

Nº 25, jun/98, p.1-5

PROCESSAMENTO DE FILTROS DE VÍDRIO PELA TÉCNICA DE PREENCHIMENTO PARA APLICAÇÕES EM MICROFILTRAÇÃO

Odilio Benedito Garrido de Assis¹

Filtros de materiais vítreos são indicados para emprego em meios ou condições quimicamente agressivas, como em algumas áreas de biotecnologia e de medicina. Membranas confeccionadas de vidros, em diversas porosidades, apresentam considerável eficiência quando empregadas em processos de dessalinização de águas em sistemas de osmose sobre pressão (Elmer, 1978) e também têm sido ferramenta útil em estudos básicos, como na análises de fundamentos e de mecanismos de separação e permeabilidade (Nakashima & Shimizu, 1993; Kimmich, R. et al., 1996).

A técnica mais amplamente utilizada na confecção de vidros porosos é a lixiviação, que tem por base processos similares aos desenvolvidos pela Vycor (Schnabel, R. et al., 1978). A lixiviação em vidros tem por princípio a remoção química de uma fase específica (geralmente o Boreto de Sódio), previamente aglomerado na estrutura vítrea por meio de tratamento térmico adequado. Enquanto a lixiviação permite produzir materiais que apresentam homogeneidade de tamanhos e distribuição de poros, a técnica tem como limitante a espessura e a fragilidade da peça final (Schnabel & Langer, 1969).

A confecção de filtros pela técnica de preenchimento é de desenvolvimento mais recente e possibilita a confecção de elementos porosos em formatos e dimensões diferenciadas, com razoável controle das características estruturais (Siebers, 1989; Assis & Claro, 1988). A Embrapa Instrumentação Agropecuária tem estudado o processamento e confecção de membranas de vidros apropriadas ao emprego em microfiltração pela técnica de preenchimento. O objetivo é obter substratos com permeabilidade definida adequados à imobilização de matéria orgânica biologicamente ativa para emprego na purificação de águas contaminadas por resíduos químicos diversos ou agrotóxicos.

Processamento das Membranas

A técnica de preenchimento (*filler principle*) é basicamente um processo cerâmico, ou seja, envolve moagem, compactação e queima para obtenção de um formato final, com a diferença de que essa técnica faz uso de aditivo solúvel ao pó

¹ Físico, PhD, Embrapa Instrumentação Agropecuária C. Postal 741, CEP 13560-970 São Carlos, SP

CT/25, CNPDIA, jun/98, p.2

de vidro como elemento não-sinterizável, cuja remoção posterior por lavagem gera a estrutura porosa do filtro. A Figura 1 apresenta a seqüência do processo.

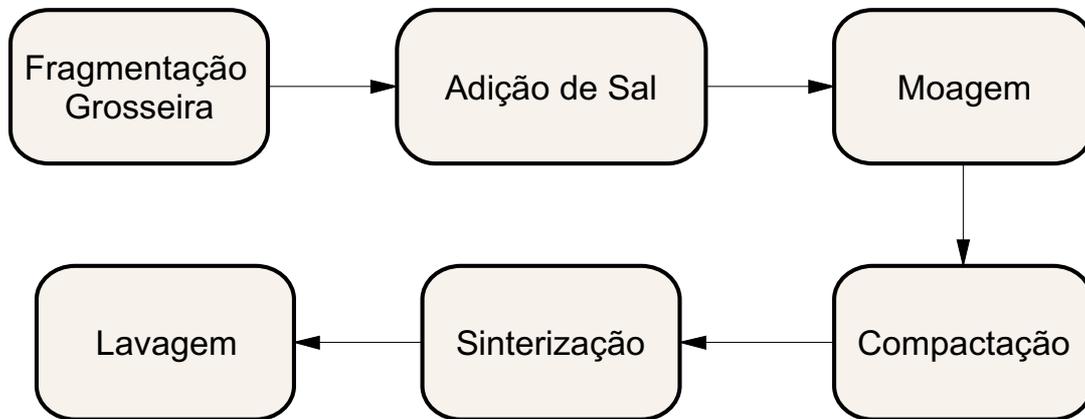


Figura 1 Seqüência de processamento pela técnica de preenchimento.

O pó de vidro foi obtido a partir da moagem de vidros de composição comercial (CaO (10-15%) Na₂O (12-15%) SiO₂ (71-75%), média em peso), sofrendo inicialmente fragmentação grosseira, gerando partículas em torno de 100 μ m. A adição de dois sais, NaCl e K₂SO₄ foi avaliada nas proporções de 50 e 30% na moagem conjunta com o pó de vidro em moinhos de bolas, por 2 horas. A função dos sais é estabelecer uma estrutura intermediária entre os grãos de vidro que não seja sinterizável, isto é, não sofra influência da temperatura, e possa ser facilmente removida após a consolidação da peça por aquecimento. Os compactos (vidro + sal) são prensados uniaxialmente em matriz de forma cilíndrica, a uma pressão de 200-250 MPa, obtendo-se corpos nas dimensões 32mm x 4mm. A sinterização foi conduzida em atmosfera não-controlada em temperatura de 800 °C por 1 hora, e resfriados no forno à razão de 250 °C/min. Os filtros sinterizados foram, então, extensivamente lavados em água corrente para solubilização dos sais. A remoção da fração salina gera a estrutura dos poros interconectados. A densidade ao longo da sinterização foi obtida por medidas geométricas e a microestrutura final caracterizada por microscopia eletrônica de varredura.

Discussão

A Figura 2 apresenta a evolução das densidades em função do tempo de aquecimento. As densidades medidas são bastante próximas e fortemente dependentes da quantidade de sal adicionada ao pó de vidro. Os resultados indicam pouca influência com respeito à composição dos sais, diferenciando-se dos resultados apresentados por Siebers (1989). Para as amostras lavadas, as densidades sofrem uma redução proporcional, em todos os tempos de sinterização, não-maior que 12%, o que leva a concluir que o sal adicionado se distribui homogêaneamente no pó de vidro, embora uma fração permaneça retida no interior do compacto, possivelmente devido ao fechamento dos poros na estrutura, sendo, assim, não-dissolvida pela lavagem.

CT/25, CNPDIA, jun/98, p.3

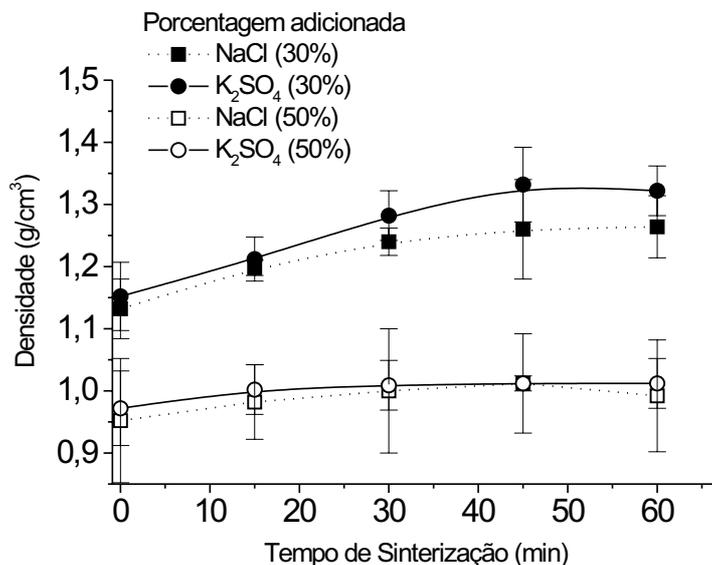


Figura 2 Densificação dos compactos em presença de sal. Temperatura 800 °C em atmosfera não-controlada.

Uma característica importante observada nos compactos é a morfologia final dos poros. Assumindo-se a sinterização como ocorrendo por mecanismos viscosos, segundo o modelo clássico apresentado por Kuczynski (1949) e Scherer (1983), o material vítreo escorre ao redor dos grão de sal, tomando o formato de suas faces. Como o formato do sal fragmentado apresenta faces planas, Figura 3(a), os poros igualmente apresentam, no final do processamento, uma morfologia com faces regulares predominantemente planas, ou seja, os poros são modelados segundo a morfologia do sal adicionado. Esse aspecto é idêntico para ambos os sais e se repete para todo o volume do filtro. A Figura 3(b) ilustra um poro típico em que é possível observar o formato plano das paredes. O tamanho médio dos poros medido por análises óptica estatística fica em torno de 30 μ m. A Figura 4 ilustra esquematicamente o possível mecanismo de formação de um poro pela técnica de preenchimento.

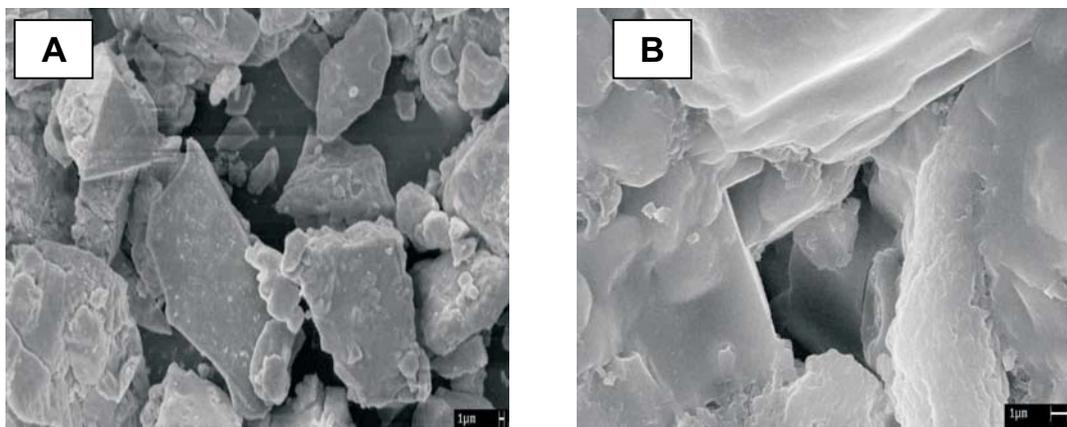


Figura 3 (a) Morfologia do sal fragmentado (NaCl) e aspecto típico de um poro no filtro sinterizado (b).

CT/25, CNPDIA, jun/98, p.4

Como a filtragem convencional tem por princípio a separação por retenção de partículas maiores que as dimensões médias dos poros, poros com faces planas apresentam aumento da tortuosidade, elevando, por conseguinte, o tempo de residência do permeado no elemento, o que, dependendo da origem das impurezas a serem removidas, pode influenciar a eficiência de filtragem (Rikvold & Stell, 1985). Sendo o interesse confeccionar filtros de vidros para a imobilização de matéria orgânica, os poros com faces planas apresentam uma vantagem adicional sobre os circulares (Ulman, 1991).

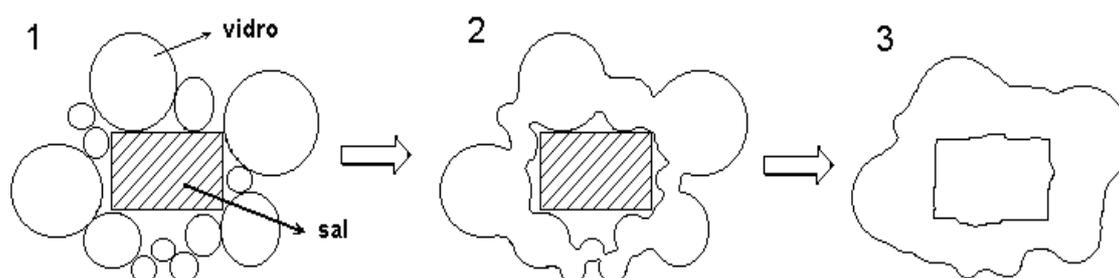


Figura 4 Ilustração esquemática da formação de poros por mecanismo viscoso: (1) no compacto com presença de grãos de sal; (2) ao longo do aquecimento e (3) o poro gerado após a lavagem.

Referencias Bibliográficas

- ASSIS, O.B.G.; CLARO, L.C. Processing of soda lime glass membranes by filler principle and enzyme immobilization by S.A. technique. In: BRAZILIAN SYMPOSIUM ON GLASS AND RELATED MATERIALS, 2., ago.1998, Bonito, MS. **Abstracts...** [s.l.]:UFMS,1988, pg.75.
- ELMER, T. H. Evaluation of porous glass as desalination membrane. **Ceramic Bulletin**, v.57, n.11, p.1051-1053,1978.
- KIMMICH, R.; STAF, S.; MAKLAKOV, A.I.; SKIRDA, V.D.; KHOZINA, E.V. Self-diffusion in fluids in porous glass: confinement by pores and liquid adsorption layers. **Magnetic Resonance Imaging**, v.14, n.7/8, p.793-797,1996.
- KUCZYNSKI, G.C. Study of the sintering of glass. **Journal of Applied Physics**, v.20, p.1160-1163, 1949.
- NAKASHIMA, T.; SHIMIZU, M. Liquid permeability of porous glass membranes and its microstructure. **Journal of the Ceramic Society of Japan**, v.101, n.5, p.516-520,1993.
- RIKVOLD, P. A.; STELL, G. Porosity and specific surface for interpenetrable-sphere models of two-phase random media. **Journal of Chemical Physics, USA**, v.82 n.2, p.1014-1018,1985.
- SCHNABEL, R.; HÖLZEL, A.; GOTTER, K. **Verfahren zur Herstellung von Porösen Glasgegenständen durch Thermische Phasentrennung und Aschirßende Auslaugung Sowie Verwendung der Porösen Gegenstände**. German Pat. No. 245411, 1978.
- SCHNABEL, R.; LANGER, P. Structural and chemical properties of glass capillary membranes and their use in protein separation. **Glastechnische Berichte**, Berlin: v.62, n.2, p.56-62,1969.

CT/25, CNPDIA, jun/98, p.5

SIEBERS, F. B., GREULICH, N., KIEFER, W. Manufacture, properties and application of open-pore sintered glasses and open-pore sintered glass-ceramics. **Glastechnische Berichte**, Berlin: V.62 n.2,p.63-73,1989.

SCHERER, G. W. Viscous sintering of a bimodal pore-size distribution. **Journal of the american ceramics society**, v.67, n.11, p.709-715, 1983.

ULMAN, A. **An introduction to ultrathin organic films-from Langmuir-Blodgett to self-assembly**. Boston: Academic Press, 1991.