

Caracterização de flogopita para processamento de filtros cerâmicos porosos pelo método da réplica

(Characterization of phlogopite for processing porous ceramic filters using the replica method)

A. M. S. Procópio^{1*}, E. J. C. Ferreira¹, L. G. Oliveira¹, M. de Barros², M. R. de Freitas¹,
M. C. da Silva³, F. Moura Filho¹

¹Universidade Federal de Itajubá, Laboratório Interdisciplinar de Materiais Avançados,
R. Irmã Ivone Drumond 200, 35903-087, Itabira, MG, Brasil

²Universidade Federal de Ouro Preto, Pilar, MG, Brasil

³Universidade Federal de Itajubá, Laboratório Interdisciplinar de Materiais Compósitos e Poliméricos,
Itabira, MG, Brasil

Resumo

Descreve-se a caracterização da matéria-prima flogopita [$\text{KMg}_3(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2$] e o processo de fabricação de filtros cerâmicos porosos (FCPs) a partir desta, via método da réplica (esponja polimérica) de forma simples e eficaz. A flogopita foi caracterizada por difratometria de raios X (DRX), espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier por reflexão total atenuada, espectroscopia no UV-vis, termogravimetria, análise térmica diferencial e dilatométrica, e os FCPs por microscopia eletrônica de varredura acoplada por espectroscopia por energia dispersiva e pelo método de imersão para determinação da porosidade aparente (PA), absorção de água (AA) e densidade aparente (DA). DRX indicou, além da fase flogopita, as fases caulinita, biotita e goetita para a amostra sem tratamento térmico. A energia de *band gap* de 3,10 eV foi determinada por UV-vis. A partir das análises térmicas, encontrou-se a temperatura de queima do material entre 1000 e 1200 °C. Determinaram-se PA na faixa de 92% a 95%, AA de 84% a 89% e DA de 0,12 a 0,25 g.cm⁻³. Os FCPs apresentaram altos teores dos elementos oxigênio, alumínio, silício, ferro e magnésio, além de estruturas celulares interconectadas com perfis circulares e distribuição de tamanho dos poros na faixa de 0,25 a 0,40 mm. **Palavras-chave:** caracterização, flogopita, filtros cerâmicos porosos, processamento, método da réplica.

Abstract

The characterization of the raw material phlogopite [$\text{KMg}_3(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2$] and the process of manufacturing porous ceramic filters (PCFs) from it, using the polymeric sponge method in a simple and effective way, are described. Phlogopite was characterized by X-ray diffraction (XRD), attenuated total reflection Fourier-transform infrared spectroscopy, UV-vis spectroscopy, thermogravimetry, differential thermal analysis, and dilatometry, and PCFs by scanning electron microscopy coupled by energy dispersive spectroscopy and the immersion method to determine apparent porosity (PA), water absorption (AA), and bulk density (DA). XRD indicated, in addition to the phlogopite phase, the kaolinite, biotite, and goethite phases for the sample without heat-treatment. The band gap energy of 3.10 eV was determined by UV-vis. From the thermal analysis, the firing temperature between 1000 and 1200 °C was found. PA in the range of 92% to 95%, AA from 84% to 89%, and DA from 0.12 to 0.25 g.cm⁻³ were determined. The PCFs presented high contents of oxygen, aluminum, silicon, iron, and magnesium, besides regular cellular structures with interconnectivity, and pore size distribution in the range of 250 to 400 μm.

Keywords: characterization, porous ceramic filters, phlogopite, polymeric sponge method.

INTRODUÇÃO

Atualmente a poluição ambiental tem aumentado significativamente com o aumento da frota automotiva mundial e das indústrias, gerando grandes impactos aos ecossistemas, principalmente água, ar, fauna e flora, e eles pedem socorro. Com isso, torna-se necessário o

desenvolvimento de novas técnicas, tecnologias, processos, métodos e materiais capazes de solucionar esses problemas de forma eficiente e sustentável. Nesse contexto, os materiais cerâmicos porosos (MCPs) têm recebido atenção significativa e vêm sendo estudados em várias aplicações tecnológicas, dos quais podem-se citar: suporte catalítico para tratamento de água e purificação de ar, em diversas reações químicas, adsorventes, sensores de gases, isolantes térmicos, membranas em altas temperaturas, implantes biomédicos, entre outros [1-4]. Os MCPs são materiais de baixa resistência mecânica devido à elevada porosidade

*alleymichael1987@gmail.com

 <https://orcid.org/0000-0001-8700-8782>

constituídos de arranjos regulares e tridimensionais de células ocas, os quais podem apresentar poros fechados, abertos ou interconectados [4-6]. Esses materiais caracterizam-se por apresentar propriedades específicas de grande interesse, por exemplo, elevada área superficial, baixa densidade, baixa condutividade térmica, baixa constante dielétrica e alta permeabilidade [7-9], e em condições extremas podem ter resistência mecânica relativamente alta, alta resistência ao ataque químico, alta refratariedade e alta uniformidade estrutural [10, 11].

Diferentes técnicas de processamento e obtenção desses materiais são relatadas na literatura, das quais podem ser citadas: método da réplica ou esponja polimérica, formação direta de espumas cerâmicas e método de sacrifício pela queima de partículas orgânicas [12-16]. Neste trabalho foi utilizado o método da réplica (MR) para a obtenção de filtros cerâmicos porosos (FCPs) de flogopita. O MR é o mais utilizado devido à sua simplicidade e versatilidade na produção desses materiais, patenteado em 1963 por Schwartzwalder e Somers [21], que consiste na impregnação de uma esponja polimérica (molde), geralmente de poliuretano (PU) ou poliéster (PE), em uma suspensão cerâmica (SC), seguida de um tratamento térmico, que visa a queima e eliminação do material orgânico (esponja) e também a sinterização do corpo cerâmico, resultando em um material poroso de microestrutura similar à da esponja precursora [17-21]. Esse método torna-se bastante vantajoso em relação aos demais, pois é possível controlar a distribuição e tamanho dos poros, a espessura das hastas e a morfologia das células, a partir do controle e ajuste das variáveis de processamento das cerâmicas, como a viscosidade da SC e da escolha do molde polimérico [22].

A flogopita, matéria-prima utilizada neste estudo, é um mineral da família das micas, termo usado para referir-se a um agrupamento de minerais de silicatos formadores de rocha que ocorrem em uma ampla gama de condições de pressão e temperatura com a fórmula química geral $(K,Na)X_nAlSi_3O_{10}(OH,F)_2$, na qual X pode ser Al^{3+} , Mn^{2+} , Mn^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mg^{2+} , Ti^{2+} ou Li^+ , onde a estrutura cristalina consiste em camadas carregadas negativamente na razão 2:1 que são compensadas por cátions intercalares K^+ , Na^+ , Ca^{2+} , entre outros. Na estrutura unitária, essas camadas são apresentadas em forma de folhas, sendo duas tetraédricas e uma octaédrica; a flogopita é classificada como mica de magnésio trioctaédrica com fórmula química ideal $KMg_3(AlSi_3O_{10})(OH)_2$ rica em cátions de magnésio, potássio, silício e alumínio, na qual cada íon hidroxila localiza-se acima de três íons Mg^{2+} e sob um íon K^+ ; entretanto, na natureza o magnésio e o grupo hidroxila são usualmente substituídos por ferro ferroso e flúor, respectivamente [23-27]. De modo geral, a flogopita apresenta uma coloração amarelada, esverdeada ou castanha avermelhada e pertence ao grupo dos filossilicatos, que são importantes na crosta terrestre, pois minerais de fontes de silicatos apresentam o maior depósito de magnésio e cálcio na superfície da Terra [28]. As micas são largamente utilizadas como isolantes (térmicos, elétricos ou acústicos) e a flogopita, sendo da

mesma família, tem grande potencial tecnológico. Na literatura, alguns estudos são relatados, por exemplo, Xu et al. [29] citam alguns trabalhos da literatura que introduzem partículas de mica em matrizes poliméricas de insonorização para controles de ruídos e descobriram que um aumento na rigidez tem um papel importante nas propriedades de isolamento acústico; já Yang et al. [30] estudaram um modelo simplista de células unitárias de absorção sonora para espumas altamente porosas, com células totalmente abertas ou semiabertas. Além disso, Lapčík et al. [31] testaram a capacidade de absorção sonora de pós de mica (muscovita e flogopita) em compósitos poliméricos. Já Yuan et al. [32] sintetizaram compostos de mica-titânia revestidos com $BiVO_3$ para avaliar o desempenho de isolamento térmico em materiais para telhados e Lu et al. [33] estudaram a viabilidade da utilização da mica muscovita como substrato dielétrico para filmes poliméricos conjugados aplicados em transistores orgânicos de efeito de campo, sendo a mica muscovita o material mais utilizado para isolamento elétrico devido à alta rigidez dielétrica, alta constante dielétrica e baixa perda dielétrica.

Neste contexto, este trabalho tem como objetivo caracterizar a flogopita, um mineral da família das micas e subproduto de filossilicatos de processos industriais, por análise de difração de raios X, espectroscopia no infravermelho, ultravioleta e visível, termogravimetria, análise térmica diferencial e dilatométrica, para o processamento de filtros cerâmicos porosos (FCPs) via método da réplica (MR), um método simples e bastante prático, determinando a porosidade aparente, absorção de água e densidade aparente pelo método de imersão baseado no princípio de Arquimedes, para viabilizar seu aproveitamento em futuras aplicações tecnológicas.

EXPERIMENTAL

Processamento dos filtros cerâmicos porosos (FCPs): a matéria-prima utilizada foi uma flogopita processada, fornecida pela Solocores Pigmentos (Ouro Preto, Brasil), um subproduto do filossilicato obtido no município de Itabira (Minas Gerais, Brasil). Para a conformação de FCPs de flogopita foi utilizado o método da réplica ou método da esponja polimérica (MEP), para obtenção de uma estrutura interligada e similar à matriz polimérica. Primeiramente preparou-se uma barbotina de suspensão cerâmica (SC) de flogopita, na qual foram adicionados 100 g de flogopita, 140 mL de água destilada, 2% de defloculante silicato de sódio (Na_2SiO_3 , Dinâmica, 18% Na_2O e 63% SiO_2) e 0,5 mL de hidróxido de amônio (NH_4OH , Alphatec, pureza 30%). Em seguida, os componentes (flogopita, água, defloculante e NH_4OH) foram misturados em moinho de bolas (MA500/CF, Marconi) com velocidade constante de 600 rpm por 24 h. O processo de impregnação foi realizado de forma manual, onde as EPs (esponjas poliméricas) de PU (poliuretano) comerciais com texturas e porosidades diferentes das marcas Limpuss, Scotch Brite, Bom Bril e Assolan foram utilizadas como moldes para a produção dos FCPs por imersão na

SC. Este processo foi repetido várias vezes até as esponjas estarem completamente encharcadas e, posteriormente, os materiais foram comprimidos para a retirada do excesso de SC. As esponjas impregnadas foram secas à temperatura ambiente por 24 h para permitir a evaporação da água e, em seguida, levadas ao forno de alta temperatura (3P-5, EDG) para pirólise do PU e queima dos materiais com a seguinte rampa de aquecimento: 400 °C por 60 min, 900 °C por 60 min e 1100 °C por 120 min, com taxas de aquecimento de 1, 2 e 5 °C.min⁻¹, respectivamente.

Caracterização: diferentes técnicas foram utilizadas, entretanto, inicialmente a matéria-prima foi macerada e/ou desaglomerada em um almofariz de ágata e peneirada em malha de abertura 100 mesh (150 µm). Posteriormente, o material foi seco em uma estufa (SP 400, SP-Labor) a 110 °C por 24 h. **Difratometria de raios X (DRX):** a análise da cristalinidade e identificação das fases do material foi verificada a partir da técnica de DRX. A amostra foi espalhada homogeneamente sobre uma lâmina de vidro e o equipamento utilizado foi um difratômetro (SmartLab, Rigaku) com tubo de cobre (CuKα, λ=1,5406 Å), tensão de aceleração de 30 kV e corrente de 30 mA; a medida foi realizada no intervalo de 2θ de 10° a 70°, passo de 0,05° e velocidade de 0,75 s.passo⁻¹. **Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) por reflexão total atenuada (ATR):** a análise para identificação de unidades estruturais com base nas frequências vibracionais das moléculas foi verificada por ATR-FTIR. A análise foi conduzida em um espectrômetro (Vertex 70, Bruker) com resolução de 0,5 cm⁻¹ e 64 varreduras em uma região espectral de 200 a 4000 cm⁻¹. **Espectroscopia no ultravioleta e visível (UV-vis):** a análise para identificação e compreensão das estruturas das bandas eletrônicas foi verificada por espectroscopia óptica na região do UV-vis. A análise foi conduzida em um espectrômetro (UV-Vis 2600, Shimadzu) submetido a uma velocidade de varredura média em uma região espectral de 185 a 1400 nm para os cálculos da energia do *band gap* (E_{gap}) do material. **Termogravimetria (TG) e análise térmica diferencial (DTA):** a análise para avaliação e identificação dos processos de decomposição e comportamento térmico do material foi verificada por TG e a análise para a avaliação e identificação dos efeitos de calor associados com alterações físicas ou químicas em função da temperatura com um material de referência termicamente inerte foi verificada por DTA. As análises foram registradas simultaneamente em uma termobalança (STA 8000, PerkinElmer) submetida a aquecimento de 5 °C.min⁻¹ sob fluxo de gás nitrogênio de 20 cm³.min⁻¹ de 35 a 1450 °C em um cadinho de alumina. **Dilatometria (DIL):** a análise para avaliação da retração linear (ΔL/L₀) do corpo de prova, quando submetido a um programa controlado de aquecimento e determinação da temperatura de queima, foi verificada por dilatometria. A amostra passou por um processo de conformação em um pastilhador com formato cilíndrico e posteriormente compactada por um sistema isostático sob 200 MPa por 1 min em uma prensa hidráulica, obtendo-se uma pastilha com dimensões de 3,71 mm de diâmetro e 4,18 mm de comprimento. Em seguida, a

análise foi conduzida em um dilatômetro (DIL 402C, Netzch) com aquecimento de 5 °C.min⁻¹ de 20 a 1500 °C. **Porosidade aparente (PA), absorção de água (AA) e densidade aparente (DA) pelo método de imersão:** os ensaios dos FCPs queimados foram realizados pelo método de imersão baseado no princípio de Arquimedes para determinar a porosidade aparente (PA), absorção de água (AA) e densidade aparente (DA). Inicialmente foi medida a massa seca (m_s) dos FCPs queimados e, em seguida, foram imersos em água destilada à temperatura ambiente e deixados por 24 h. Posteriormente foram realizadas medidas da massa úmida (m_u) e massa submersa (m_{sub}) dos mesmos em uma balança analítica. Essas propriedades foram determinadas pelas seguintes equações [34]:

$$PA(\%) = \frac{m_u - m_s}{m_u - m_{sub}} \cdot 100 \quad (A)$$

$$AA(\%) = \frac{m_u - m_s}{m_u} \cdot 100 \quad (B)$$

$$DA = \frac{m_s}{m_u - m_{sub}} \cdot \rho_l \quad (C)$$

em que ρ_l é a densidade (0,9968 g.cm⁻³) do líquido (água) corrigida para a temperatura (26 °C) no momento dos ensaios. **Microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplada por espectroscopia por energia dispersiva (EDS):** as análises por MEV e EDS foram utilizadas para avaliar, detectar e caracterizar a estrutura morfológica do corpo de prova de flogopita. As amostras foram fixadas em suporte metálico de alumínio com fita dupla face e analisadas em um microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (VEGA 3, Tescan) com imageamento por elétrons retroespalhados (BSE) e equipado com um detector de fluorescência de raios X (XFlash 410-M, Bruker) para a geração do espectro de EDS, que forneceu uma análise química semiquantitativa acerca do material analisado.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Fig. 1a apresenta o padrão de difração de raios X para a amostra de flogopita segundo indexação do arquivo cristalográfico JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) 10-492 para a estrutura cristalina do tipo monoclinica. O difratograma apresentou as fases cristalinas da matéria-prima flogopita, o que representa a sua composição mineralógica, além da existência e identificação de outras fases cristalinas como a caulinita [Al₂Si₂O₅(OH)₄], biotita (KMg₃AlSi₃O₁₀OHF) e goetita (FeO.OH). Ressalta-se que a amostra de flogopita não foi submetida a nenhum tratamento térmico prévio, demonstrando seu grau de cristalinidade perante o seu estado natural. Sreenivasan *et al.* [25] relatam que a flogopita é estável termicamente para uma calcinação entre 300 e 900 °C e em temperaturas superiores se decompõe gerando outras fases, por exemplo, a magnetita, leucita, dentre outras. Além disso, amostras de flogopita com presença de ferro apresentam a fase goetita.

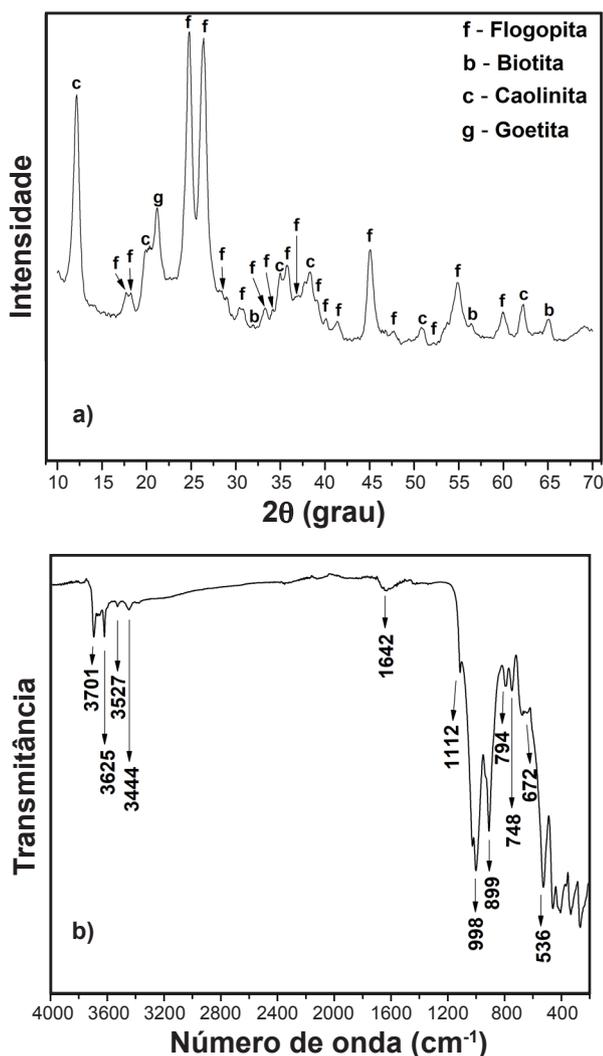


Figura 1: Difratoograma de raios X (a) e espectro de ATR-FTIR (b) da amostra de flogopita sem tratamento térmico.

[Figure 1: X-ray diffractogram (a) and ATR-FTIR spectrum (b) of the phlogopite sample without heat-treatment.]

A natureza química da amostra de flogopita foi comprovada pelo espectro de ATR-FTIR (Fig. 1b). As bandas de estiramento observadas em 3701 e 3625 cm^{-1} foram atribuídas às hidroxilas (OH^-) ligadas ao grupo $\text{Mg}_3(\text{OH})$, ou seja, aos 3 íons Mg^{2+} , que são habitualmente descritas para micas/filossilicatos magnesianos [35-37], como observado no difratograma para as fases flogopita e biotita, sendo que ambas contêm hidroxilas e magnésio. Já as bandas de estiramentos em 3527 e 3444 cm^{-1} foram relacionadas às vibrações de alongamentos de OH^- da água, a qual foi confirmada por uma banda característica em 1642 cm^{-1} , conhecida como vibração de curvatura [37, 38]. Isso confirmou o resultado da análise de DRX, pois as fases flogopita, biotita, caulinita e goetita apresentam hidroxilas em suas estruturas cristalinas. De acordo com [35], algumas bandas típicas da flogopita incluem a vibração de $-\text{OH}$ em 600 cm^{-1} , vibrações no plano associadas às ligações Al-O-Si em 660 e 730 cm^{-1} , uma vibração perpendicular da camada

tetraédrica em 690 cm^{-1} , uma vibração referente à ligação Al-O do tetraedro AlO_4 em 820 cm^{-1} e um sinal intenso do estiramento de Si-O em 986 cm^{-1} , na qual foram também identificadas as bandas em 672, 748, 794, 899 e 998 cm^{-1} [35, 38].

A Fig. 2 apresenta o espectro de UV-vis para a amostra de flogopita com seu respectivo valor de *band gap*. E_{gap} foi determinado a partir do modelo de Kubelka-Munk, baseado em medidas de refletância difusa [39, 40], onde o *band gap* foi inferido a partir do ajuste dos dados de absorção à equação de transição eletrônica permitida direta, extrapolando a porção linear da curva para absorção igual a zero. A partir do valor da energia de *band gap* obtido (3,10 eV), de acordo com [41], materiais à base de flogopita podem ser classificados como semicondutores.

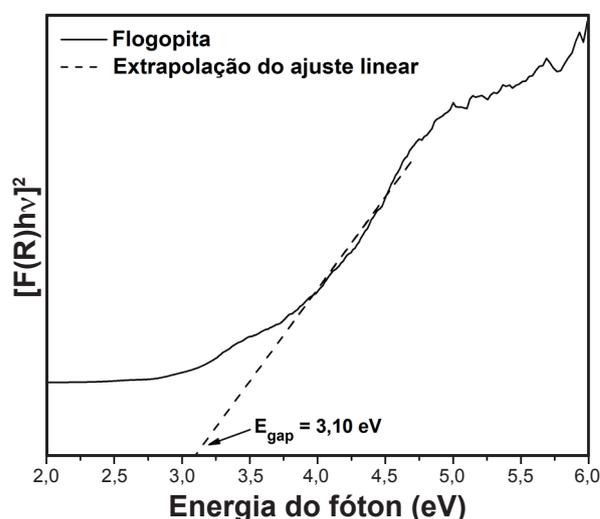


Figura 2: Espectro de UV-vis da amostra de flogopita sem tratamento térmico para determinação da energia de *band gap*.

[Figure 2: UV-vis spectrum of the phlogopite sample without heat treatment for determination of band gap energy.]

Em relação à análise térmica do material para investigar, determinar e obter a temperatura de calcinação e os eventos de perda de massa, a Fig. 3a apresenta as curvas de TG/DTA para a amostra de flogopita sem tratamento térmico até 1450 $^{\circ}\text{C}$. A partir da curva de TG foi possível evidenciar 4 eventos de perda de massa. A 1^a e 2^a perdas de massa ocorreram na faixa entre 50 e 300 $^{\circ}\text{C}$, que podem ser atribuídas às moléculas de água fracamente ligadas por hidratação e de gases adsorvidos na superfície do material, correspondente ao pico exotérmico em 350 $^{\circ}\text{C}$ na curva de DTA. O 3^o evento de perda de massa ocorreu na faixa entre 300 e 600 $^{\circ}\text{C}$, que pode ser atribuído às moléculas de água fortemente ligadas por hidroxilação, em correspondência ao pico exotérmico em 480 $^{\circ}\text{C}$ da curva de DTA. O 4^o e último evento de perda de massa ocorreu entre 1280 e 1400 $^{\circ}\text{C}$, que pode ser associado ao pico exotérmico em 1300 $^{\circ}\text{C}$, atribuído à mudança de fase e/ou fusão do material, confirmada pela Fig. 3b.

A Fig. 3b apresenta a curva dilatométrica obtida de um compacto a verde de flogopita sem tratamento térmico, para indicar a temperatura adequada para a queima dos filtros

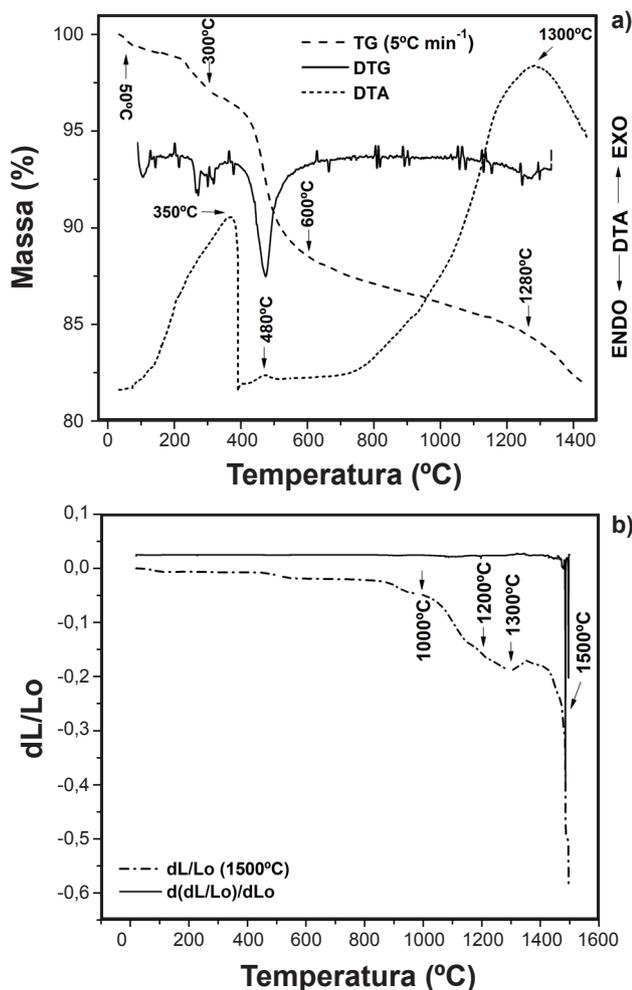


Figura 3: Curvas de TG, DTG e DTA (a) e DIL (b) da amostra de flogopita sem tratamento térmico.

[Figure 3: TG, DTG, and DTA (a) and dilatometry (b) curves of the phlogopite sample without heat treatment.]

cerâmicos porosos (FCPs), indo até a fusão. Observou-se que o corpo cilíndrico não apresentou retração linear significativa até 900 °C e acima de 1000 °C foi possível observar o início da retração linear do material, correspondente ao início da temperatura de queima. Próximo a 1200 °C foi observado o final da retração linear, equivalente à temperatura final de queima, entretanto a partir de 1300 °C ocorreu uma expansão do material, que pode ser atribuída à formação de uma fase líquida e posteriormente uma retração linear abrupta até 1500 °C, relacionada com a fusão total do material.

Com o intuito de verificar a morfologia dos FCPS, utilizou-se o MEV. As micrografias por BSE (Fig. 4) revelaram algumas diferenças texturais entre os materiais obtidos, dentre elas: grau de porosidade, interconectividade e tamanho dos poros. Os FCPS apresentaram estruturas celulares semelhantes, poros interconectados de configurações geométricas quase esféricas e/ou relativamente hexagonais, entretanto, também apresentaram poros fechados ou obstruídos por uma fina camada do material, sendo atribuída à viscosidade elevada da suspensão cerâmica, propícia para o entupimento dos poros, além de trincas e fraturas que podem ocorrer durante a pirólise ou decomposição do molde polimérico de PU,

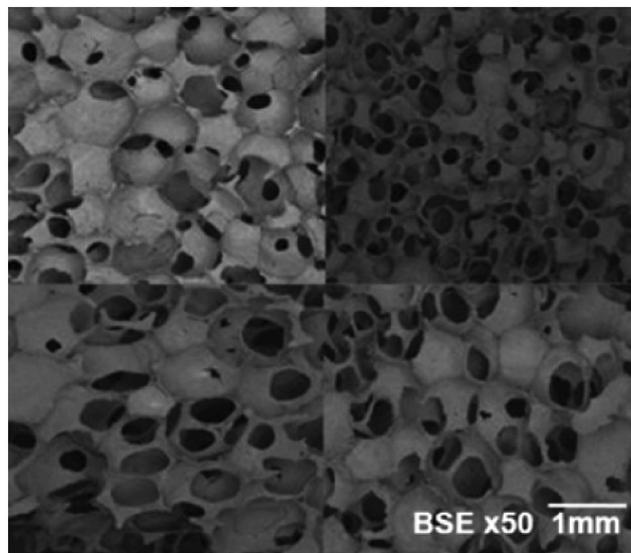


Figura 4: Micrografias de MEV-BSE dos FCPS de flogopita. [Figure 4: SEM-BSE micrographs of phlogopite-derived porous ceramic filters (PCFs).]

previstos quando se utiliza o método da réplica (MR) [4, 16, 19]. Na literatura são relatados vários trabalhos que utilizam o método da réplica na produção de FCPS, por isso a sua utilização nesse estudo. Por exemplo, Choudhary et al. [1] relatam que o método de replicação é um dos mais simples e versáteis, pois apresenta grau de porosidade na faixa de 40% a 95% e estrutura bastante reticulada, entretanto, as cerâmicas reticuladas apresentam hastes ocas e trincadas após a pirólise e baixa resistência mecânica, que está diretamente relacionada com a porosidade, tamanho dos poros, composição do material e densidade das hastes. Já Soraru et al. [12] obtiveram uma cerâmica porosa de SiOC pelo método da réplica a partir de uma solução de polímero pré-cerâmico com poros interconectados de configuração quase hexagonal, que apresentaram hastes densas e sem trincas.

A análise elementar semiquantitativa dos FCPS de flogopita é apresentada na Tabela I. A partir do espectro de EDS, foi possível identificar os elementos presentes. Oxigênio, titânio, potássio, ferro, magnésio, alumínio e silício foram encontrados na composição química do material, que corroborou as bandas de estiramento Mg^{2+}/OH e vibrações associadas às ligações Al-O-Si, Al-O e Si-O apresentadas no espectro ATR-FTIR da flogopita. Conforme a literatura [24, 25, 27], a flogopita de fórmula química geral $(K,Na)_X AlSi_3O_{10}(OH,F)_2$ apresenta os elementos alumínio, ferro, magnésio e titânio no sítio X. Os resultados da Tabela I sugerem que o material estudado seja mica/filosilicato de magnésio com altos teores de cátions de magnésio, potássio, silício e alumínio [25, 28, 42].

A partir do método de imersão em água baseado no princípio de Arquimedes, foi possível determinar alguns parâmetros, como a porosidade aparente, absorção de água e densidade aparente dos FCPS. De acordo com a Tabela II, os materiais apresentaram porosidade aparente na faixa de 92% a 95%, capacidade de absorção de água na faixa de 84% a

Tabela I - Análise elementar (composição química) obtida por EDS dos FCPs.

[Table I - Elemental analysis (chemical composition) obtained by EDS of PCFs.]

Elemento	Teor (%)
Oxigênio (O)	65,02
Titânio (Ti)	0,30
Potássio (K)	0,90
Ferro (Fe)	6,55
Magnésio (Mg)	1,47
Alumínio (Al)	14,00
Silício (Si)	11,76

Tabela II - Resultados de porosidade aparente (PA), absorção de água (AA) e densidade aparente (DA) dos FCPs.

[Table II - Results of apparent porosity (PA), water absorption (AA), and bulk density (DA) for PCFs.]

Amostra	PA (%)	AA (%)	DA (g.cm ⁻³)
1	92,88	84,33	0,2508
2	94,35	87,99	0,1793
3	93,43	85,19	0,2127
4	95,64	89,32	0,1295

89% e densidade aparente na faixa de 0,12 a 0,25 g.cm⁻³. Observou-se que o aumento da porosidade foi diretamente relacionado com o aumento da capacidade de absorção de água dos FCPs, e a densidade aparente dos materiais foi maior para menor porosidade. Assim, a flogopita, por ser da família das micas e pelas suas características após processamento como FCP pelo método da réplica, pode ser de grande interesse tecnológico no processo de fabricação de isolantes térmicos, acústicos e elétricos, semicondutores, purificadores de ar ou água, catalisadores ou fotocatalisadores e sensores gasosos, entre outros.

CONCLUSÕES

A matéria-prima flogopita, um mineral filossilicato rico em magnésio, foi caracterizada por DRX, ATR-FTIR, UV-vis, TG, DTA e DIL, e utilizada no processamento de filtros cerâmicos porosos (FCPs) empregando o método da réplica de forma satisfatória. A partir da análise de DRX foi possível identificar a fase flogopita, além das fases cristalinas caulinita [Al₂Si₂O₅(OH)₄], biotita (KMg₃AlSi₃O₁₀OHF) e goetita (FeO.OH). A energia de *band gap* encontrada pelo modelo de Kubelka-Mulk para uma transição eletrônica permitida direta foi de 3,10 eV. Os FCPs apresentaram interconectividade dos poros e uma distribuição de tamanho dos poros na faixa 0,25 a 0,40 mm, que foi diretamente relacionada com a densidade de poros das esponjas de PU selecionadas, além de apresentar porosidade aparente na faixa de 92% a 95%, absorção de água de 84% a 89% e

densidade aparente entre 0,12 e 0,25 g.cm⁻³. A temperatura de queima dos FCPs foi de 1100 °C, conforme a faixa de temperatura de queima obtida da análise dilatométrica.

AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal do Nível Superior (CAPES) pela bolsa de estudo, à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG), à Rede Mineira de Química de Minas Gerais (RQ-MG) e ao Programa de Pós-Graduação Multicêntrico em Química (PPGMQ).

REFERÊNCIAS

- [1] A. Choudhary, S.K. Pratihari, S.K. Behera, *Ceram. Int.* **45** (2019) 8063.
- [2] G.S. Falk, A.L. Rodriguez, W. Acchar, E.L. Foletto, *Cerâmica* **60**, 353 (2014) 102.
- [3] A.G.S. Galdino, C.A.C. Zavaglia, *Cerâmica* **58**, 347 (2012) 388.
- [4] K. Donadel, J.M. Gomes, C.R. Rambo, D. Hortza, A.P.N. Oliveira, *Exacta* **6** (2008) 41.
- [5] L. Borchardt, C. Hoffmann, M. Oschatz, L. Mammitzsch, U. Petasch, M. Herrmann, S. Kaskel, *Chem. Soc. Rev.* **41** (2012) 5053.
- [6] E. de Sousa, F.S. Ortega, V.C. Pandolfelli, *Cerâmica* **55**, 334 (2009) 151.
- [7] J.-H. Ha, S. Lee, J.R. Choi, J. Lee, I.-H. Song, S.J. Lee, J. Choi, *Ceram. Int.* **43** (2017) 16924.
- [8] Y. Han, H. Kim, M. Tong, *Mater. Chem. Phys.* **134** (2012) 26.
- [9] H. Kim, S. Lee, Y. Han, J. Park, *Mater. Chem. Phys.* **113** (2009) 441.
- [10] L. Montanaro, Y. Jorand, G. Fantozzi, A. Negro, *J. Eur. Ceram. Soc.* **18** (1998) 1339.
- [11] F.S. Ortega, A.E.M. Paiva, J.A. Rodrigues, V.C. Pandolfelli, *Cerâmica* **49**, 309 (2003) 1.
- [12] G.D. Soraru, R. Camprostrini, A.A. Ejigu, E. Zera, P. Jana, *J. Ceram. Soc. Jpn.* **124** (2016) 1023.
- [13] H. Yue, H. Wang, J. Tian, *Ceram. Int.* **40** (2014) 8525.
- [14] J.-H. Eom, Y.-W. Kim, S. Raju, *J. Asian Ceram. Soc.* **1** (2013) 220.
- [15] J. Yang, J. Yu, Y. Huang, *J. Eur. Ceram. Soc.* **31** (2011) 2569.
- [16] A.R. Studart, U.R. Gonenbach, E. Tervoort, L.J. Gauckler, *J. Am. Ceram. Soc.* **89** (2006) 1771.
- [17] T. Fey, U. Betke, S. Rannabauer, M. Scheffler, *Adv. Eng. Mater.* **19** (2017) 1700369.
- [18] S. Tripathy, D.S. Saini, D. Bhattacharya, *J. Asian Ceram. Soc.* **4** (2016) 149.
- [19] M. Dressler, S. Reinsch, R. Schadrack, S. Benemann, *J. Eur. Ceram. Soc.* **29** (2009) 3333.
- [20] R.C.O. Romano, V.C. Pandolfelli, *Cerâmica* **52**, 322 (2006) 213.
- [21] K. Schwartzwalder, A.V. Somers, "Method of making porous ceramic articles", US Patent n° 3090094 (1963).

- [22] C.R. Rambo, E. Sousa, A.P.N. Oliveira, D. Hotza, P. Greil, *J. Am. Ceram. Soc.* **89** (2006) 3373.
- [23] H. Wu, S. Qiang, Q. Fan, X. Zhao, P. Liu, P. Li, J. Liang, W. Wu, *Appl. Clay Sci.* **152** (2018) 295.
- [24] N. Curetti, C. Bonadiman, R. Compagnoni, L. Nodari, I. Corazzari, A. Pavese, *Lithos* **314-315** (2018) 156.
- [25] H. Sreenivasan, P. Kinnunen, E.-P. Heikkinen, M. Illikainen, *Miner. Eng.* **113** (2017) 47.
- [26] G.O. Lepore, L. Bindi, G. Pedrazzi, S. Conticelli, P. Bonazzi, *Lithos* **286-287** (2017) 191.
- [27] J.L. Bárcena, M. Urbina, A.P. Rowlands, P. Beneitez, A. Millán, T. Calderón, *Radiat. Prot. Dosim.* **84** (1999) 289.
- [28] C. Balland-Bolou-Bi, B.E. Bolou-Bi, N. Vigier, C. Mustin, A. Poszwa, *Chem. Geol.* **506** (2019) 17.
- [29] L. Xu, T. Han, J. Li, Y. Xiong, S. Guo, *Compos. Sci. Technol.* **145** (2017) 78.
- [30] X.H. Yang, S.W. Ren, W.B. Wang, X. Liu, F.X. Xin, T.J. Lu, *Compos. Sci. Technol.* **118** (2015) 276.
- [31] L. Lapčík, M. Vasina, B. Lapčíkova, E. Otyepkova, K.E. Waters, *Compos. B Eng.* **77** (2015) 304.
- [32] L. Yuan, A. Han, M. Ye, X. Chen, C. Ding, L. Yao, *Sol. Energy* **163** (2018) 453.
- [33] X.F. Lu, L.A. Majewski, A.M. Song, *Org. Electron.* **9** (2008) 473.
- [34] R.P.S. Dutra, L.R. Araújo Pontes, *Cerâmica* **48**, 308 (2002) 223.
- [35] J.M. Bigham, T.M. Bhatti, A. Vuorinen, O.H. Tuovinen, *Hydrometallurgy* **59** (2001) 301.
- [36] A. Camacho, J.K.W. Lee, J.D.F. Gerald, J. Zhao, Y.A. Abdu, D.M. Jenkins, F.C. Hawthorne, T.K. Kyser, R.A. Creaser, R. Armstrong, L.W. Heaman, *Earth Planet. Sci. Lett.* **341-344** (2012) 255.
- [37] E. Schingaro, K. Kullerud, M. Lacalamita, E. Mesto, F. Scordari, D. Zozulya, M. Erambert, E.J.K. Ravna, *Lithos* **210-211** (2014) 1.
- [38] S. Sharma, S. Komarneni, *Appl. Clay Sci.* **42** (2009) 553.
- [39] A.C. Cabral, L.S. Cavalcante, R.C. Deus, E. Longo, A.Z. Simoes, F. Moura, *Ceram. Int.* **40** (2014) 4445.
- [40] N. Sangiorgi, L. Aversa, R. Tatti, R. Verucchi, A. Sanson, *Opt. Mater.* **64** (2017) 18.
- [41] A.L.B. Baccaro, I.G.R. Gutz, *Quim. Nova* **41** (2018) 326.
- [42] A.A.S. Silva, J.A. Sampaio, A.B. Luz, S.C.A. França, C.M. Ronconi, *J. Braz. Chem. Soc.* **24** (2013) 1366.
(*Rec. 18/11/2019, Rev. 06/05/2020, Ac. 01/06/2020*)

