aconteceu porque estas espumas possuem composições muito parecidas e a temperatura de formação das espumas aconteceu na mesma faixa.



Caracterização das espumas por microscopia óptica: Através das fotos obtidas em um microscópio óptico, pôde-se medir o tamanho médio dos poros das espumas, mas devido à não uniformidade dos poros na espuma esta medida não é precisa. Os valores foram medidos através da metade da distância entre dois poros da espuma, estes valores estão apresentados abaixo.

Nome da Espuma	Temperatura de Formação (°C)	Tamanho Médio de Poros (µm)
DJF2	750	350
DJF3	750	550
DJF5	750	400
EE4	750	600
D1	750	250

Teste de resistência à dissolução em meio aquoso ácido: Não houve perda significativa de massa das espumas, aproximadamente 0,6%.

4. CONCLUSÃO

As composições das amostras DJF2, DJF3, DJF5, EE4 e D1 foram apropriadas para a formação de espumas cerâmicas nas temperaturas entre 700°C e 750°C, com possível utilidade prática na construção civil. A preparação dos pós-precursores em grande escala não interferiu na estrutura das espumas obtidas em cápsulas de porcelana (~50g), porém sua obtenção em macro-escala foi comprometida. A caracterização do esqueleto das espumas por difratometria de raios-X apresentou resultados coerentes, pois os difratogramas das espumas DJF2, DJF3, DJF5 e EE4, formadas na mesma faixa temperatura, apresentaram muita semelhança. Isto decorreu porque estas espumas possuem composição muito semelhante. Através das fotos obtidas em um microscópio óptico, foi possível constatar que uma pequena variação nas quantidades de fósforo e/ou sódio na composição da espuma altera o tamanho de seus poros. Através dos testes de desgaste à dissolução em meio aquoso ácido, pôde-se concluir que as espumas apresentam grande resistência, e que poderiam ser aplicadas em locais abertos, onde ficariam expostas a chuvas sem haver desgaste significativo.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- LIMA, E. C. D.; SARTORATTO, P. P. C.; AYERS, A. M.; OLIVEIRA, S. B. Processo de formação de espumas sólidas a partir de hidróxido de alumínio e ortofosfato. PI: 0006707-5 (22), 2000.
- LIMA, E. C. D.; SARTORATTO, P. P. C.; AYERS, A. M.; OLIVEIRA, S. B. Aluminium/sodium phosphate-based closed cell ceramic foams. *Journal of Non-crystalline Solids*. **279**, p.60-71, 2001.
- LIMA, E. C. D.; GALEMBECK, F.; GANDRA, C. G.; BAESSO, M. L.; SILVA, E. C.; VARGAS, H. *Langmuir* 6, p.309, 1993.
- LIMA, E. C. D.; BEPPU, M. M.; GALEMBECK, F.; VALENTE FILHO, J. F.; SOARES, D. M.; BRAZ, J. *Chem.Society*, 7, p. 209, 1996.

FONTE DE FINANCIAMENTO – CNPq/PIBIC