Filtros cerâmicos fibrosos para gases a alta temperatura

Daliana Müller

Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – UFSC. Florianópolis – SC [Brasil]. dalimuller@yahoo.com.br

Carlos Renato Rambo

Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais e Departamento de Eng. Química e Eng. de Alimentos – UFSC. Florianópolis – SC [Brasil]. rambo@enq.ufsc.br

Murilo Daniel de Mello Innocentini

Curso de Engenharia Química – Unaerp. Ribeirao Preto – SP [Brasil]. muriloinnocentini@yahoo.com.br

Edinalda Augusta Moreira

Departamento de Engenharia Química – UFSCar. São Carlos – SP [Brasil]. edinalda.correa@gmail.com

Gracinda Marina Castelo da Silva

Departamento de Engenharia Química – UFSCar; São Carlos – SP [Brasil]. castelo1@ig.com.br

José Renato Coury

Departamento de Engenharia Química – UFSCar; São Carlos – SP [Brasil]. jcoury@power.ufscar.br

Dachamir Hotza

Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais e Departamento de Eng. Química e Eng. de Alimentos – UFSC; Florianópolis – SC [Brasil]. dhotza@gmail.com

Estruturas fibrosas são especialmente indicadas para filtração a temperaturas elevadas, pela alta permeabilidade aliada à alta capacidade de retenção. Mantas refratárias silico-aluminosas comerciais foram prensadas uniaxialmente, utilizando-se 10% em massa de acetato de polivinila como ligante. Após a prensagem, as amostras foram submetidas a um tratamento térmico a 750°C durante 1 hora, para oxidação do polímero. Subseqüentemente, as amostras foram sinterizadas a temperaturas de 900°C e 1200°C durante 1 hora, resultando em uma estrutura fibrilar porosa com densidades relativas entre 0,28 e 0,43, que correspondem a porosidades na faixa de 53% a 71%, respectivamente. A microestrutura das amostras foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura. Em razão da temperatura, ensaios de permeabilidade foram efetuados e os resultados comparados aos filtros existentes. Os valores obtidos para a permeabilidade darciana, k1, estão na ordem de grandeza esperada para filtros de gases, apresentando, assim, grande potencial para aplicações industriais.

Palavras-chave: Filtros fibrosos. Gases a altas temperaturas. Permeabilidade.

1 Introdução

Nos últimos anos, o uso de filtros cerâmicos tem despertado grande interesse tecnológico, por resistirem a temperaturas superiores a 1000°C, filtrando, com extrema eficiência, e com baixo custo na fabricação e manutenção (INNOCENTINI, 1997; FREITAS; MANEIRO; COURY, 2004). Entre as diversas aplicações tecnológicas dos filtros cerâmicos, destacam-se a utilização de resíduos domésticos, hospitalares e industriais em incineração e craqueamento catalítico, refino de metais, combustão de diesel em veículos automotivos e em filtração de gases quentes (INNOCENTINI, 1997). Em filtração de gases a temperaturas elevadas, na faixa de 300-900°C, o fluxo do gás do processo de combustão é conduzido por meio de filtros cerâmicos. A limpeza do fluxo do gás é exigida para satisfazer às severas normas ambientais impostas pela legislação no controle da emissão de particulados e também para impedir a corrosão e erosão das lâminas de turbinas e outros componentes (FREITAS; MANEIRO; COURY, 2004; PASTILA, 2001).

De acordo com as estruturas de seus constituintes, os filtros cerâmicos para gases quentes podem ser divididos em fibrosos e granulares. O uso de filtros fibrosos tem se destacado por ser umas das melhores alternativas na filtração de partículas na faixa submicrométrica (FREITAS; MANEIRO; COURY, 2004), por apresentar alta porosidade, alta área superficial e, principalmente, alta permeabilidade, em razão de sua eficiência de coleta ser muito alta e a queda de pressão baixa; porém, essa classe de filtros geralmente apresenta baixa resistência mecânica (FREITAS et al., 2006).

Um dos principais parâmetros em aplicação envolvendo filtração é a permeabilidade, que é a propriedade que indica a maior ou menor facilidade à passagem do fluido em um meio poroso (FREITAS; MANEIRO; COURY, 2003; INNOCENTINI, 1999), na qual o escoamento do fluido gera uma perda de energia, refletida na forma de queda de pressão ao longo do meio poroso. A permeabilidade pode ser determinada pela Equação (A), conhecida como equação de Forchheimer para fluidos compressíveis, em que a queda de pressão no meio poroso descreve uma dependência não-linear com a velocidade do fluido:

$$\frac{P_e^2 - P_s^2}{2P_e L} = \frac{\mu}{K_1} V_s + \frac{\rho}{K_2} V_s^2$$
(a)

onde P_e é a pressão absoluta antes do filtro e P_s é a pressão absoluta depois do filtro, $\mu e \rho$ são a viscosidade e a densidade do fluido, L é a espessura do meio e v representa a vazão volumétrica pela área de seção transversal, perpendicular ao escoamento do fluido. Os parâmetros $k_1 e k_2$ são as permeabilidades darciana e não-darciana, respectivamente. O primeiro termo da Equação (A) representa a contribuição das forças viscosas sobre a queda de pressão, causada pelo atrito entre as moléculas do fluido e entre o fluido e o meio poroso e o segundo as forças inerciais, causadas pela turbulência do fluido escoante e/ou pela tortuosidade do meio poroso (INNOCENTINI, 1997; MOREIRA; COURY, 2004).

A predominância de um ou outro termo para determinado fluido dependerá da faixa de velocidade utilizada. Em baixas velocidades, como as empregadas na filtração (< 10 cm/s), geralmente apenas o primeiro termo é significativo e a Equação (A) reduz-se à lei de Darcy:

$$\frac{P_{e}^{2} - P_{s}^{2}}{2P_{e}L} = \frac{\mu}{K_{1}}V_{s}$$
(b)

Idealmente, o filtro cerâmico deve remover o máximo de impurezas com a mínima resistência ao fluido de arraste, apresentando uma resistência mecânica adequada aos processos de limpeza do material retido (FREITAS; MANEIRO; COURY, 2003; SALVINI et al., 2001). Esses parâmetros são influenciados, de modo distinto, por uma determinada estrutura celular, neste contexto, poros grandes favorecem a permeabilidade, mas reduzem a eficiência de coleta das inclusões. Poros pequenos, por sua vez, aumentam tanto a eficiência de retenção das inclusões sólidas quanto a queda de pressão por meio do filtro (SALVINI; INNOCENTINI; PANDOFELLI, 2002; INNOCENTINI et al., 1998).

Quando se trabalha em altas temperaturas, as mudanças nas propriedades do fluido devem ser consideradas, pois influenciam diretamente nas constantes de permeabilidade. A densidade do gás, normalmente, é obtida diretamente da lei dos gases ideais, como mostra a Equação (C). A influência da temperatura sobre a viscosidade do gás é dada pela Equação (D) conhecida como equação de Sutherland (DELMÉE, 1983).

$$\rho(T) = \rho_o \frac{T_o}{T} \frac{P_o}{P}$$
 (c)

onde $\rho(T)$ é a densidade do gás nas condições de temperatura e pressão de interesse; ρ_o é a densidade do gás em uma temperatura e pressão de referência.

$$\mu_{ar}(T) = 1,73 \cdot 10^{-5} \left(\frac{T}{273}\right)^{1.5} \left(\frac{398}{T+125}\right)$$
(d)

onde T é a temperatura dada em Kelvin e μ_{ar} , a viscosidade do ar em Pa.s.

A velocidade do ar também deve ser corrigida por meio da Equação (E).

$$v_{s}(T) = v_{so} \frac{T_{o} \cdot P}{T \cdot P_{o}}$$

(d)

Artigos

onde $v_s(T)$ é a velocidade do gás nas condições de temperatura e pressão de interesse; v_{so} é a velocidade do gás em uma temperatura e pressão de referência.

Este trabalho tem como objetivo a produção de filtros cerâmicos fibrosos – a partir de fibras comerciais compostas por sílica, alumina e oxido de zircônio – e sua caracterização –por meio de microscopia eletrônica de varredura e permeabilidade, em razão da temperatura.

2 Materiais e métodos

Filtros com estrutura de fibras desenvolvidos neste trabalho foram preparados a partir de mantas refratárias silico-aluminosas comerciais (Tecnotermo isolantes) com diferentes composições nominais. As fibras comerciais, tipo A, apresentam 30% de SiO₂, 54% de Al₂O₃ e 16% ZrO₂, e as do tipo B 50% SiO₂, 49% Al₂O₃ com traços inorgânicos em ambas. As mantas foram primeiramente trituradas, adicionando-se posteriormente 10% de massa de acetato de polivinila (PVA) como ligante, para, em seguida, serem prensadas uniaxialmente, utilizando-se matriz de dimensões 50 mm de diâmetro e 10 mm de altura.

Após a prensagem, submeteu-se as amostras a um tratamento térmico a 750°C durante uma hora com taxa de aquecimento de 5°C/min para oxidação do polímero, em seguida, foram sinterizadas a temperaturas de 1000 e 1200°C durante 1 h, resultando em uma estrutura fibrilar porosa.

A picnometria de hélio (AccuPyc 1330, Micromeritics) determinou a densidade real das amostras. Da relação entre densidade real e a geométrica resultou a porosidade aparente. Já a morfologia e as microestruturas das fibras foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (SEM, XL-30, Philips). A permeabilidade dos filtros fibrosos em altas temperaturas foi determinada pela utilização do equipamento ilustrado na Figura 1. Os experimentos foram realizados desde temperatura ambiente até 700°C.



Fonte: Os autores.

O equipamento consistiu de um soprador (7,5 HP), que fornecia a vazão de ar necessária ao experimento; um rotâmetro para medir vazão máxima de até 40 l/min; um micromanômetro (FCO14, Furness Control) para medir a perda de carga antes a depois do filtro; um forno (Maitec) conectado a um controlador de temperatura do tipo PID (Flyever); termopares Tipo K localizados na entrada e na saída, próximos à amostra, sendo a leitura da temperatura feita em um leitor de temperatura (SK5, Salcas); um permeâmetro dividido em duas seções cilíndricas, confeccionadas em aço refratário (entre as quais era acoplado um porta-amostra cilíndrico, também de aço refratário).

Foram confeccionados três filtros (A1000, B1000 e B750) em forma de disco com 6 cm de diâmetro e espessuras de ~1 cm e dispostos no porta-amostra entre as secções cilíndricas e vedadas para evitar escoamento radial. O diâmetro efetivo de escoamento chegou a 3 cm.

Os ensaios consistiram na passagem de ar pelo elemento filtrante que possibilitou medir, para cada vazão estabelecida, os valores da pressão e da temperatura na entrada e saída da amostra. O ar percolou a amostra verticalmente no sentido ascendente. Para cada amostra foram feitas tréplicas das curvas experimentais da queda de pressão em razão da velocidade. As constantes de permeabilidade $k_1 e k_2$ experimentais foram obtidas pelo ajuste dos dados à Equação (A).

3 Resultado e discussão

A influência da temperatura de sinterização na porosidade dos elementos filtrantes é mostrada na Figura 2.





Observa-se que a porosidade compreende uma faixa de 53 a 71% e que diminui com o aumento da temperatura de sinterização até 1000°C, acima desse valor ela aumenta. A Figura 3 apresenta a densidade picnométrica das fibras comerciais A e B em razão das diferentes temperaturas de sinterização.



Figura 3: Densidade das amostras em razão da temperatura de sinterização Fonte: Os autores.

A densidade cresceu com o aumento da temperatura de sinterização que está relacionado à sinterização das amostras. A formação de fase líquida promove a densificação do material a temperaturas mais baixas que a de sinterização da alumina/mulita.

A Figura 4 apresenta micrografias obtidas por MEV dos filtros fibrosos sinterizados por 60 min. As fibras comerciais são formadas por fibras cerâmicas com diferentes diâmetros (4 μ m - 8 μ m) e comprimentos maiores que 20 μ m (Figuras 4a e 4b). Durante o processo de prensagem, ocorreu a fratura das fibras, e, consequentemente, a redução no seu comprimento.

Após a prensagem e sinterização a 750°C, os filtros apresentaram uma morfologia fibrosa mais densa do que as respectivas mantas comerciais, formando uma malha de fibras cerâmicas entrelaçadas, isotropicamente distribuídas. Observa-se que essa rede de fibras forma uma rede interconectada de vazios (poros) (Figuras 4c e 4d). Com o aumento da temperatura de sinterização para 1000°C, verifica-se um crescimento na densidade relativa das malhas fibrosas (Figuras 4e e 4f) que não foi significativo após a temperatura de sinterização alcançar 1200°C. Não constaram mudanças no diâmetro das fibras, tampouco na sua composição. Entretanto, o comprimento das fibras diminuiu substancialmente para temperatura de sinterização de 1200°C, e ambas as amostras apresentaram uma densificação da microestrutura (Figuras 4g e 4h). Fibras de menor comprimento dos elementos filtrantes sinterizados a 1200°C formam uma rede de poros com tamanhos menores, apesar da maior densificação aparente, o que explica o aumento da porosidade total do material após a sinterização.

Os ensaios de permeabilidade nos filtros fibrosos foram realizados variando-se a velocidade superficial para cada temperatura numa faixa de 14 a 700°C. Para cada valor de velocidade, determinou-se o valor da queda de pressão correspondente. A partir dos dados, foram construídos gráficos da queda de pressão em razão da velocidade superficial, conforme predito pela Equação (A), para os filtros B750, A1000 e B1000. A velocidade superficial do ar foi corrigida para a temperatura de cada ensaio, conforme a Equação (E), assim como a viscosidade e a densidade do ar.

A Figura 5 mostra o comportamento da queda de pressão em razão da velocidade para os filtros testados.

Observa-se que, no aumento da velocidade, ocorreu um aumento não-linear na queda de pressão. Nestas figuras, também pode ser observada a influência da temperatura sobre a queda de pressão. Verificou-se que para uma mesma faixa de velocidade, houve a diminuição da queda de pressão com a elevação da temperatura. O aumento da temperatura também ampliou a extensão da curva, uma vez que, para a mesma vazão mássica, maior é a vazão volumétrica. A temperatura e a perda de carga influenciam as propriedades do ar



Figura 4: Microestrutura dos filtros fibrosos: a, b) não sinterizados; c-h) sinterizados por 60 minutos; c, d) 750°C; e, f) 1000°C; g, h) 1200°C. Amostra A (esquerda). Amostra B (direita) Fonte: Os autores.

(viscosidade e densidade), podendo alterar a contribuição do termo inercial e viscoso da equação de Forchheimer. Nas figuras anteriores, pode ser observado que a a queda de pressão tende a diminuir com o aumento da temperatura. Apenas para a temperatura de 700°C não houve a mesma tendência. Esse comportamento pode ser explicado levando-se em conta as alterações ocorridas nas propriedades do ar, que ocasionaram mudanças nas contribuições dos termos viscosos e inerciais.

A Figura 6 mostra o comportamento das constantes de permeabilidade darciana e não-darciana, $k_1 e k_2$, em razão da temperatura do ar, para os filtros estudados.



Figura 5: Curva da queda de pressão em razão da velocidade em várias temperaturas para os filtros fibrosos: a) B750; b) A1000; c) B1000 Fonte: Os autores.

Verificou-se que as constantes de permeabilidade darciana (k_1), aumentam com a elevação da temperatura que, por sua vez, pode causar modificações nas propriedades do fluido e na estrutura





porosa, resultando em alterações nas constantes de permeabilidade k_1 e k_2 . Tais mudanças podem ocorrer na porosidade, no diâmetro de fibra, no comprimento e na espessura do leito. É importante notar que os valores obtidos para a permeabilidade darciana, k_1 , estão na ordem de grandeza esperada para filtros de gases (FREITAS et al., 2006; SEVILLE, 1997), justificando a condução de estudos, objetivando sua utilização industrial.

4 Considerações finais

Filtros cerâmicos fibrosos com porosidade interconectada foram obtidos pelo processo de prensagem, partindo de fibras comerciais de diferentes composições. As densidades dos filtros variaram entre 2,8-3,4 g/cm³, que correspondem a porosidades entre 53 e 71%. Os valores obtidos para permeabilidade, caracterizada pela permeabilidade darciana, k_1 , foram da ordem de grandeza esperados para filtros de gases a altas temperaturas.

Fibrous ceramics filters for gases at high temperature

Fibrous structures are specially indicated for high temperature gas filtration, due to their high permeability and high retention capacity. Fibrous filters were produced using fibrous silico-aluminous refractory mantels, using 10% polyvinyl acetate (PVA) as binder. After cold pressing the samples were submitted to a thermal treatment at 750°C for 1 hour for degradation of the polymer into carbon with simultaneous oxidation in CO/CO₂. Subsequently, the filters were sintered at temperatures between 900 and 1000°C, for 1 hour, finally resulting in an interconnected fibrous network with relative densities varying from 0.28 to 0.43 g/cm³, which correspond to porosities in the range from 72% to 57%. The microstructure and morphology of the fibrous filters was evaluated by scanning electron microscopy. Permeability of the fibrous filters was determined in function of temperature. The Darcyan permeability, k_1 , was in the order of magnitude expected for hot gas filters and, therefore, suitable for several industrial applications.

Key words: Fibrous filters. Hot gas filtration. Permeability.

Referências

DELMÉE, G. J. *Manual de medição de vazão*. 1. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 1983.

FREITAS, N. L. et al. Development of a double-layered ceramic filter for aerosol filtration at high-temperatures: the filter colletion efficiency. *Journal Hazardous Materials*, v. 136, n. 3, p.747-756, 2006.

55

_____; MANEIRO, M. G.; COURY, J. R. Estudo da permeabilidade de filtros cerâmicos de aerossol em altas temperaturas. *Projeções*, v. 21, p. 29-38, 2003.

_____;____. Filtração de aerossóis em altas temperaturas utilizando filtros cerâmicos de dupla camada: influência do diâmetro de partícula na eficiência de coleta. *Cerâmica*, v. 50, n. 316, p. 355-361, 2004.

INNOCENTINI, M. D. M. *Filtração de gases a altas temperaturas*. 1997. 266p. Tese (Doutorado em Engenharia Química)-Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos-SP, 1997.

_____. et al. Permeability and structure of cellular ceramics: a comparison between two preparation techniques. *J. Am. Ceram. Soc*, v. 81, n.12, p. 3349-3352, 1998.

_____. Assessment of Forccheimer's equation to predict the permeability of ceramic foams. *J. Am. Ceram. Soc*, v. 82, n. 7, p. 1945-1948, 1999.

MOREIRA, E. A.; COURY, J. R. The influence of structural parameters on the permeability of ceramic foams. *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, v. 21, n.1, p. 23-33, 2004.

PASTILA, P. et al. Environmental effects on microstructure and strength of SiC-based hot gas filters. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 21, n.19, p.1261-1268, 2001.

SALVINI, V. R. et al. Otimização do processamento para a fabricação de filtros no sistema Al_2O_3 -SiC. *Cerâmica*, v. 47, n. 301, p.13-18, 2001.

_____; INNOCENTINI, M. D. M.; PANDOFELLI, V. C. Influência das condições de processamento cerâmico na resistência mecânica e na permeabilidade dos filtros de Al₂O₃–SiC. *Cerâmica*, v. 48, n.307, p. 122-125, 2002.

SEVILLE, J. P. K. Gas Cleaning in Demanding Applications. *Blackie Academical & Professional*, Glasgow, 1997.

Recebido em 1º nov. 2007 / aprovado em 13 jun. 2008

Para referenciar este texto

MÜLLER, D. Filtros cerâmicos fibrosos para gases a alta temperatura. *Exacta*, São Paulo, v. 6, n. 1, p. 49-56, jan./jun. 2008.