

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

Fabiana Pereira da Costa

**ESPUMAS VITROCERÂMICAS FABRICADAS A PARTIR DE RESÍDUOS DE
VIDRO SÓDICO-CÁLCICOS**

Campina Grande – PB

2020

Fabiana Pereira da Costa

**ESPUMAS VITROCERÂMICAS FABRICADAS A PARTIR DE RESÍDUOS DE
VIDRO SÓDICO-CÁLCICOS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande como requisito à obtenção do título de **Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais**.

Orientadora: Prof.^a Dr.^a Crislene Rodrigues da Silva Morais

Agência Financiadora: CAPES

Campina Grande – PB

2020

C837e

Costa, Fabiana Pereira da.

Espumas vitrocerâmicas fabricadas a partir de resíduos de vidro
sódico-cálcicos / Fabiana Pereira da Costa. – Campina Grande, 2020.

77 f. : il. color.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) –
Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e
Tecnologia, 2020.

"Orientação: Profa. Dra. Crislene Rodrigues da Silva Morais".

Referências.

1. Vidro – Resíduos – Reciclagem. 2. Vidros de Garrafas. 3. Espumas
Vitrocerâmicas. 4. Alumina. 5. Réplica Polimérica. 6. Tratamento
Térmico. I. Morais, Crislene Rodrigues da Silva. II. Título.

CDU 666.1(043)

VITAE DO CANDIDATO

- Graduação em Engenharia de Materiais (2016) pela Universidade Federal de Campina Grande (UFCG)

Título: Biocerâmicas

Orientador: Prof. Dr. Romualdo Rodrigues Menezes

Fabiana Pereira da Costa

**ESPUMAS VITROCERÂMICAS FABRICADAS A PARTIR DE RESÍDUOS DE
VIDRO SÓDICO-CÁLCICOS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande como requisito à obtenção do título de **Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais**.

Aprovado em: 04/05/2020

Prof.^a Dr.^a Crislene Rodrigues da Silva Morais
UAEMa – UFCG
Orientadora

Prof. Dr. Hélio Lucena de Lira
UAEMa – UFCG
Examinador

Prof. Dr. Alisson Mendes Rodrigues
UAEMa – UFCG
Examinador



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
COORDENACAO ADMINISTRATIVO FINANCEIRA - CCBS
Av. Juvêncio Arruda, 795, - Bairro Bodocongó, Campina Grande/PB, CEP 58430-800

RELATÓRIO

Processo nº 23096.019010/2020-54

Fabiana Pereira da Costa

ESPUMAS VITROCERÂMICAS FABRICADAS A PARTIR DE RESÍDUOS DE VIDRO SÓDICO-CÁLCICOS

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande como requisito à obtenção do título de **Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais**.

Aprovado em: 04/05/2020

Prof.^a Dr.^a Crislene Rodrigues da Silva Moraes
Orientadora
UAEMa – UFCG

Prof. Dr. Hélio de Lucena Lira
Examinador interno
UAEMa – UFCG

Prof. Dr. Alisson Mendes Rodrigues
Examinador externo
UAD – UFCG



Documento assinado eletronicamente por **CRISLENE RODRIGUES DA SILVA MORAIS, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 26/05/2020, às 17:38, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por **ALISSON MENDES RODRIGUES, PROFESSOR MAGISTERIO SUPERIOR -VISITANTE**, em 27/05/2020, às 16:14, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



Documento assinado eletronicamente por **HELIO DE LUCENA LIRA, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 28/05/2020, às 09:21, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 8º, caput, da [Portaria SEI nº 002, de 25 de outubro de 2018](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site <https://sei.ufcg.edu.br/autenticidade>, informando o código verificador **0850698** e o código CRC **90D2A0B0**.

Referência: Processo nº 23096.019010/2020-54

SEI nº 0850698

À minha mãe, Dalva Oliveira, como retribuição a todo esforço e dedicação em mim investidos, por todo seu amor e apoio incondicionais.

Ao meu irmão, Adriano, por todo apoio e carinho. Vocês são minha fortaleza!

AGRADECIMENTOS

À Deus pelas portas abertas em todos os momentos de dificuldade e por permitir este momento tão importante na minha vida e carreira;

À minha mãe Dalva e meu irmão Adriano que sempre estiveram ao meu lado, incentivando-me e ajudando-me nos momentos mais importantes;

A Prof.^a Dr.^a Crislene Rodrigues, pela confiança depositada durante todo o percurso;

Ao Prof. Dr. Alisson Mendes Rodrigues, pelas valiosas contribuições, direcionamento, apoio, pela amizade e pelas lições de vida. Meus profundos agradecimentos!

Ao Profs. Dr. Gelmires de Araujo e Dr. Romualdo Rodrigues Menezes pela atenção e por disponibilizar o Laboratório de Tecnologia dos Materiais (LTM-UAEMa/UFCG) para a execução da parte experimental desta pesquisa;

A todos do Laboratório de Tecnologia dos Materiais (LTM) pelo apoio e acolhimento durante o desenvolvimento desta pesquisa, em especial a Valmir José e Rafaela Reis pela disponibilidade e auxílio prestado na parte experimental;

Ao Prof. João Batista, do departamento de Engenharia mecânica da UFCG, pelos ensinamentos e colaboração durante as análises de microscopia ótica e por disponibilizar o seu laboratório sempre que necessário;

À Prof.^a Dr.^a Ana Cristina de Melo pela colaboração durante as análises de DRX e FTIR;

Ao Prof. Dr. Hélio Lucena de Lira e Prof. Alisson Mendes pelas valiosas contribuições como banca de defesa e a Prof.^a Valdênia Porto de Medeiros (Unifavip – PE) pelas contribuições como banca no exame de seminário;

Aos demais professores e funcionários do Programa de Pós-graduação em Ciências e Engenharia de Materiais (PPG-CEMat);

A Capes, pela concessão da bolsa de mestrado;

Aos amigos Suzane Thais, Yuri Vilar, Milena Heloisa, Jean e João Victor por todo companheirismo e por proporcionarem momentos agradáveis durante estes anos;

E a todos que, direta e indiretamente, contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho.

Muito Obrigada!

“A ciência é mais que um corpo de conhecimento. É uma maneira de pensar”.

(Carl Sagan)

RESUMO

Nos últimos tempos, o tema proteção ambiental recebeu considerável atenção e isto tem estimulado o desenvolvimento de pesquisas envolvendo a reciclagem de materiais. O resíduo de vidro está entre os materiais que atraem grande interesse no conceito de reciclagem, devido fato de ser 100% reciclável podendo, dependendo das circunstâncias, passar por esse processo infinitas vezes sem que ocorra a perda de suas propriedades. Diante disso, esta pesquisa teve como objetivo desenvolver espumas vitrocerâmicas a partir de resíduos de garrafa de vidro sódico-cálcico, bentonita e alumina. O método da réplica polimérica foi utilizado para o processamento das espumas vitrocerâmicas, para isso, utilizou-se como matriz polimérica esponjas de poliuretano de porosidade aberta com 50 ppi. As espumas vitrocerâmicas foram preparadas a partir de 30%, 35% e 40% em peso de resíduo de vidro e com a adição de 0%, 2%, 5% e 8% em peso de alumina e sinterizadas a 750 °C, 800 °C e 850 °C por 60 minutos. Foram investigados os efeitos dos teores do resíduo de vidro, da adição de alumina e das temperaturas de sinterização na propriedades físico-mecânicas das espumas produzidas. A análise por difração de raios-X (DRX) foi utilizada para avaliar a natureza amorfa/cristalina das espumas produzidas. A morfologia e os tamanhos médios de poros foram investigados por imagens de microscopia óptica. Testes de retração linear, perda de massa ao fogo, densidade aparente e geométrica, porosidade, absorção de água e resistência à flexão foram realizados a fim de avaliar o desempenho das espumas vitrocerâmicas desenvolvidas. Os resultados da difração de raios-X provaram que as espumas desenvolvidas são vitrocerâmicas, sendo o silicato de cálcio e sódio ($\text{Na}_2\text{Ca}_3\text{Si}_6\text{O}_{16}$) e a cristobalita (SiO_2) as principais fases cristalinas identificadas. As espumas produzidas com teor de vidro de 30% e 35% e sinterizadas a 750 °C e 800 °C foram as que melhor reproduziram a estrutura da esponja polimérica utilizada como molde. Em geral, a adição de alumina promoveu um aumento da porosidade e conseqüentemente, a redução na resistência mecânica à flexão. As espumas obtidas apresentaram tamanhos médios de poros na faixa de 240-360 μm , porosidade entre 52 e 85% e resistência à flexão entre 0,2 e 3,7 MPa.

Palavras Chave: Resíduos; Vidros de garrafas; Espumas vitrocerâmicas; Alumina; Réplica polimérica; Tratamento térmico.

ABSTRACT

In recent times, the topic of environmental protection has received considerable attention, and this has stimulated the development of research involving the recycling of materials. Waste glass is among the materials that attract significant interest in the concept of recycling because it is 100% recyclable and, depending on the circumstances, it can go through this process infinite times without the loss of its properties. Therefore, this research aimed to develop glass-ceramic foams from soda-lime bottle waste, bentonite, and alumina. The polymeric replica method was used for the processing of glass-ceramic foams, for that, 50 ppi open porosity polyurethane sponges were used as the polymer matrix. The glass-ceramic foams were prepared from 30wt%, 35wt%, and 40wt% of waste glass and with the addition of 0wt%, 2wt%, 5wt%, and 8wt% of alumina and sintered at 750 °C, 800 °C and 850 °C for 60 minutes. The effects of the contents of the waste glass, the addition of alumina, and the sintering temperatures on the physical-mechanical properties of the produced foams were investigated. X-ray diffraction analysis (XRD) was used to evaluate the amorphous/crystalline nature of the foams produced. The morphology and average pore sizes were investigated by optical microscopy images. Tests of linear shrinkage, loss of mass on fire, apparent and geometric density, porosity, water absorption, and flexural strength were carried out to evaluate the performance of the developed glass-ceramic foams. The results of X-ray diffraction proved that the developed foams are glass-ceramic, with calcium sodium silicate ($\text{Na}_2\text{Ca}_3\text{Si}_6\text{O}_{16}$) and cristobalite (SiO_2) being the main crystalline phases identified. The foams produced with a glass content of 30wt% and 35wt% and sintered at 750 °C and 800 °C were the ones that best reproduced the structure of the polymeric sponge used as a mold. In general, the addition of alumina promoted an increase in porosity and, consequently, a reduction in the mechanical resistance to flexion. The obtained foams showed average pore sizes in the range of 240-360 μm , porosity between 52 and 85%, and flexural strength between 0.2 and 3.7 MPa.

Keywords: Waste; Bottle glasses; Glass-ceramic foams; Alumina; Polymeric replica; Heat treatment.

PUBLICAÇÕES

COSTA, F. P.; MORAIS, C. R. S.; RODRIGUES, A. M. Sustainable glass-ceramic foams manufactured from waste glass bottles and bentonite. **Ceramics International**, v. 46, p. 17957-17961, 2020.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Esquema representativo de poros com diferentes tamanhos e formas: (a) e (b) poros fechados; (c) poro aberto; (d) e (e) poros abertos interconectados; (f) rugosidade da superfície (Santos et al., 2016).	20
Figura 2- Esquema do Método da Réplica (Adaptado de Studart et al., (2006)).	23
Figura 3 - Esquema do Método do Gelcasting (Adaptado de Studart et al., (2006)).	24
Figura 4 - Esquema do Método da fase sacrificial (Adaptado de Studart et al., (2006)).	25
Figura 5 - Representação do arranjo atômico de um cristal (a) e de um vidro (b) (Zachariasen, 1932).	26
Figura 6 - Comportamento de materiais cristalinos e não-cristalinos na curva de volume específico por temperatura (Akerman, 2000).....	28
Figura 7 - Viscosidade de vidros de sílica em função da temperatura e os pontos tecnológicos importantes na indústria de fabricação de vidros (Adaptado de Ojovan, (2008)).....	29
Figura 8 - Espuma de poliuretano utilizadas no processo da réplica (Elaborada pela autora, 2019).....	32
Figura 9- Fluxograma das etapas para a obtenção das espumas (Elaborada pela autora, 2018).....	33
Figura 10 - Distribuição do tamanho de partículas do resíduo de vidro (a), da bentonita (b) e da alumina (c) (Elaborada pela autora, 2019).....	42
Figura 11 - Difratogramas de DRX do resíduo de vidro (a) da bentonita (b) e da alumina (c) (Elaborada pela autora, 2018).....	44
Figura 12- Espectro no infravermelho do resíduo de vidro (a) da bentonita (b) e da alumina (c) (Elaborada pela autora, 2019).	46
Figura 13- Curva termogravimétrica (TGA) e sua derivada (DTG), do resíduo de vidro (a) da bentonita (b), da alumina (c) e da espuma de poliuretano (d), obtidas com razão de aquecimento de 10 °C.min ⁻¹ em atmosfera de nitrogênio (Elaborada pela autora, 2019).	49
Figura 14 - Imagens das espumas EVC 30-A0, EVC 35-A0 e EVC 40-A0, preparadas sem alumina (Elaborada pela autora, 2020).	51

Figura 15 - Imagens das espumas preparadas com a adição de 2% (EVC 30-A2 e EVC 35-A2), 5% (EVC 30-A5 e EVC 35-A5) e 8% em peso (EVC 30-A8 e EVC 35-A8) de alumina (Elaborada pela autora, 2020).	52
Figura 16 - Micrografia ótica das espumas EVC 30-A0, EVC 35-A0 e EVC 40-A0, produzidas sem alumina (Elaborada pela autora, 2019).	53
Figura 17 - Micrografia ótica (aumento de 50X) das espumas preparadas com a adição de 2%, 5% e 8% em peso de alumina e sinterizadas a 750 °C e 800 °C (Elaborada pela autora, 2019).	54
Figura 18 - Difratoogramas de DRX do resíduo de vidro e das espumas vitrocerâmicas EVC 30-A0 e EVC 35-A0, produzidas sem a adição de alumina e sinterizadas a 750 °C e 800 °C (Elaborada pela autora, 2020).	55
Figura 19 - Difratoogramas de DRX das espumas vitrocerâmicas EVC 30-A2, EVC 30-A5, EVC 30-A8 e EVC 35-A2, sinterizadas a 750 °C (Elaborada pela autora, 2020).	56
Figura 20 - Difratoogramas de DRX das espumas vitrocerâmicas EVC 30-A2, EVC 30-A5, EVC 30-A8, EVC 35-A5 e EVC 35-A8, sinterizadas a 800 °C (Elaborada pela autora, 2020).	57
Figura 21 - Retração Linear das espumas vitrocerâmicas em função da adição de alumina (Elaborada pela autora, 2020).	58
Figura 22 - Perda de massa ao fogo das espumas vitrocerâmicas em função da adição de alumina (Elaborada pela autora, 2020).	59
Figura 23 – Absorção de água das espumas vitrocerâmicas em função da adição de alumina (Elaborada pela autora, 2020).	60
Figura 24 - Porosidade total das espumas vitrocerâmicas em função da adição de alumina (Elaborada pela autora, 2020).	61
Figura 25 - Porosidade total, porosidade aberta e a porosidade fechada das espumas vitrocerâmicas, sinterizadas a 750 °C (a) e a 800 °C (b) (Elaborada pela autora, 2020).	62
Figura 26 – Densidade aparente e densidade geométrica das espumas vitrocerâmicas, sinterizadas a 750 °C (a) e a 800 °C (b) (Elaborada pela autora, 2020).	64
Figura 27 - Diâmetro médio dos poros das espumas vitrocerâmicas, sinterizadas a 750 °C e a 800 °C, em função da adição de alumina (Elaborada pela autora, 2020).	65

Figura 28 – Resistência a flexão das espumas vitrocerâmicas em função da adição de alumina (Elaborada pela autora, 2020).	66
Figura 29- Comparação da resistência à flexão em função da porosidade total para todas as espumas vitrocerâmicas desenvolvidas no presente trabalho (Elaborada pela autora, 2020).	66
Figura 30 – Curvas típicas de tensão-deformação por flexão das espumas vitrocerâmicas, sinterizadas a 750 °C (a) e a 800 °C (b) (Elaborada pela autora, 2020).	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Classificação dos poros de acordo com seu tamanho, segundo a IUPAC (Santos et al., 2016)	21
Tabela 2 - Propriedades típicas de espumas cerâmicas comerciais (Scheffler e Colombo, 2006).....	21
Tabela 3 - Características dos sólidos celulares obtidos por diferentes metodologias de processamento.....	25
Tabela 4 - Definições mais populares de vidro encontradas em livros e textos científicos (Elaborada pela autora, 2020).....	27
Tabela 5 - Reciclagem de embalagens de vidro em alguns países (MME, 2011).....	31
Tabela 6- Características das Espumas Poliuretano. Informações fornecidas pelo fabricante. (Elaborada pela autora, 2019).....	32
Tabela 7- Resumo das suspensões aquosas precursoras das espumas vitrocerâmicas (Elaborada pela autora, 2018).....	36
Tabela 8 - Resumo das proporções em peso de sólidos e líquido presentes nas suspensões (Elaborada pela autora, 2018).....	36
Tabela 9 -. Composição química das matérias-primas utilizadas (Elaborada pela autora, 2019).....	41
Tabela 10 – Resumo da distribuição granulométrica das matérias-primas (Elaborada pela autora, 2018).....	43

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AA	Absorção de Água
AG	Análise Granulométrica
DRX	Difração de Raios-X
DTA	Análise Térmica Diferencial
EDX	Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X
EVC30-A0	Espuma com 30% de resíduo vítreo
EVC35-A0	Espuma com 35% de resíduo vítreo
EVC40-A0	Espuma com 40% de resíduo vítreo
EVC30-A2	Espuma com 30% de resíduo vítreo e 2% de alumina
EVC30-A5	Espuma com 30% de resíduo vítreo e 5% de alumina
EVC30-A8	Espuma com 30% de resíduo vítreo e 8% de alumina
EVC35-A2	Espuma com 35% de resíduo vítreo e 2% de alumina
EVC35-A5	Espuma com 35% de resíduo vítreo e 5% de alumina
EVC35-A8	Espuma com 35% de resíduo vítreo e 8% de alumina
FTIR	Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier
LCM	Laboratório de Caracterização de Materiais (UAEMa/UFCG)
LabSMaC	Laboratório de Síntese de Materiais Cerâmicos (UAEMa/UFCG)
LASMAV	Laboratório de Síntese de Materiais Vítreos (UAEMa/UFCG)
LTM	Laboratório de Tecnologia dos Materiais (UAEMa/UFCG)
d_A	Densidade Aparente
d_G	Densidade Geométrica
d_T	Densidade Teórica
MO	Microscopia ótica
PA	Porosidade Aparente
PMF	Perda de Massa ao Fogo
RF	Resistência à flexão
RL	Retração Linear
TGA	Análise Termogravimetria
UAEMa	Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais
UFCG	Universidade Federal de Campina Grande

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	18
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	20
2.1	ESPUMAS CERÂMICAS.....	20
2.2	VIDROS.....	26
2.2.1	Definição, Características Gerais e Propriedades.....	26
2.2.2	Vitrocerâmicas	30
2.2.3	Reciclagem de Vidros	31
3	MATERIAIS E MÉTODOS	32
3.1	MATERIAIS	32
3.2	METODOLOGIA.....	33
3.2.1	Beneficiamento das Matérias-Primas.....	33
3.2.2	Caracterização das Matérias-Primas	34
3.2.3	Formulação e Preparação das Suspensões Cerâmicas	35
3.2.4	Moldagem, Secagem e Sinterização das Espumas.....	37
3.2.5	Caracterização das Espumas Vitrocerâmicas.....	37
3.2.6.1.	Caracterização Morfológica	37
3.2.6.2.	Difração de Raio-X (DRX).....	37
3.2.6.3.	Propriedades Físico-Mecânicas.....	38
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	41
4.1	CARACTERIZAÇÃO DAS MATERIAS PRIMAS	41
4.1.1	Composição Química (EDX)	41
4.1.2	Distribuição do Tamanho de Partículas (AG).....	42
4.1.3	Difração de Raio-X (DRX).....	43
4.1.4	Características Estruturais (FTIR).....	45
4.1.5	Comportamento Térmico (TGA).....	47
4.2	CARACTERIZAÇÃO DAS ESPUMAS.....	51
4.2.1	Caracterização Morfológica.....	51
4.2.1.1.	Aspectos Macroscópicos	51
4.2.1.2.	Microscopia Ótica	52
4.2.2	Difração de Raios-X.....	55
4.2.3	Propriedades Físico-mecânicas.....	58
4.2.3.1.	Perda ao Fogo, Retração Linear e Absorção de Água	58
4.2.3.2.	Porosidade, Densidade e Diâmetro Médio dos Poros	60

4.2.3.3. Resistência a Flexão	65
5 CONCLUSÕES.....	70
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	71
REFERÊNCIAS.....	72

1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, a diminuição dos recursos naturais e os problemas ambientais causados pela crescente quantidade de resíduos sólidos tem feito da reciclagem um aspecto de fundamental importância. Os resíduos de vidro estão entre os materiais que atraem grande interesse no conceito de reciclagem; isto porque o vidro é 100% reciclável, podendo ser, dependendo das circunstâncias, infinitamente reciclado sem perder as suas propriedades (Fernandes et al., 2009; Wang et al., 2014). A reciclagem do vidro traz benefícios ambientais e econômicos, pois proporciona economia na energia, redução na emissão de CO₂, diminuição na extração de matérias-primas e ainda a redução do volume de lixo que é enviado para aterros sanitários (Furlani et al., 2010).

Diante disso, diversas pesquisas têm sido realizadas a fim de encontrar soluções alternativas para lidar com os resíduos de vidro, o qual têm sido usado na fabricação de ladrilhos de grés (Gualtieri et al., 2018), como material pozolânico, na produção de concreto de cimento Portland (Tucker et al., 2018), na substituição de agregados finos naturais para a produção de blocos de concreto (Lee et al., 2013; Ling e Poon, 2014), na produção de materiais vitrocerâmicos (Bai et al., 2016; Felisberto et al., 2018; Lu et al., 2016) e ainda na fabricação de materiais porosos (Fernandes et al., 2009).

As espumas de vidro/vitrocerâmicas, têm atraído um interesse crescente devido às propriedades que esses materiais oferecem, como leveza, baixa condutividade térmica, baixa densidade, alta resistência química, incombustibilidade, etc. Sendo muito usadas para filtração, isolamento acústico e térmico, bem como aplicações de suporte catalítico (Fernandes et al., 2009). Em muitos aspectos, as espumas vitrocerâmicas são superiores às espumas poliméricas convencionais, especialmente em relação às propriedades mecânicas (resistência à compressão e flexão) e resistência à chama (Secco et al., 2014; Wang et al., 2014).

Vários são os métodos utilizados para produzir espumas vitrocerâmicas, incluindo gel casting, moldagem por congelamento, moldagem em gel, agente porogênico e a técnica de esponja polimérica, também conhecida como método de replicação (Karimi et al., 2019; Petersen et al., 2014; Rincón; Desideri e Bernardo, 2018; ŠVagelj et al., 2018; Yagsi e Keles, 2019). Este último é um processo barato e de simples fabricação para a produção industrial e leva ao desenvolvimento de

espumas com maior porosidade e alta interconectividade entre os poros (Muda et al., 2018; Sharmiwati; Mizan e Noorhelinahani, 2014).

Muitas pesquisas tem sido realizadas envolvendo a produção de espumas de vidro ou vitrocerâmicas a partir da utilização de resíduos de vidro, junto com vários outros materiais, como escória de alto-forno de titânio (Wang et al., 2014) e cobre (Rincón et al., 2018), cinzas volantes (Praxedes et al., 2019), cinzas de casca de arroz (Fernandes et al., 2019), hidróxido de sódio (Silva et al., 2019), nitreto de alumínio (Ewais et al., 2018), entre outros.

Mesmo já sendo encontrada várias pesquisas envolvendo o uso de resíduos de vidro na produção de materiais porosos, poucas investigaram o uso deste resíduo para fabricação de espumas vitrocerâmicas pelo método da réplica polimérica. Assim, esta pesquisa teve como objetivo desenvolver espumas vitrocerâmicas a partir de resíduos de vidro sódico-cálcicos, bentonita e alumina pelo método da réplica polimérica. As espumas vitrocerâmicas foram produzidas com diferentes teores de resíduos de vidro (30%, 35% e 40% em peso) e de alumina (0%, 2%, 5% e 8% em peso) e sob diferentes temperaturas de sinterização (750 °C e 800 °C e 850 °C). Os efeitos dos teores de resíduo vítreo, da adição de alumina e das temperaturas de sinterização na macro/microestrutura e nas propriedades físico-mecânicas foram investigados.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 ESPUMAS CERÂMICAS

Espumas cerâmicas, vítreas e vitrocerâmicas são materiais porosos constituídos por espaços vazios de dimensão variável (entre 10 μm a 5 mm); estas podem apresentar células totalmente isoladas umas das outras (espumas de células fechadas ou porosidade fechada) ou com maioria abertas, com comunicação entre elas (espumas com porosidade aberta) (Rambo et al., 2006). Estes materiais possuem uma estrutura leve, baixa condutividade térmica, elevada área específica, alta refratariedade, ampla faixa de permeabilidade, resistência ao desgaste e a altas temperaturas. Aquelas disponíveis comercialmente incluem composições como a alumina, zirconita, cordierita, mulita, sílica, carbetto de silício e hidroxiapatita (Mundstock et al., 2010).

Os materiais porosos podem se apresentar de diversas formas; poros abertos ou fechados, externos ou internos e ter diversas configurações como apresentado na Figura 1. Além disso, podem ser classificados de acordo com sua faixa de tamanho (Tabela 1), em microporos, mesoporos e macroporos; conforme propõe a União Internacional de Química Pura e Aplicada (IUPAC).

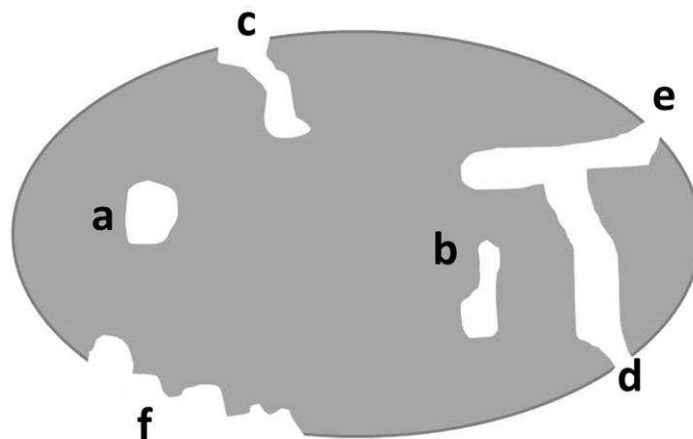


Figura 1- Esquema representativo de poros com diferentes tamanhos e formas: (a) e (b) poros fechados; (c) poro aberto; (d) e (e) poros abertos interconectados; (f) rugosidade da superfície (Santos et al., 2016).

Tabela 1- Classificação dos poros de acordo com seu tamanho, segundo a IUPAC (Santos et al., 2016)

Classificação	Tamanho do poro
Microporos	Diâmetro < 2 nm
Mesoporos	2 nm < diâmetro < 50 nm
Macroporos	diâmetro > 50 nm

A presença de poros e suas características, como tamanho, formato e posição, concedem propriedades diferenciadas aos materiais porosos, possibilitando inúmeras aplicações nas mais diversas áreas. Por exemplo, esses materiais são usados como catalisadores na indústria, como filtros de metais fundidos, como conversores em carros, isolantes térmicos, materiais estruturais leves, materiais biocerâmicos, biorreatores e sensores (Santos et al., 2016).

As vantagens da utilização de cerâmicos porosos nestes tipos de aplicações estão normalmente associadas a baixa densidade, baixa condutividade térmica, permeabilidade controlada, resistência ao congelamento, não toxicidade, não inflamabilidade, inércia química, área superficial elevada e baixa constante dielétrica. A Tabela 2 apresenta as principais propriedades das espumas cerâmicas comerciais (Scheffler e Colombo, 2006).

Tabela 2 - Propriedades típicas de espumas cerâmicas comerciais (Scheffler e Colombo, 2006).

Propriedade	Valor
Densidade (g/cm ³)	0,1 – 0,3
Porosidade (%)	80 – 95
Resistência à compressão (MPa)	0,4 – 6,0
Resistência à flexão (MPa)	0,3 – 1,0
Módulo de elasticidade (GPa)	0,6-1,5
Coefficiente de expansão térmica (K ⁻¹)	8,9 x 10 ⁻⁶
Condutividade térmica (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	0,04 – 0,08
Calor específico (kJ ⁻¹ .K ⁻¹)	0,84

É importante saber que as propriedades das espumas cerâmicas podem ser controladas por meio da modificação da composição química, tamanho da partícula do pó precursor, tipo de método de conformação utilizado, tempo e temperatura de queima utilizado na sinterização. Sendo possível obter diferentes tipos de espuma cerâmica que podem ser adequados para diferentes aplicações (Mundstock et al., 2010). Suas propriedades podem ser adaptadas para cada aplicação específica controlando a composição e a microestrutura da cerâmica porosa. Alterações na porosidade aberta e fechada, a distribuição de tamanho de poro, e da morfologia dos poros podem ter um efeito importante sobre as propriedades do material (Studart et al., 2006).

Além de sua composição, o método de conformação é decisivo para sua adequação ao uso. As espumas cerâmicas podem ser produzidas por uma diversidade de métodos. Diversos processos de preparação de cerâmicas porosas estão sendo pesquisadas na busca de novos materiais com estruturas com diferentes tamanhos de poros, geometria complexa, microestrutura definida e sem a necessidade da etapa de usinagem (Carvalho et al., 2015).

As principais rotas de processamento de cerâmicas macro porosas podem ser categorizadas em réplica, agente de sacrifício e métodos de espumação direta. As características de processamento destes métodos são comparadas no que diz respeito à versatilidade e facilidade de fabricação, além da sua influência sobre a estrutura final das cerâmicas macro porosas.

Métodos de Conformação de Espumas Cerâmicas

Há vários métodos de fabricação das cerâmicas porosas, os quais interferem significativamente nas características e propriedades dos produtos obtidos. Dessa forma, a escolha do método mais adequado está relacionada com a geometria da peça a ser produzida e com as características dos poros que se deseja obter. Dentre os métodos mais utilizados para a produção de cerâmicas macro porosas, destacam-se o método da réplica polimérica, o método do gelcasting, método da fase sacrificial e prensagem.

Cabe ressaltar que estes métodos podem se complementar uns aos outros ou serem adaptados e/ou adequados de modo a se poder obter estruturas com as mais variadas características, envolvendo diferentes materiais cerâmicos. As

características de uma estrutura porosa englobam a porosidade total, a distribuição de tamanho de poros, a conectividade entre eles (poros abertos ou fechados), além da geometria (esféricos, cilíndricos) (Ortega et al., 2003).

Método da Réplica

O método da réplica é considerado como o primeiro método utilizado para a produção de cerâmicas de estrutura celular porosa. Seu desenvolvimento iniciou-se no início dos anos 1960, quando Schwartzwalder e Somers (1963) utilizaram esponjas poliméricas como modelos para se obter estruturas cerâmicas celulares de diversos tamanhos de poros, porosidades e composições químicas. Esta espuma conformará o corpo cerâmico, e pode proporcionar a produção de corpos cerâmicos com níveis de porosidade entre 40 e 95%, e poros com dimensões entre 200 μm e 3 mm (Studart et al., 2006).

O método da réplica é um processo simples e de baixo custo que consiste basicamente na impregnação de uma espuma polimérica ou natural por uma suspensão cerâmica seguida de tratamento térmico, que inclui a degradação da parte orgânica e a sinterização do material cerâmico, resultando na réplica da espuma original (Mundstock et al., 2010). A Figura 2 apresenta o esquema do método da Réplica.

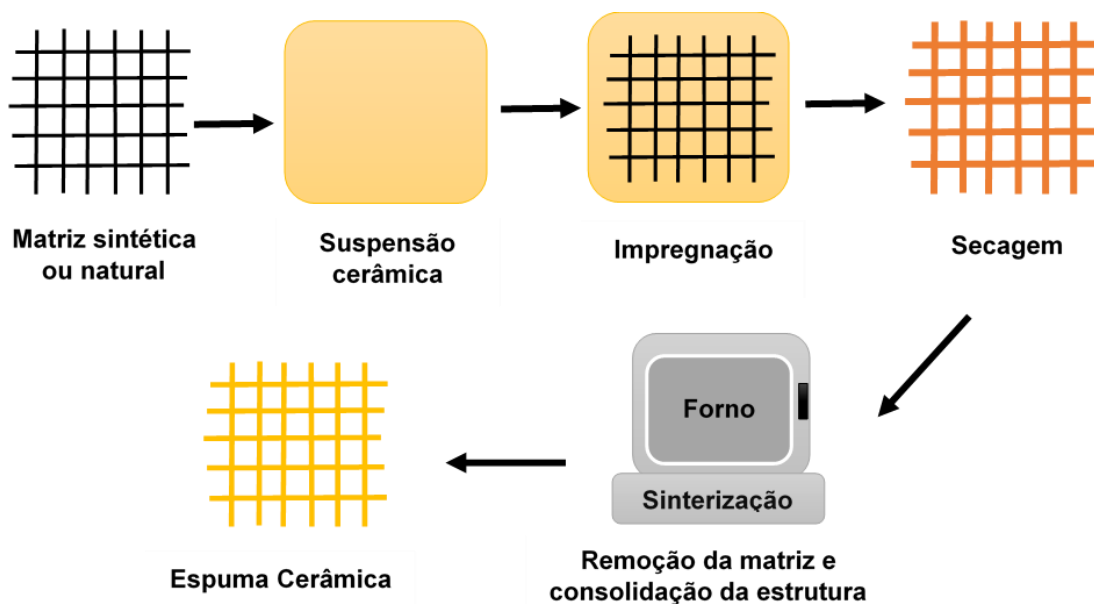


Figura 2- Esquema do Método da Réplica (Adaptado de Studart et al., (2006)).

Muitos polímeros diferentes podem ser utilizados para o precursor de espuma; estes incluem poliuretano (PU), poli cloreto de vinila (PVC), poliestireno (PS), e celulose. As características das propriedades da espuma orgânica são extremamente importantes, pois deve ser capaz de volatilizar sem comprometer a consistência do produto cerâmico. Enfim, a espuma deve queimar completamente durante a sinterização sem danificar a réplica de cerâmica. A composição química da suspensão depende da aplicação do produto. Após as etapas de calcinação para eliminação do polímero e da sinterização, tem-se uma réplica da esponja em cerâmica (Colombo, 2002; Tomita et al., 2005).

Uma desvantagem do método da réplica é o fato de que os filamentos da estrutura podem apresentar defeitos ou pequenas fissuras, provenientes do processo de decomposição da esponja precursora, os quais podem comprometer a resistência mecânica do produto final; além disso, a depender da espuma polimérica utilizada, alguns gases tóxicos podem ser liberados durante a etapa de pirólise (Studart et al., 2006).

Método do Gelcasting

A metodologia do gelcasting é uma técnica onde a suspensão cerâmica com agente espumante é submetida à agitação intensa, promovendo incorporação de ar e resultando, conseqüentemente, em porosidade. Para estabilizar a estrutura porosa são adicionados monômeros orgânicos que polimerizam in situ, consolidando o material (Romano e Pandolfelli, 2006). A Figura 3 apresenta o esquema do método do Gelcasting.

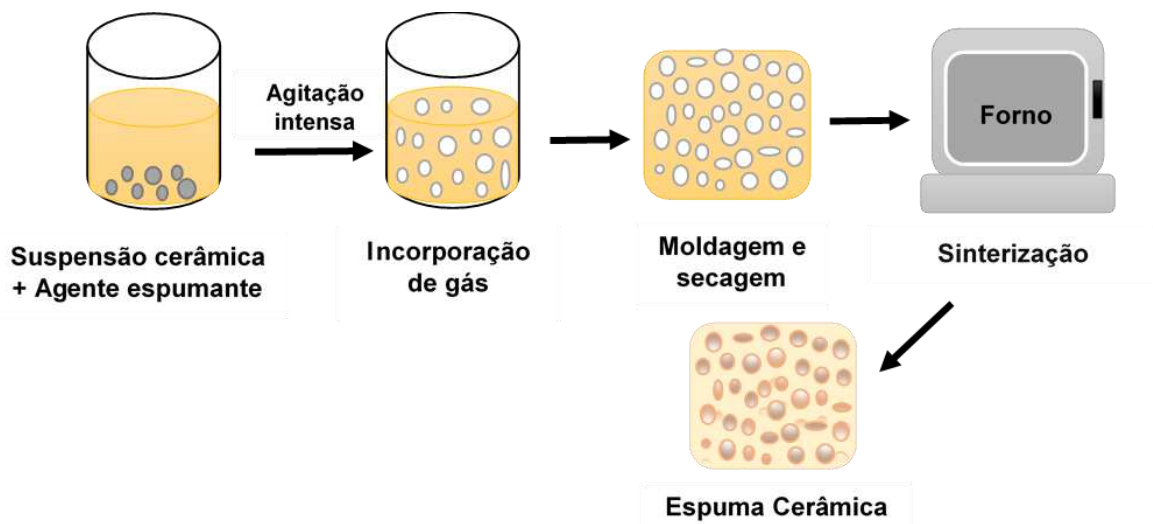


Figura 3 - Esquema do Método do Gelcasting (Adaptado de Studart et al., (2006)).

A partir deste método, é possível obter estruturas com poros abertos e interconectados (30 - 2000 μm), tendendo a uma geometria esférica, com porosidade que pode ultrapassar 90%, elevada permeabilidade e, normalmente, com filamentos densos e sem trincas no produto sinterizado. No entanto, dois inconvenientes, associados a esta técnica, são conhecidos: uso de monômeros considerados neurotóxicos e a necessidade de manter a atmosfera inerte durante a produção da espuma (Tallon e Franks, 2011).

Método da fase sacrificial

A metodologia de processamento, denominada de incorporação de agente porogênico ou de sacrifício, consiste na incorporação destes agentes na matriz cerâmica, os quais são removidos por pirólise, evaporação, sublimação ou processos químicos (Romano e Pandolfelli, 2006). A Figura 4 apresenta o esquema do método da Fase sacrificial ou agente porogênico.

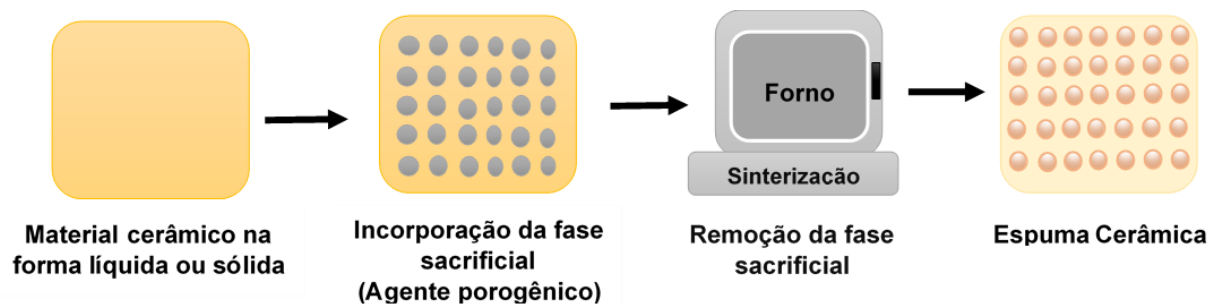


Figura 4 - Esquema do Método da fase sacrificial (Adaptado de Studart et al., (2006)).

A Tabela 3 apresenta as características usualmente apresentadas pelos sólidos celulares obtidos pelas três metodologias descritas.

Tabela 3 - Características dos sólidos celulares obtidos por diferentes metodologias de processamento.

Técnica	Porosidade (%)	Conectividade dos poros	Diâmetro dos poros
Réplica polimérica	40 - 95	Aberta	300 μm - 3 mm
<i>Gelcasting</i>	40 - 97	Aberta	100 μm - 2 mm
Incorporação de agentes porogênicos	20 - 90	Aberta, fechada ou mista	1 μm - 700 μm

2.2 VIDROS

2.2.1 Definição, Características Gerais e Propriedades

Ao longo dos anos, muitas definições foram propostas para o vidro e estas passaram por mudanças conforme a evolução do conhecimento científico. Michael Faraday, em 1830, definiu os óculos como materiais "mais relacionados a uma solução de substâncias diferentes do que um composto em si". Em 1932, Zachariasen estabeleceu a base estrutural para a formação do vidro pelo processo de fusão-resfriamento e propôs que o "arranjo atômico em vidros era caracterizado por uma rede tridimensional estendida, que necessita de simetria e periodicidade" e que "forças interatômicas eram comparáveis aos do cristal correspondente". Ainda assim, segundo Zachariasen, a presença ou ausência de periodicidade e simetria em uma rede tridimensional seria o fator diferenciador entre um cristal e um vidro (Zachariasen, 1932). A Figura 5 apresenta o arranjo cristalino em comparação com a rede vítrea.

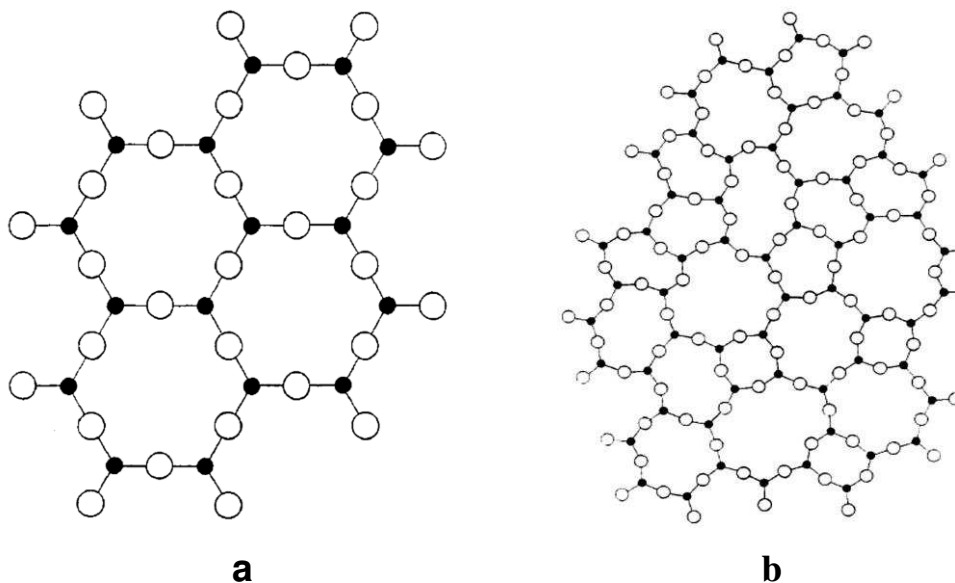


Figura 5 - Representação do arranjo atômico de um cristal (a) e de um vidro (b) (Zachariasen, 1932).

A Teoria da Rede Aleatória de Zachariasen foi adicionada ao conceito de vidro aceito na época e a seguinte definição foi criada: "o vidro é um produto inorgânico fundido, baseado principalmente em sílica, que foi resfriado a uma condição rígida sem cristalização, formando uma rede aleatória tridimensional, ou seja, com ausência

de simetria e periodicidade". No entanto, a evolução do conhecimento científico mostrou que é possível formar um número quase ilimitado de vidros inorgânicos, que não contêm sílica e assim, novas definições surgiram na literatura científica. A Tabela 4, apresenta algumas das definições mais populares ao longo dos anos.

Tabela 4 - Definições mais populares de vidro encontradas em livros e textos científicos (Elaborada pela autora, 2020).

Autor	Ano	Definição
Simon	1927	O vidro é um material rígido obtido por congelamento em um líquido super-resfriado em uma faixa de temperatura estreita
Doremus	1973	Um material formado por resfriamento do estado líquido normal que não mostrou alteração descontínua nas propriedades a qualquer temperatura, mas tornou-se mais ou menos rígido por meio de um aumento progressivo de sua viscosidade.
Elliot	1990	Vidros são materiais amorfs que não possuem ordem translacional a longo alcance (periodicidade), característica de um cristal. Os termos amorfs e sólido não cristalino são sinônimos nesta definição. Um vidro é um sólido amorfo que exibe uma transição vítrea
Varshneya	1994	Vidro é um sólido que tem a estrutura do tipo de um líquido, um sólido "não-cristalino" ou simplesmente um sólido amorfo, considerando a característica de amorfo como uma descrição da desordem atômica, evidenciada pela técnica de difração de raios-X.
Shelby	1997	Vidro é um sólido amorfo com ausência completa de ordem a longo alcance e periodicidade, exibindo uma região de transição vítrea. Qualquer material, inorgânico, orgânico ou metal, formado por qualquer técnica, que exibe um fenômeno de transição vítrea é um vidro.

A definição mais atual de vidros foi proposta por Zanotto e Mauro (2017), a qual critica alguns pontos propostos nas definições anteriores. O primeiro problema é o fato de que ainda é preciso esclarecer o fenômeno da transição vítrea. O segundo, é o fato de nas definições anteriores o vidro é tido como um sólido, no entanto, sua estrutura é mais comparável a um líquido super-resfriado. No terceiro ponto levantado pelos autores, sugere-se que, após um longo tratamento térmico, ou no limite de tempo infinitamente longo, o vidro se cristalize, solidificando. Assim, após a discussão dos pontos apresentados, a seguinte definição foi proposta:

O vidro é um estado de matéria condensada, não cristalina, sem equilíbrio e que exibe uma transição vítrea. A estrutura dos vidros é semelhante à de seus líquidos super-resfriados originais e eles relaxam espontaneamente em direção ao estado super-resfriado. Seu destino no limite do tempo do infinito é solidificar, isto é, cristalizar (Zanotto e Mauro, 2017).

Os materiais vítreos, não solidificam da mesma maneira que os materiais cristalinos. Ao resfriar, o vidro aumenta sua viscosidade de forma contínua, conforme a temperatura decresce, não havendo uma temperatura definida na qual este se torne sólido. Uma das distinções entre materiais cristalinos e não cristalinos é a dependência do volume específico em relação à temperatura (Lima et al., 2018). A Figura 6 apresenta a dependência do volume específico com a temperatura para os materiais cristalinos e não cristalinos.

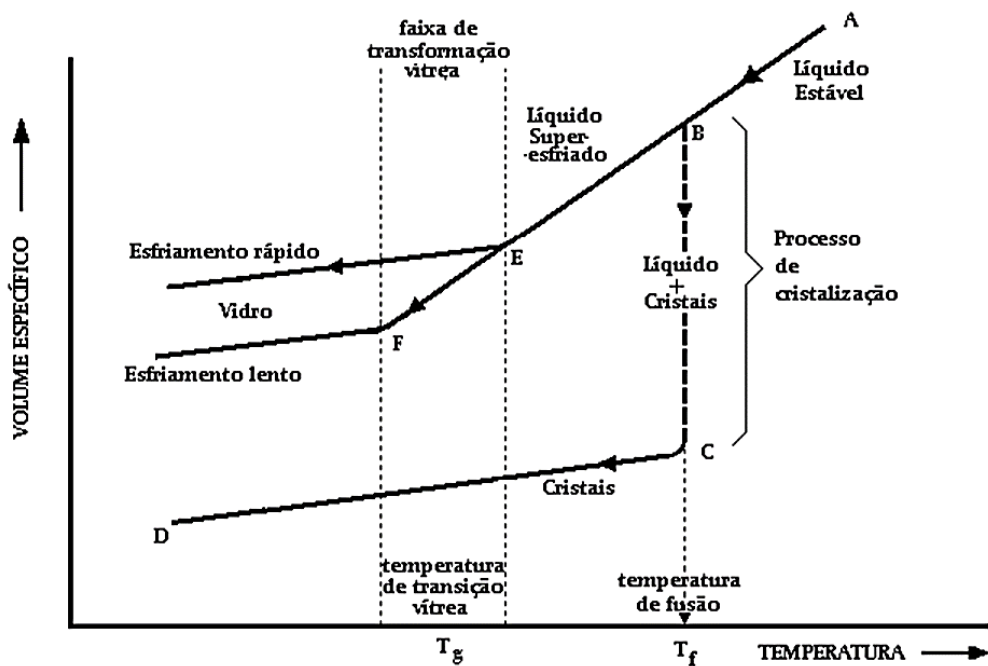


Figura 6 - Comportamento de materiais cristalinos e não-cristalinos na curva de volume específico por temperatura (Akerman, 2000).

Os materiais cristalinos solidificam à temperatura de fusão (T_f); assim, durante o resfriamento, quando atingem a temperatura T_f ocorre uma queda abrupta do volume específico, diferentemente dos materiais não-cristalinos, onde o volume específico decai de forma contínua, junto com a temperatura. Uma característica do estado não cristalino é a temperatura de transição vítrea (T_g); abaixo dessa temperatura não ocorre mais arranjos atômicos e o material é considerado um vidro (Araújo, 1997). Na Figura 6 também pode-se observar que a temperatura de transição (T_g) não é um ponto fixo, mas sim uma faixa, e dentro desta faixa a T_g pode assumir diversos valores de acordo com a velocidade de resfriamento do material (Akerman, 2000).

As características de viscosidade e temperatura também são muito importantes para as fases de formação dos vidros. Os três principais fatores que influenciam na viscosidade de um vidro em fusão são temperatura, tempo e composição química. O aumento da temperatura aumenta a agitação molecular com consequente diminuição da força de ligação entre elas, resultando na diminuição da viscosidade. De maneira geral, a temperatura constante, a viscosidade torna-se mais elevada com o passar do tempo, principalmente em temperaturas baixas (Fonné et al., 2019). A Figura 7 apresenta o comportamento típico de viscosidade de vidros a base de sílica com o incremento da temperatura.

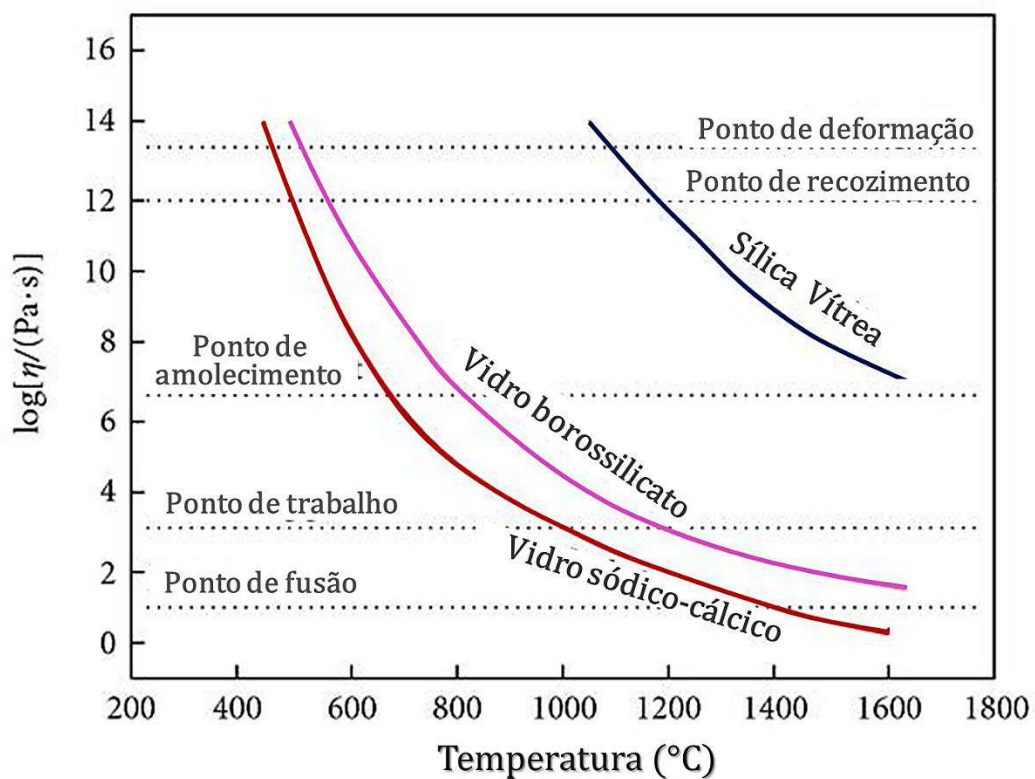


Figura 7 - Viscosidade de vidros de sílica em função da temperatura e os pontos tecnológicos importantes na indústria de fabricação de vidros (Adaptado de Ojovan, (2008)).

De acordo com Akerman (2000) os pontos mais importantes na fabricação e processamento dos vidros (Figura 7) são: (I) *Ponto de fusão* – Temperatura em que o vidro é fluido suficiente para ser considerado líquido ($\log \eta = 1$ Pa.s); (II) *Ponto de Trabalho* – Temperatura em que o vidro pode ser facilmente deformado ($\log \eta = 3$ Pa.s); (III) *Ponto de amolecimento* – Temperatura máxima que uma peça de vidro pode ser manuseada sem causar grandes alterações dimensionais ($\log \eta = 7,65$ Pa.s); (IV) *Ponto de recozimento* – Temperatura na qual a difusão atômica é suficientemente

rápida, podendo remover tensões residuais em um intervalo de 15 minutos ($\log \eta = 12$ Pa.s); e (V) *Ponto de deformação* – Para temperaturas abaixo deste ponto, ocorrerá fratura antes mesmo de iniciar uma deformação plástica. A temperatura de transição vítrea está acima desse ponto ($\log \eta = 13,5$ Pa. s).

As propriedades do vidro variam com a sua composição química, assim vários componentes podem ser adicionados na sua composição, em diferentes proporções, podendo-se obter vidros com propriedades variantes. Dessa maneira, com o conhecimento do efeito de cada componente na estrutura do vidro é possível se projetar composições de vidros apropriadas para cada processo produtivo e aplicação final (Akerman, 2013).

É possível identificar diversas formulações de vidros em função da aplicação, processo de produção e disponibilidade de matérias-primas. Tipicamente, os vidros sódico-cálcicos possuem composição química de: SiO_2 entre 71 e 73%, Na_2O entre 12 e 14%, K_2O até 1%, CaO entre 10 e 12%, MgO até 4% e Al_2O_3 entre 1 e 2%, sem presença de PbO e B_2O_3 (Navarro, 2003).

2.2.2 Vitrocerâmicas

Materiais vitrocerâmicos são sólidos policristalinos preparado a partir da cristalização controlada dos vidros (Mcmillan, 1964). As vitrocerâmicas são especialmente úteis em função de suas características técnicas, incluindo uma grande faixa de combinações não usuais de propriedades, dependendo das propriedades da fase cristalina e da fase vítrea residual, que levam a uma variedade de produtos de alta tecnologia para os mercados consumidor e especializado (Deubener et al., 2018).

As principais propriedades que tornam este material atrativo para o mercado atual estão relacionadas a : i) baixa condutividade elétrica podendo ser utilizado como isolantes elétricos; ii) dilatação térmica próxima de zero que dificulta os indesejáveis choques térmicos; iii) baixa reatividade química; iv) resistência mecânica relativamente elevada; v) propriedades ópticas que variam da transparência ao opaco; vi) aspecto liso e com baixa presença de poros entre os cristais formados (Vasconcelos, 2012).

2.2.3 Reciclagem de Vidros

Além de características como transparência, impermeabilidade e versatilidade o vidro é 100% reciclável, podendo ser reciclado infinitamente sem perder sua qualidade. Isso constitui uma grande vantagem do ponto de vista ambiental, não só pela economia de matérias primas, como também pela menor geração de lixo urbano. De acordo com o Panorama Setor de Vidro (2015), para cada 10% de pedaços de vidro na mistura para a produção de novos vidros economiza-se de 3 a 4% da energia necessária para a fusão nos fornos industriais, além de reduzir até 10% a utilização de água.

Das aproximadamente 3.400.000 toneladas de artefatos de vidro produzidos no Brasil em 2011, 51% foram vidros planos, 36% foram vidros de embalagens, 8% foram utensílios domésticos e 5,5% foram vidros especiais. No ano de 2011, a quantidade de embalagem de vidro reciclada no Brasil foi estimada em 47%, enquanto a média europeia supera os 70% (Butler e Hooper, 2019). A Tabela 5 apresenta os índices de reciclagem de embalagens de vidro em diversos países.

Tabela 5 - Reciclagem de embalagens de vidro em alguns países (MME, 2011)

País	Índice (%)
Bélgica	96
Suécia	91
Holanda	91
Alemanha	81
República Tcheca	78
Itália	74
Brasil	47
França	68
Reino unido	61
Portugal	57

Pode-se observar que, no Brasil a preocupação com gestão de resíduos é relativamente baixa, já que, o Brasil se encontra bastante distante do índice de reciclagem apresentado pela maior parte dos países europeus. Diante deste cenário, justifica-se a preocupação com a busca de possibilidade de reciclagem do resíduo do vidro no Brasil.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

Para a realização da pesquisa foram utilizadas como matérias-primas:

- Garrafas de vidro descartadas do tipo sódico-cálcicos de cor transparente;
- Bentonita (plastificante);
- Alumina eletrofundida (aditivo) (COTEBRAS - Companhia Tecnocerâmica do Brasil);
- Silicato de sódio - Na_2SiO_3 (dispersante).
- como molde uma espuma de poliuretano com estrutura de células abertas de 50 ppi (Master Sponge & Foam Products Manufacturer) (Figura 8).

Na Tabela 6 estão as informações fornecidas pelo fabricante da espuma.

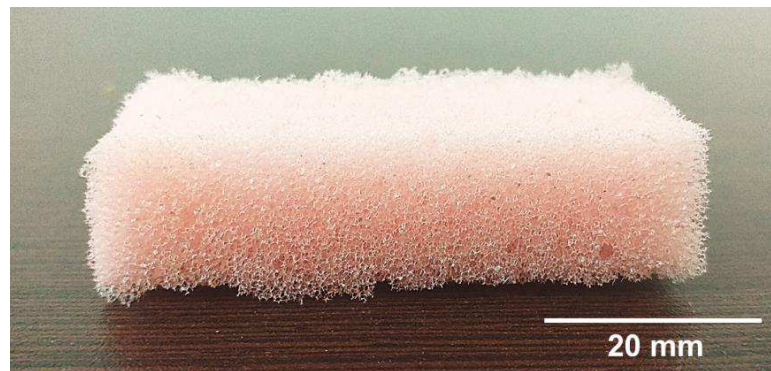


Figura 8 - Espuma de poliuretano utilizadas no processo da réplica (Elaborada pela autora, 2019).

Tabela 6- Características das Espumas Poliuretano. Informações fornecidas pelo fabricante. (Elaborada pela autora, 2019).

Características Principais	
Densidade Linear de Poros (ppi)	50
Densidade (Kg.m^{-3})	22,42
Resistência a Tração (MPa)	0,1379
Porcentagem de Alongamento	180
Força de Rasgo (Kg/cm)	5,1846

3.2 METODOLOGIA

O método da réplica polimérica foi utilizado para o desenvolvimento das espumas vitrocerâmicas. A Figura 9 apresenta o fluxograma com as etapas da metodologia utilizada para a obtenção das espumas.

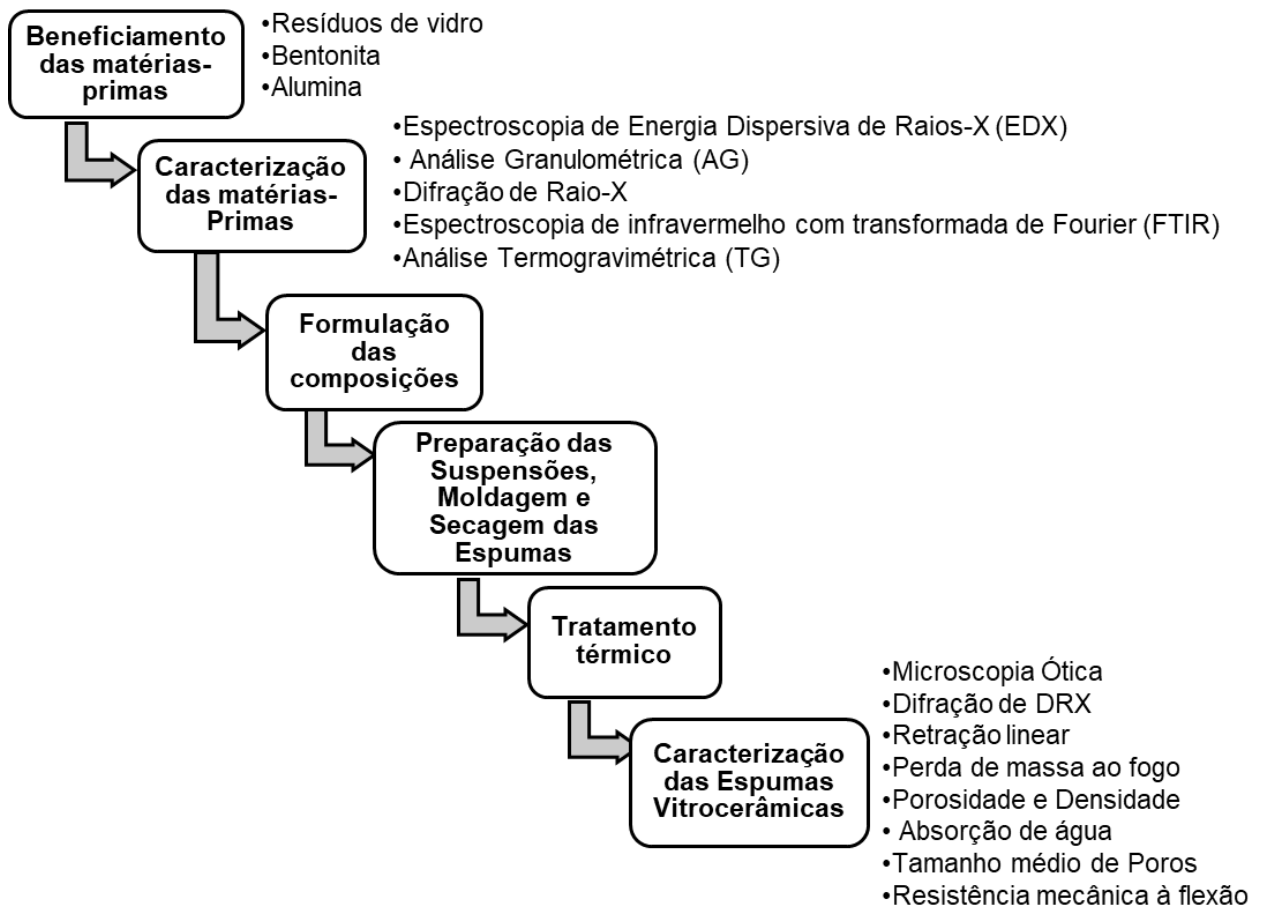


Figura 9- Fluxograma das etapas para a obtenção das espumas (Elaborada pela autora, 2018).

3.2.1 Beneficiamento das Matérias-Primas

As garrafas de vidro foram higienizadas, trituradas e os cacos passados em peneira com abertura de 6,12 mm. O material passante foi inserido em uma jarra de porcelana com bolas de alumina e pulverizado a seco em moinho alta rotação (periquito) (Servitech, CT-242) a 380 rpm por 30 min. O pó de vidro, assim como a

bentonita e a alumina foram então beneficiados em uma peneira com abertura de 74 μm .

3.2.2 Caracterização das Matérias-Primas

Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (EDX)

A identificação da composição química (óxidos presentes) das matérias-primas foi realizada por Espectroscopia de Energia Dispersiva por Raios X (EDX) (SHIMADZU, EDX 720) sob vácuo, no Laboratório de Caracterização de Materiais – LCM- UAEMa/ UFCG. Para isso, as amostras foram prensadas na forma de pastilhas a 5 toneladas por 30 segundos; para o pó de vidro e a alumina foi utilizado ácido bórico como ligante.

Análise Granulométrica (AG)

O conhecimento da distribuição granulométrica das matérias-primas é indispensável na etapa de desenvolvimento de um material cerâmico, já que, várias propriedades estão associadas ao empacotamento das partículas que os constituem.

A distribuição do tamanho de partículas foi determinada através do método de granulometria por difração a laser (CILAS, 1064 LD). A análise foi realizada em meio aquoso, numa proporção de 250 ml de água destilada para cada 5 g de material, usando hexametáfosfato de sódio como agente dispersante. O ensaio foi realizado no Laboratório de Tecnologia dos Materiais -LTM- UAEMa /UFCG.

Difração de Raio-X (DRX)

A identificação das fases cristalinas presentes nas matérias-primas foi determinada por análise de difração de raios X (DRX) usando um difratômetro (Bruker-D2Phaser) com radiação Cu-K α ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$), na faixa de ângulo 2θ de 5° a 80° e passo de $0,02^\circ$. A análise foi realizada no Laboratório de Síntese de Materiais Cerâmicos - LabSMAc– UAEMa/UFCG. A identificação das fases foi obtida usando-se o software Crystallographica Search- Match.

Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A identificação das características estruturais (grupos funcionais e de ligações) das matérias-primas foi determinada por espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) no modo transmitância, na região de 4000 a 400 cm^{-1} . O ensaio foi realizado no laboratório de Síntese de Materiais Cerâmicos - LabSMaC– UAEMA/UFCG.

Análise de Termogravimetria (TG)

O estudo do comportamento térmico das matérias-primas utilizadas, assim como da espuma de poliuretano, é de fundamental importância; já que em função deste estudo térmico é possível conhecer as diferentes características das matérias-primas em função da temperatura de sinterização, além de auxiliar na escolha das temperaturas e patamares a compor os tratamentos térmicos, de forma a promover a completa degradação da espuma de poliuretano e a consolidação da estrutura, com a menor quantidade de trincas e defeitos.

A análise termogravimétrica foi realizada no Laboratório de Análises Térmicas - UAEMA/UFCG (SHIMADZU, DTG-60H). Todas as experiências foram realizadas em atmosfera de nitrogênio a uma vazão de 100 $\text{mL}\cdot\text{min}^{-1}$, taxa de aquecimento de 10 $^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ e em cadinhos de alumina.

3.2.3 Formulação e Preparação das Suspensões Cerâmicas

As formulações das suspensões aquosas precursoras das espumas vitrocerâmicas estão resumidas na Tabela 7. As suspensões foram preparadas a partir de diferentes teores do resíduo de vidro (30, 35 e 40% em peso), 5% em peso de bentonita, 0,5% em peso de silicato de sódio na forma líquida e alumina em diferentes teores (2, 5 e 8% em peso) e homogeneizadas em um misturador mecânico a 600 rpm por cerca de 30 minutos. As proporções em peso de sólidos e líquido presentes nas suspensões estão resumidas na Tabela 8.

Tabela 7- Resumo das suspensões aquosas precursoras das espumas vitrocerâmicas (Elaborada pela autora, 2018).

Amostras	Matérias-Primas (% em peso)				
	Resíduo de vidro	Bentonita	Alumina	Água Destilada	Silicato de Sódio
EVC 30-A0	30	5	-	64,5	0,5
EVC 30-A2	30	5	2	62,5	0,5
EVC 30-A5	30	5	5	59,5	0,5
EVC 30-A8	30	5	8	56,5	0,5
EVC 35-A0	35	5	-	59,5	0,5
EVC 35-A2	35	5	2	57,5	0,5
EVC 35-A5	35	5	5	54,5	0,5
EVC 35-A8	35	5	8	51,5	0,5
EVC 40-A0	40	5	-	54,5	0,5

Tabela 8 - Resumo das proporções em peso de sólidos e líquido presentes nas suspensões (Elaborada pela autora, 2018).

Amostras	Composição (% em peso)		Teor de sólidos		
	Teor de sólidos	Teor de líquido	Matérias-primas (% em peso)		
			Resíduo de vidro	Bentonita	Alumina
EVC 30-A0	35	65	85,7	14,3	-
EVC 30-A2	37	63	81,1	13,5	5,4
EVC 30-A5	40	60	75,0	12,5	12,5
EVC 30-A8	43	57	69,8	11,6	18,6
EVC 35-A0	40	60	87,5	12,5	-
EVC 35-A2	42	58	83,3	11,9	4,8
EVC 35-A5	45	55	77,8	11,1	11,1
EVC 35-A8	48	52	72,9	10,4	16,7
EVC 40-A0	45	55	88,9	11,1	-

3.2.4 Moldagem, Secagem e Sinterização das Espumas

As amostras de espumas de poliuretano (55 mm x 22 mm x 13 mm) (Figura 8) foram imersas nas suspensões por três vezes com intervalos de 30 minutos entre cada imersão, a fim de aumentar a densidade à verde das espumas (Bowen e Thomas, 2015). O excesso de foi removido em um sistema de calandras com abertura de 4 mm. A secagem das espumas impregnadas ocorreu em duas etapas: primeiro, as espumas foram mantidas à temperatura ambiente por 20 horas e, em seguida foram secas em estufa a 110 °C por 2 horas.

Após a secagem as espumas impregnadas foram aquecidas até 500 °C (Forno Mufla - Linn, Electro Term) a uma taxa de 1 °C.min⁻¹, permanecendo nesta temperatura por 30 min para a eliminação da matriz polimérica. Em seguida as amostras foram aquecidas a 5 °C.min⁻¹ até 750 °C, 800 °C e 850 °C, permanecendo nestas temperaturas por 60 min para a consolidação da estrutura. O resfriamento foi realizado em três etapas: resfriamento até 540 °C com permanência por 30 min; seguido de resfriamento até 440 °C por 60 min, as duas etapas foram realizadas a uma taxa de resfriamento de 10 °C.min⁻¹; e, finalmente, as amostras foram resfriadas até a temperatura ambiente seguindo a inércia do forno.

3.2.5 Caracterização das Espumas Vitrocerâmicas

3.2.6.1. Caracterização Morfológica

As características morfológicas das espumas foram avaliadas por imagens de Microscopia ótica, das superfícies externas das espumas. As imagens foram obtidas em um Microscópio Ótico (Olympus, BX51) com ampliação de 50x, pertencente ao Laboratório de Materiais e Estruturas Ativas (LAMMEA) da Unidade Acadêmica de Engenharia Mecânica – UFCG.

3.2.6.2. Difração de Raio-X (DRX)

A natureza amorfa/cristalina das espumas obtidas foi determinada por análise de difração de raios X (DRX). Os parâmetros da análise foram os mesmos utilizados na análise das matérias-primas.

3.2.6.3. Propriedades Físico-Mecânicas

Retração Linear e Perda de Massa ao Fogo

O comportamento das espumas durante a sinterização foi avaliado mediante a média da retração linear (RL) e da perda de massa ao fogo (PMF), calculadas a partir das Equações 1 e 2. As médias foram calculadas com base os dados de dez corpos de prova.

$$RL (\%) = \frac{C_i - C_f}{C_i} \times 100 \quad (1)$$

$$PMF (\%) = \frac{M_i - M_f}{M_i} \times 100 \quad (2)$$

Onde na Eq. (1), C_i e C_f significa o comprimento das amostras antes e após a sinterização, respectivamente. Na Eq. (2), M_i e M_f correspondem à massa das amostras antes e a sinterização, respectivamente.

Absorção de Água, Porosidade, Densidade e Diâmetro Médio dos Poros

A absorção de água (AA), a porosidade aparente (PA) e a densidade aparente (D_A) foram medidas pelo princípio de Arquimedes. O ensaio foi realizado no Laboratório de Tecnologia dos Materiais (LTM – UAEMA/UFCG) utilizando oito amostras de cada composição. Antes da imersão em água destilada, as amostras sinterizadas foram secas a 60 °C por 24 horas para a determinação da massa seca (M_s). Em seguida, as amostras foram imersas em água destilada e mantidas à temperatura ambiente por 24 horas para medição de sua massa úmida (M_u). Para a mensuração da massa imersa (M_{im}), as amostras foram pesadas em uma balança analítica hidrostática. As Equações 3, 4 e 5 foram usadas para calcular a absorção de água, a porosidade aparente e a densidade aparente, respectivamente.

$$AA (\%) = \frac{M_u - M_s}{M_u} \times 100 \quad (3)$$

$$PA (\%) = \frac{M_u - M_s}{M_u - M_{im}} \times 100 \quad (4)$$

$$d_A \text{ (g/cm}^3\text{)} = \frac{M_u}{M_u - M_{im}} \quad (5)$$

A densidade geométrica (d_G) das espumas foi medida considerando a razão massa/volume (Huo et al., 2019; Rincón et al., 2018). O cálculo da densidade teórica (d_T) das espumas envolveu a densidade teórica do vidro ($2,52 \text{ g.cm}^{-1}$), da bentonita ($0,95 \text{ g.cm}^{-1}$) e da alumina ($3,95 \text{ g.cm}^{-1}$) (Damani e Lutz, 1997; Fukumori e Campos, 2004) e foi calculada de acordo com a Equação 6 (Fernandes et al., 2019; Švigelj et al., 2018). A densidade geométrica e teórica das espumas foram usadas para o cálculo da porosidade total (P_T). As Equações 7 e 8 foram utilizadas para o cálculo da porosidade total (P_T) e porosidade fechada (P_F), respectivamente.

$$d_T = \frac{\% \text{ de vidro} \cdot \rho_V + \% \text{ de bentonita} \cdot \rho_B + \% \text{ de alumina} \cdot \rho_A}{100\%} \quad (6)$$

$$P_T = 1 - \frac{d_G}{d_T} \quad (7)$$

$$P_F = P_T - P_A \quad (8)$$

Onde na Eq. (6), ρ_V , ρ_B e ρ_A significa a densidade teórica do vidro, da bentonita e da alumina, respectivamente.

O tamanho médio dos poros foi obtido pela média das medidas dos poros de três imagens de micrografia óptica de cada composição.

Resistência Mecânica à Flexão

As propriedades mecânicas das espumas foram medidas mediante o teste de flexão em três pontos, com o auxílio de uma máquina de teste universal (EMIC, DL 10000), com célula de carga de 20 Kgf, distância entre os pontos de apoio de 30 mm e velocidade de $0,5 \text{ mm.min}^{-1}$. Utilizou-se oito amostras ($50 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$) para cada composição. O ensaio foi realizado à temperatura ambiente no LCM da UAEMA/UFCCG. A tensão de tração na flexão foi calculada através da Equação 9.

$$\sigma_f = \frac{3.F.L}{2.b.h^2} \quad (9)$$

Onde, σ_f é a tensão de tração na flexão (MPa); F é a carga aplicada (N); L a distância entre os apoios (mm); b e h a dimensão horizontal e a altura do corpo de provas (mm), respectivamente.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERIZAÇÃO DAS MATERIAS PRIMAS

4.1.1 Composição Química (EDX)

A Tabela 9 apresenta a composição química das matérias-primas utilizadas na fabricação das espumas vitrocerâmicas.

Tabela 9 -. Composição química das matérias-primas utilizadas (Elaborada pela autora, 2019).

	Concentração (% em peso)										
	SiO ₂	CaO	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	K ₂ O	RuO ₂	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	MgO	RuO ₂	Outros
Resíduo de Vidro	69,6	12,9	11,9	3,79	0,91	0,58	-	0,06	-	-	0,26
Bentonita	64,6	2,27	-	18,2	1,12	-	9,47	1,03	2,75	0,25	0,29
Alumina	0,50	0,06	-	99,4	-	-	0,03	-	-	-	-

Os principais componentes presentes no resíduo de vidro são o óxido de silício - SiO₂ (69,6% em peso), óxido de sódio - Na₂O (11,9% em peso) e óxido de cálcio - CaO (12,9% em peso), sendo estes teores característicos de vidro sódico-cálcico (Navarro, 2003). Também se verifica um teor considerável de alumina- Al₂O₃ (3,79% em peso) que atua como estabilizador evitando a devitrificação, e contribui para o aumento da resistência química (Navarro, 2003). Os óxidos como K₂O e TiO₂, que ajudam na formação da fase líquida em amostras preparadas a baixa temperatura (Liu et al., 2020).

A bentonita apresentou composição rica em sílica - SiO₂ (64,6% em peso) e alumina - Al₂O₃ (18,2% em peso), os quais estão em maior parte combinado na formação dos argilominerais (Taylor-Lange et al., 2015). Um alto teor de Fe₂O₂ (9,47% em peso) também foi identificado na bentonita, essa maior concentração é característica das argilas do nordeste brasileiro e contribui para diminuir a temperatura da desidroxilação. Os teores de MgO (2,75% em peso) e CaO (2,27% em peso) indicam que a bentonita possui natureza policatiônica. Os valores para os demais óxidos estão dentro do esperado para argilas bentoníticas (Santana et al., 2014; Silva et al., 2013, 2014).

A alumina apresentou 99,4% em peso de óxido de alumínio - Al_2O_3 e traços de óxidos de SiO_2 , CaO e Fe_2O_3 que estão associados às impurezas presentes durante o seu processo de produção (Adachi et al., 2015).

4.1.2 Distribuição do Tamanho de Partículas (AG)

Na Figura 10 estão apresentadas as curvas de distribuição granulométrica do resíduo de vidro (a), da bentonita (b) e da alumina (c).

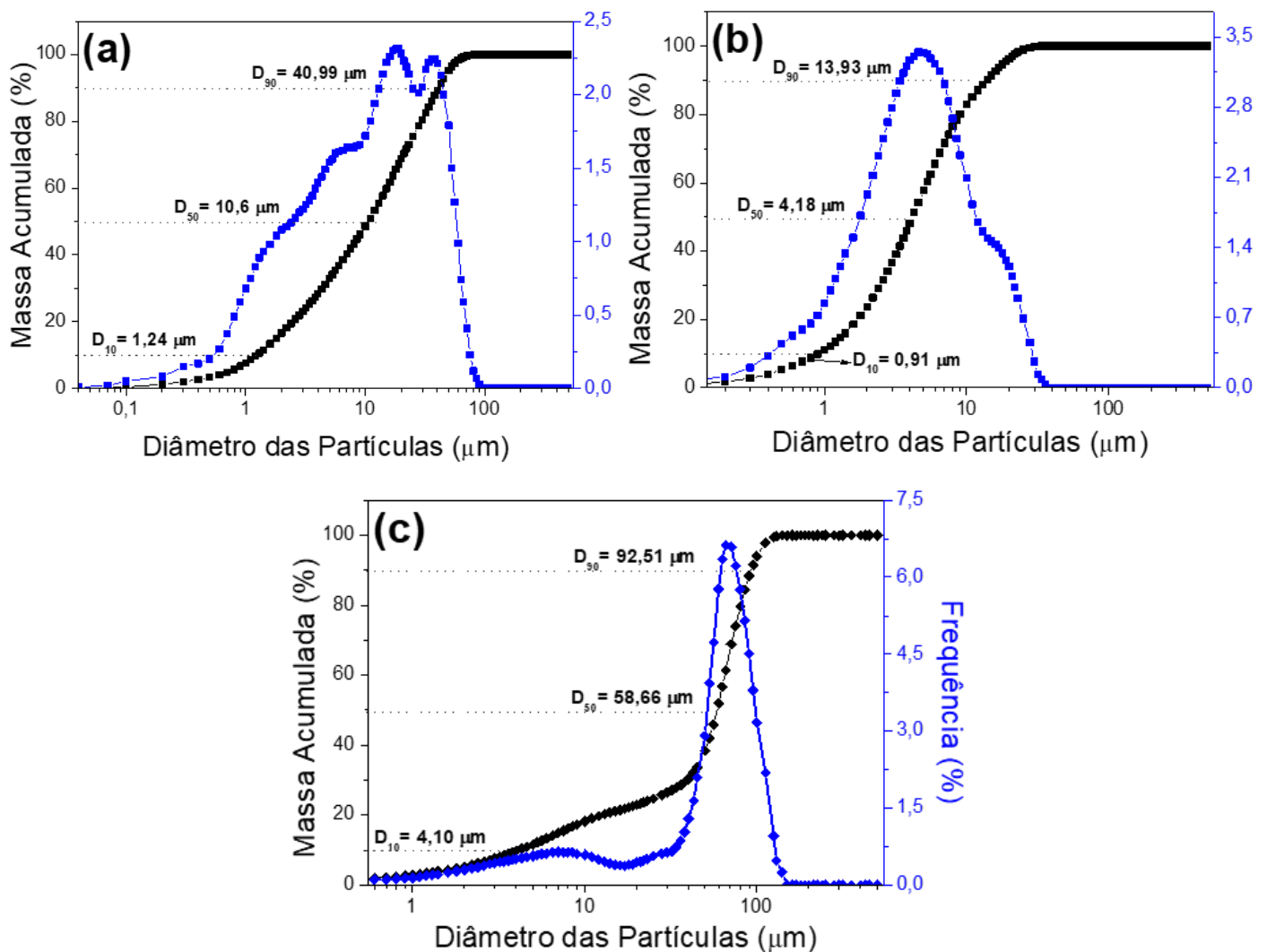


Figura 10 - Distribuição do tamanho de partículas do resíduo de vidro (a), da bentonita (b) e da alumina (c) (Elaborada pela autora, 2019).

Todas as matérias-primas analisadas apresentaram uma curva de distribuição multimodal, seja de forma mais acentuada como no resíduo de vidro (Figura 10-a) e alumina (Figura 10-c) ou de forma mais suave como a bentonita (Figura 10-b). O resumo dos valores dessa distribuição está apresentado na Tabela 10.

Tabela 10 – Resumo da distribuição granulométrica das matérias-primas (Elaborada pela autora, 2018).

Matérias-Primas	Finos ($x < 2 \mu\text{m}$)	Médios ($2 \mu\text{m} < x < 20 \mu\text{m}$)	Grossos ($x > 20 \mu\text{m}$)	D_m (μm)
Resíduo de Vidro	16,63%	52,25%	31,12%	16,21
Bentonita	23,77%	72,60%	3,63%	5,93
Alumina	5,38%	17,57%	77,05%	53,41

No resíduo de vidro e na bentonita, a maior fração de partículas possuem diâmetros entre 2 e 20 μm , com 52,25% de volume acumulado para vidro e 72,60% para a bentonita. O diâmetro médio apresentado foi de 16,21 μm e 5,93 μm para vidro e bentonita, respectivamente.

A análise da distribuição granulométrica da alumina mostrou a maioria das partículas com diâmetros acima de 20 μm (77,05% do volume acumulado) e diâmetro médio (53,41 μm) bem acima ao da bentonita e do resíduo de vidro. Nota-se que essa matéria-prima revelou frações mais grosseiras quando comparadas aos resíduos de vidro e a bentonita e a curva de distribuição granulométrica (Figura 10-c) se apresentou mais estreita, o que indica que esta matéria-prima apresenta tamanho de partículas mais uniforme.

4.1.3 Difração de Raio-X (DRX)

A Figura 11 apresenta os difratogramas da bentonita (a) e da alumina (b), respectivamente.

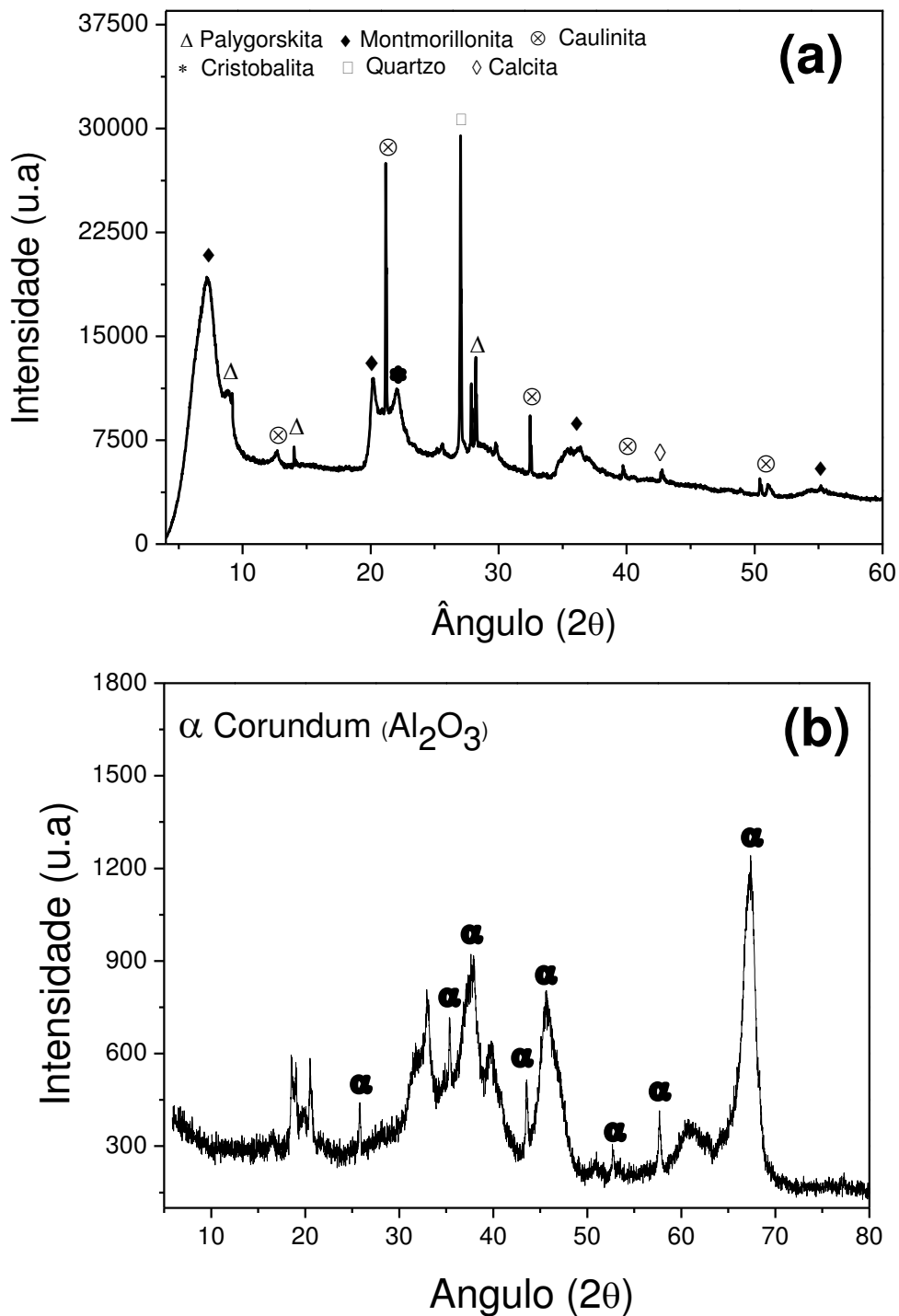


Figura 11 - Difratoqramas de DRX do resíduo de vidro (a) da bentonita (b) e da alumina (c) (Elaborada pela autora, 2018).

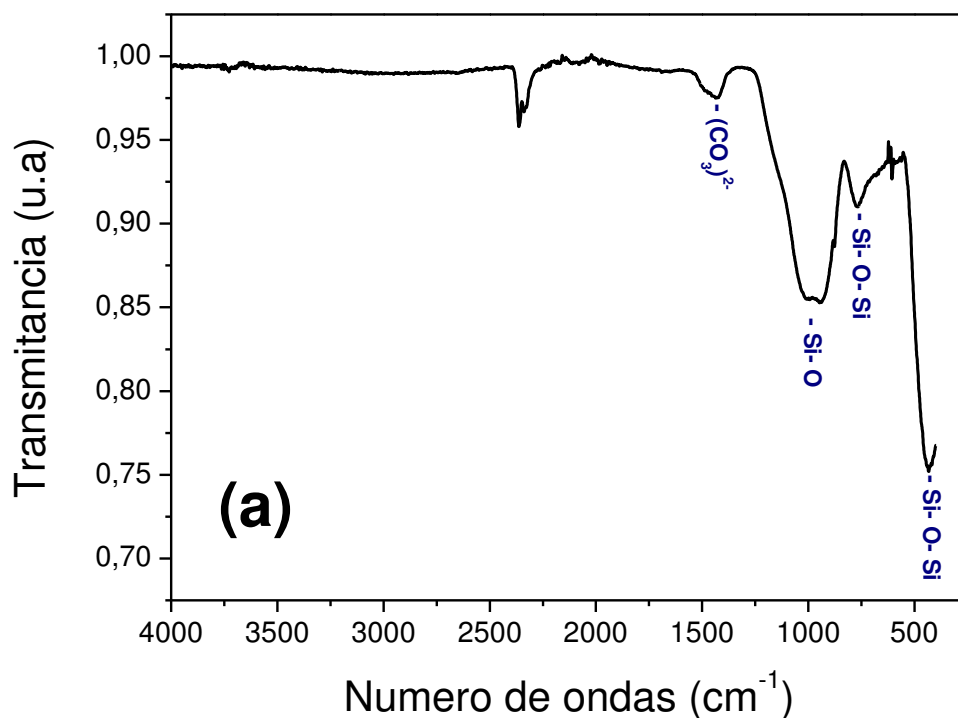
O difratograma obtido da bentonita (Figura 11-a) apresenta a presença predominante do argilomineral montmorillonita - $\text{AlSi}_2\text{O}_6(\text{OH})_2$ (PDF 00-002-0037), caulinita - $\text{Al}_4(\text{OH})_8\text{Si}_4\text{O}_{10}$ (PDF 01-078-2110) e quartzo - SiO_2 (PDF 00-012-0708). Nota-se também a presença significativa de minerais acessórios como a Palygorskita

- $(\text{Mg}, \text{Al})_5(\text{Si}, \text{Al})_8\text{O}_{20}(\text{OH})_{28}\text{H}_2\text{O}$ (PDF 00-021-0958) e cristobalita - SiO_2 (PDF 00-039-1425). A bentonita mostrou ainda a presença de traços de calcita - CaCO_3 (PDF 00-005-0586).

No padrão DRX da alumina (Figura 11- b) observa-se a presença do coríndon - $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (PDF 00-046-1212) como principal fase cristalina. Este resultado já era esperado, visto que o coríndon é a forma mais estável da alumina em todas as temperaturas e além disso a análise de EDX (Tabela 9) mostrou a predominância de óxido de alumínio - Al_2O_3 (99,4% em peso) na composição química da alumina (Adachi et al., 2015).

4.1.4 Características Estruturais (FTIR)

A Figura 12 apresenta os espectros no infravermelho do resíduo de vidro (a), da bentonita (b) e da alumina (c), respectivamente.



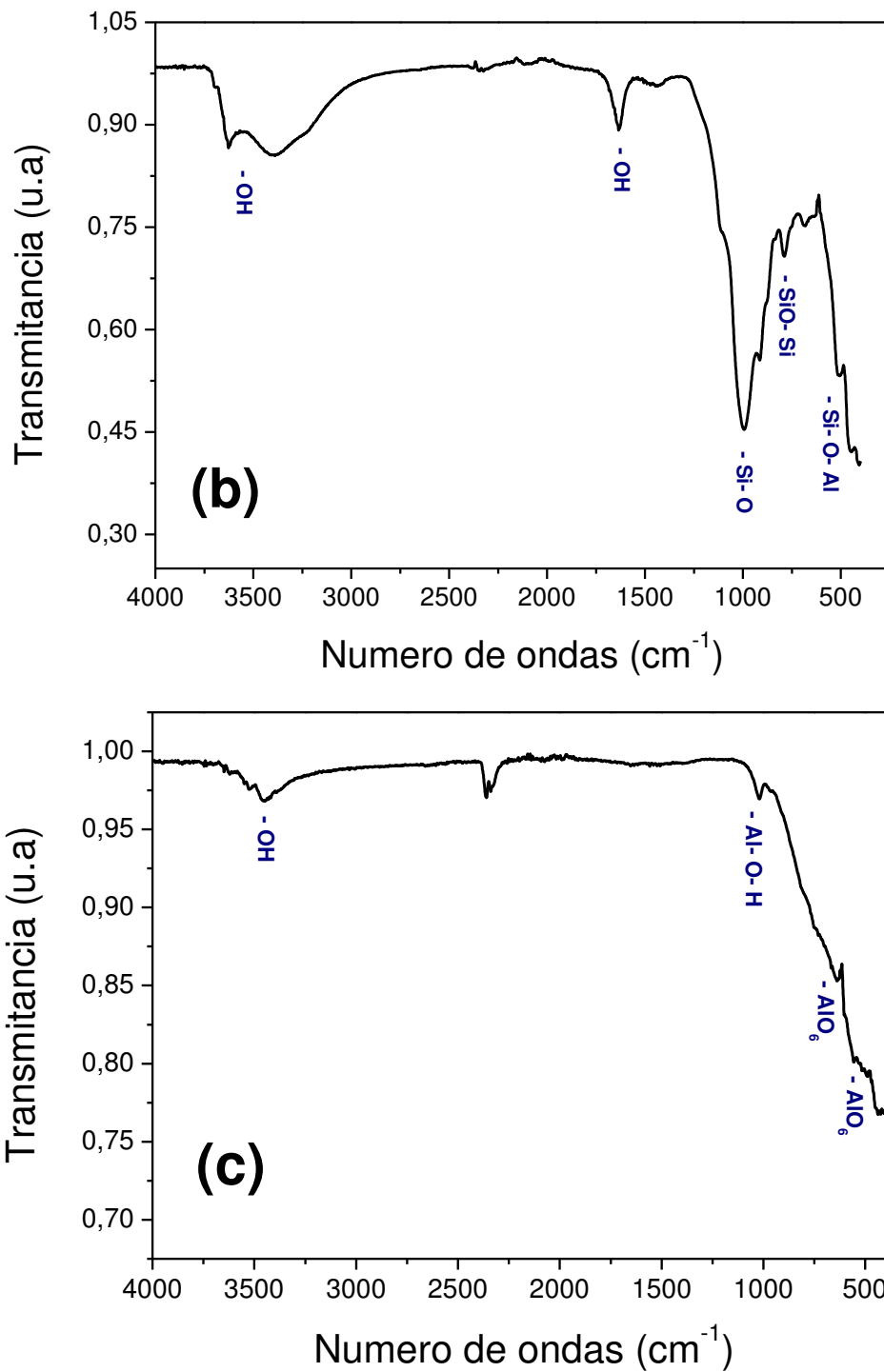


Figura 12- Espectro no infravermelho do resíduo de vidro (a) da bentonita (b) e da alumina (c) (Elaborada pela autora, 2019).

A partir do espectro de infravermelho do resíduo de vidro (Figura 12-a) verifica-se um pico fraco entre 1350 - 1500 cm^{-1} o qual está relacionado ao grupo carbonato. A banda larga que se estende de 830 a 1250 cm^{-1} pode estar relacionada ao alongamento antissimétrico de Si-O-Si dos oxigênios em ponte no interior do

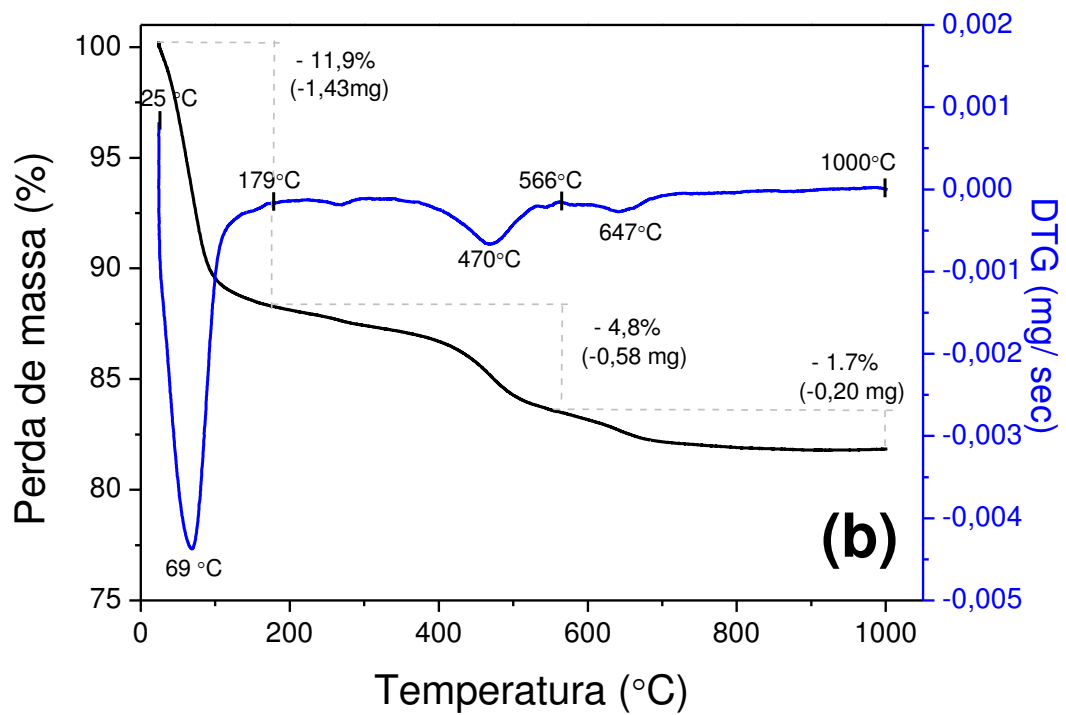
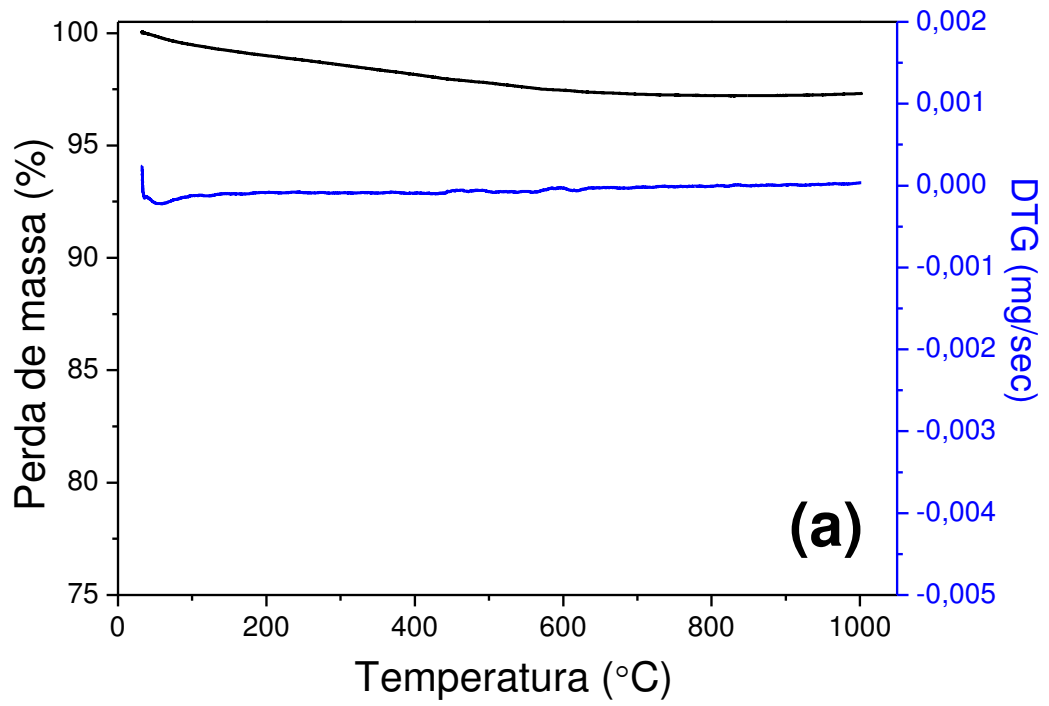
tetraedro e o seu pico apresentado em 980 cm^{-1} que se refere ao estiramento de Si-O com um ou dois oxigênios sem ponte. A banda média em $650\text{-}820\text{ cm}^{-1}$ pode ser atribuída a vibrações de alongamento simétricas de Si-O-Si de oxigênios em ponte entre tetraedros. O pico entre $400\text{ - }550\text{ cm}^{-1}$ pode ser atribuído ao modo de flexão de Si-O-Si ou O-Si-O (Abdelghany, 2010; Elbatal et al., 2007, 2014; Khalil et al., 2010; Zidan et al., 2010).

No espectro de infravermelho da bentonita (Figura 12-b), verifica-se um pico de aproximadamente 3650 cm^{-1} referente à frequência de vibração dos grupos OH. A banda de transmitância a 3375 cm^{-1} são características água interlamelar dentro da bentonita. A banda presente em 1630 cm^{-1} corresponde à deformação dos grupos OH da água. Entre $1070\text{ e }800\text{ cm}^{-1}$ existe uma banda característica de ligações Si – O na lamela. Em 790 cm^{-1} são observadas as vibrações de SiO-Si. A banda em 520 cm^{-1} refere-se à vibração de Si-O-Al, onde Al é um cátion octaédrico (Karimi e Salem, 2011).

No espectro de infravermelho da alumina (Figura 12-c), pode-se perceber uma pequena banda na região de 3.500 cm^{-1} que pode ser atribuída à deformação axial de grupos – OH. A banda que aparece na região de $1000\text{ - }1100\text{ cm}^{-1}$ está atribuída a flexão simétrica do grupo Al-O-H. Na região entre $620\text{ e }400\text{ cm}^{-1}$ surgem bandas características de alumina octaédrica (AlO_6). Onde a banda entre $500\text{ a }400\text{ cm}^{-1}$, corresponde às vibrações dos grupos octaédricos (AlO_6) da fase α -alumina e o pico em 620 cm^{-1} pode estar relacionada ao alongamento do grupo (AlO_6) (Boumazza et al., 2009; Cunha et al., 2014; Hernández e González, 2002)

4.1.5 Comportamento Térmico (TGA)

A Figura 13 apresenta as curvas de análise termogravimétrica (TGA) e sua derivada (DTG), do resíduo de vidro (a), da bentonita (b) e da alumina (c), e da espuma de poliuretano (d), respectivamente.



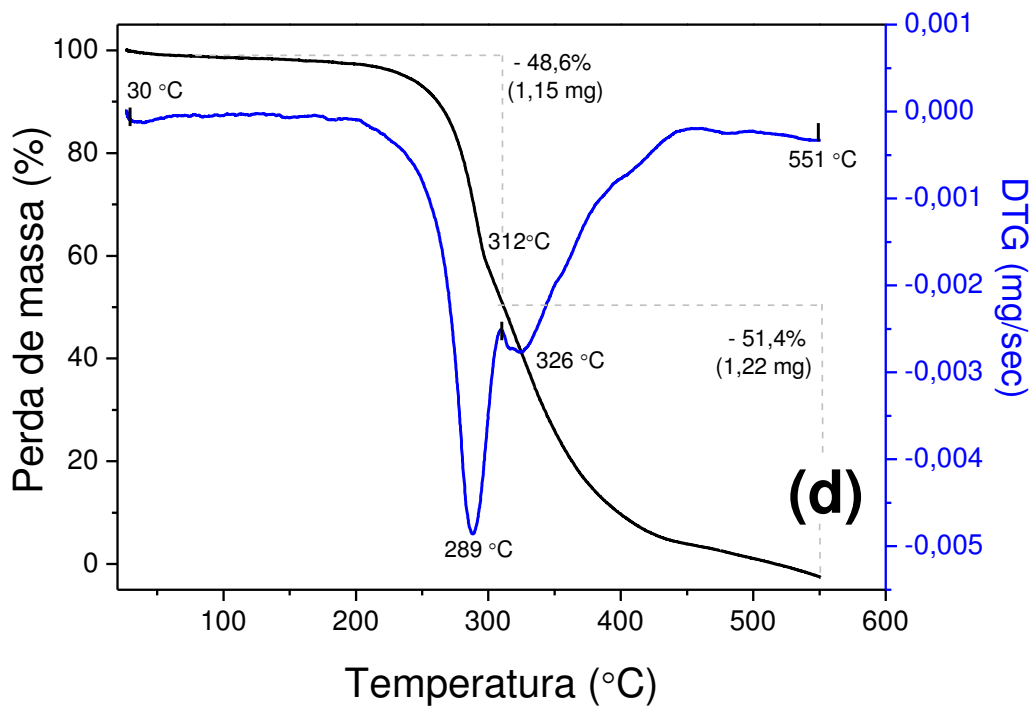
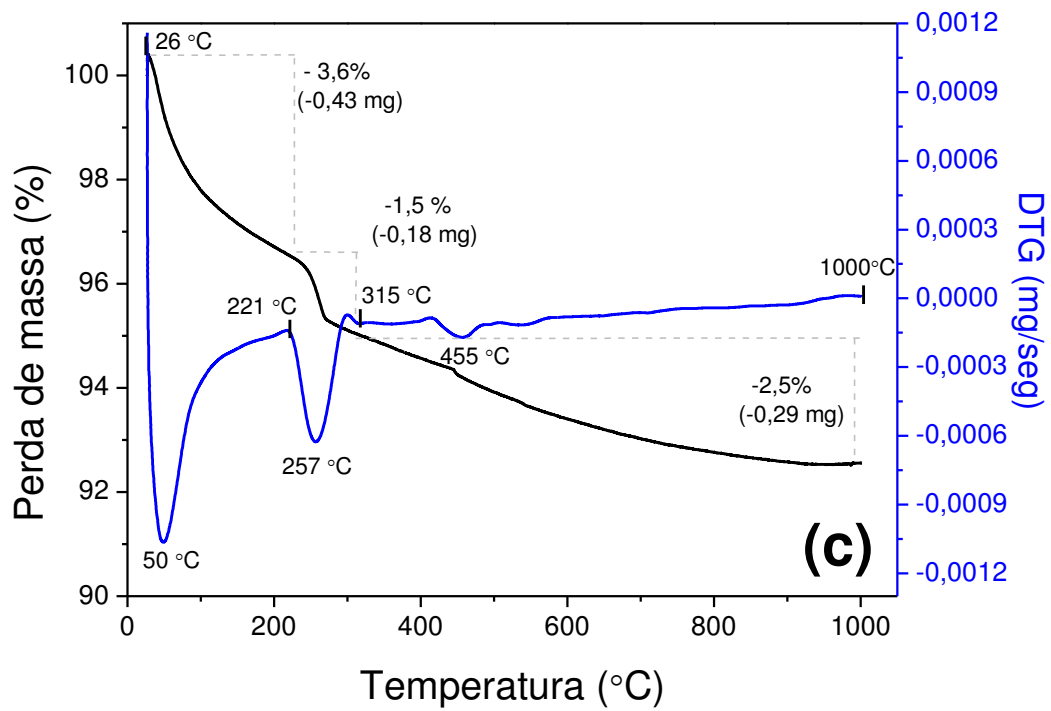


Figura 13- Curva termogravimétrica (TGA) e sua derivada (DTG), do resíduo de vidro (a) da bentonita (b), da alumina (c) e da espuma de poliuretano (d), obtidas com razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹ em atmosfera de nitrogênio (Elaborada pela autora, 2019).

Verifica-se na Figura 13-a que o resíduo de vidro não apresentou variação de massa durante o aquecimento. O que já era esperado, visto que o vidro não perde massa e é por isso que ele pode ser infinitamente reciclado.

A curva TGA/DTG obtida a partir da bentonita (Figura 13-b) apresenta que a perda de massa ocorre em três etapas. Na primeira etapa, a perda de massa foi de 11,9% e ocorreu na faixa de temperatura entre 25 °C e 179 °C. Esta perda está associada à eliminação da água entre camadas (água livre) que geralmente ocorre em temperaturas abaixo de 200 °C. Na segunda etapa a perda de massa é de 4,8%, ocorrendo entre as temperaturas de 179 °C e 566 °C. Esta segunda etapa pode ser atribuída à perda de grupos hidroxilas da estrutura dos argilominerais e a eliminação da matéria orgânica (Kok, 2002). O terceiro estágio ocorre entre 566°C e 1000 °C, com uma perda de 1,7%. A perda de massa total da bentonita foi de 18,4%.

A partir das curvas de TGA/DTA da alumina (Figura 13-c), verifica-se três etapas de perda de massa. A primeira entre 26 °C a 221 °C, com aproximadamente 3,6% de perda ocasionada pela eliminação de água. Entre 221 °C e 315 °C houve perda de massa 1,5% devido à decomposição do hidróxido de alumínio, formando óxido de alumínio (Al_2O_3). Segundo Cunha et al. (2014) o hidróxido de alumínio se decompõe em alumina entre 200 - 250 °C. A terceira etapa ocorreu entre 315 °C até 1000 °C, com 2,5% de perda. A perda total da alumina foi de 7,6%.

A espuma de poliuretano apresentou perda de massa de 100% e sua degradação ocorreu em duas etapas (Figura 13-d). A primeira ocorrendo na faixa de temperatura entre 30 °C e 312 °C com perda de massa de 48,6%; e a segunda ocorreu entre 312 °C e 551 °C com perda de massa de 51,4%. Esses valores de perda de massa estão associados aos produtos de decomposição CO_2 , CO , NH_3 e isocianetos (Herrera et al., 2001; Triches et al., 2005). Assim, é necessário que nesta faixa de degradação do poliuretano a taxa de aquecimento seja lenta para garantir a total volatilização da espuma, sem danificar a estrutura da espuma cerâmica.

4.2 CARACTERIZAÇÃO DAS ESPUMAS

4.2.1 Caracterização Morfológica

4.2.1.1. Aspectos Macroscópicos

A Figura 14 apresenta as imagens das espumas preparadas com 30%, 35% e 40% em peso de resíduo de vidro e sem a adição de alumina (EVC 30-A0, EVC 35-A0 e EVC 40-A0).

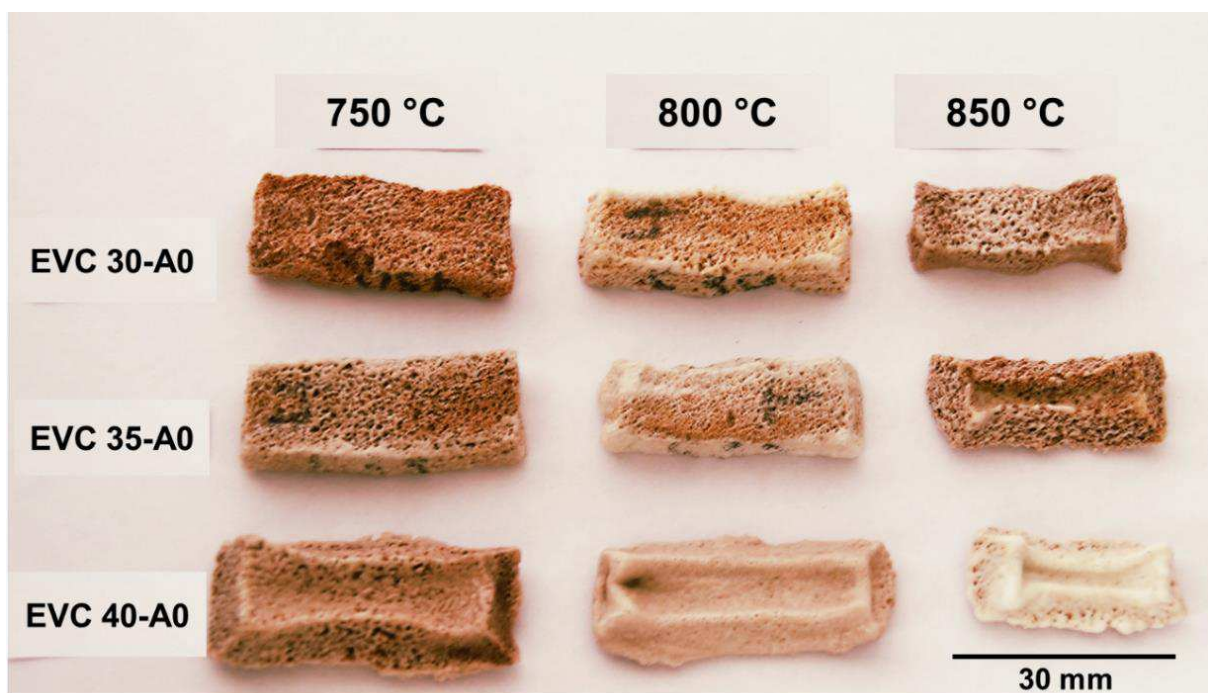


Figura 14 - Imagens das espumas EVC 30-A0, EVC 35-A0 e EVC 40-A0, preparadas sem alumina (Elaborada pela autora, 2020).

Observa-se que as espumas preparadas com 40% em peso de resíduo de vidro (EVC 40-A0) apresenta cor mais clara, uma estrutura mais densa (poucos poros abertos) e superfície enrugada. Esses efeitos foram intensificados com o aumento da temperatura de sinterização. Todas as espumas sinterizadas a 850 °C também apresentaram superfície enrugada e uma estrutura mais densa.

Nota-se, que o aumento da temperatura de sinterização causou uma retração significativa das amostras. Também é possível observar, que apenas as espumas EVC 30-A0 e EVC 35-A0 sinterizadas a 750 °C e 800 °C reproduziram fielmente a

estrutura da esponja de poliuretano; no entanto, nas amostras sinterizadas a 800 °C nota-se a formação de uma camada vítrea ao longo das bordas/laterais.

Dessa forma, as experiências com a adição de alumina e as caracterizações, não foram realizadas para as espumas preparadas com 40% em peso de resíduo de vidro, assim como, para as sinterizadas a 850 °C, visto que, estas não reproduziram com fidelidade a estrutura da matriz polimérica de origem.

A Figura 15 apresenta as imagens das espumas produzidas com a adição de alumina, nas temperaturas de sinterização de 750 °C e 800 °C. É possível observar que a com a adição de alumina as espumas apresentaram aspecto mais poroso e superfície mais regular. Além disso, nota-se que a retração das espumas tende a reduzir com a adição de alumina.

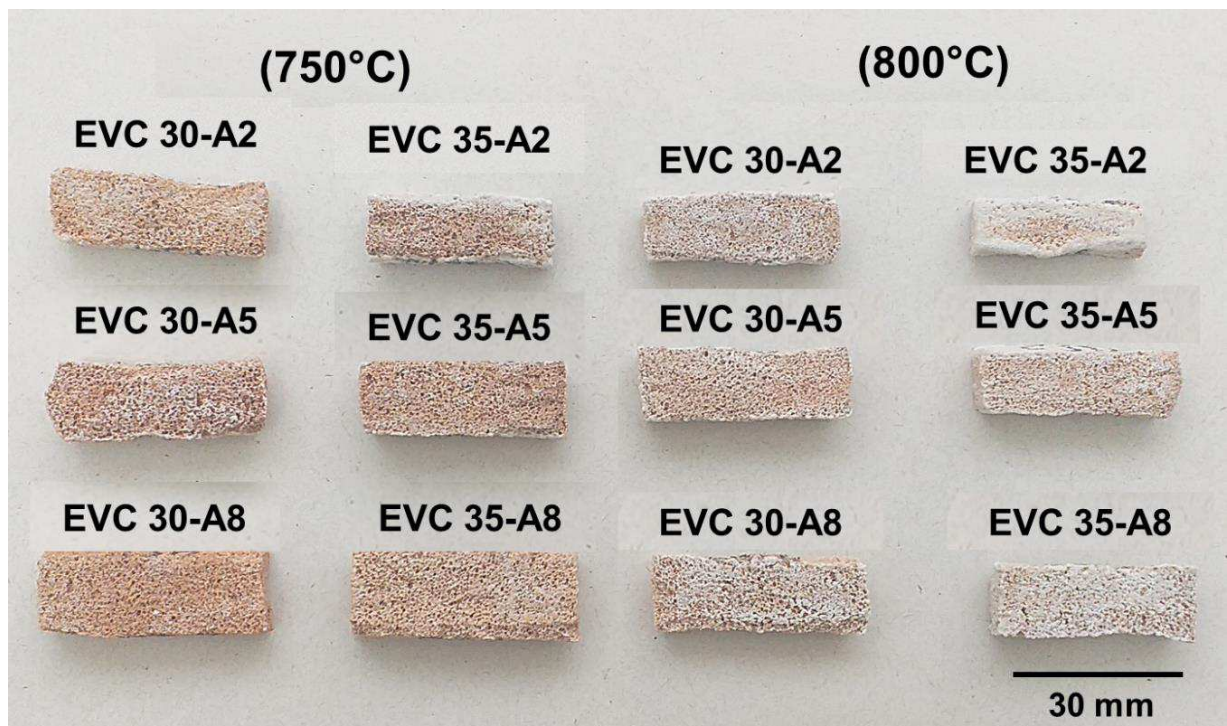


Figura 15 - Imagens das espumas preparadas com a adição de 2% (EVC 30-A2 e EVC 35-A2), 5% (EVC 30-A5 e EVC 35-A5) e 8% em peso (EVC 30-A8 e EVC 35-A8) de alumina (Elaborada pela autora, 2020).

4.2.1.2. Microscopia Ótica

A Figura 16 apresenta as micrografias ópticas adquiridas da superfície das espumas preparadas com 30%, 35% e 40% em peso de resíduo de vidro e sem a adição de alumina (EVC 30-A0, EVC 35-A0 e EVC 40-A0).

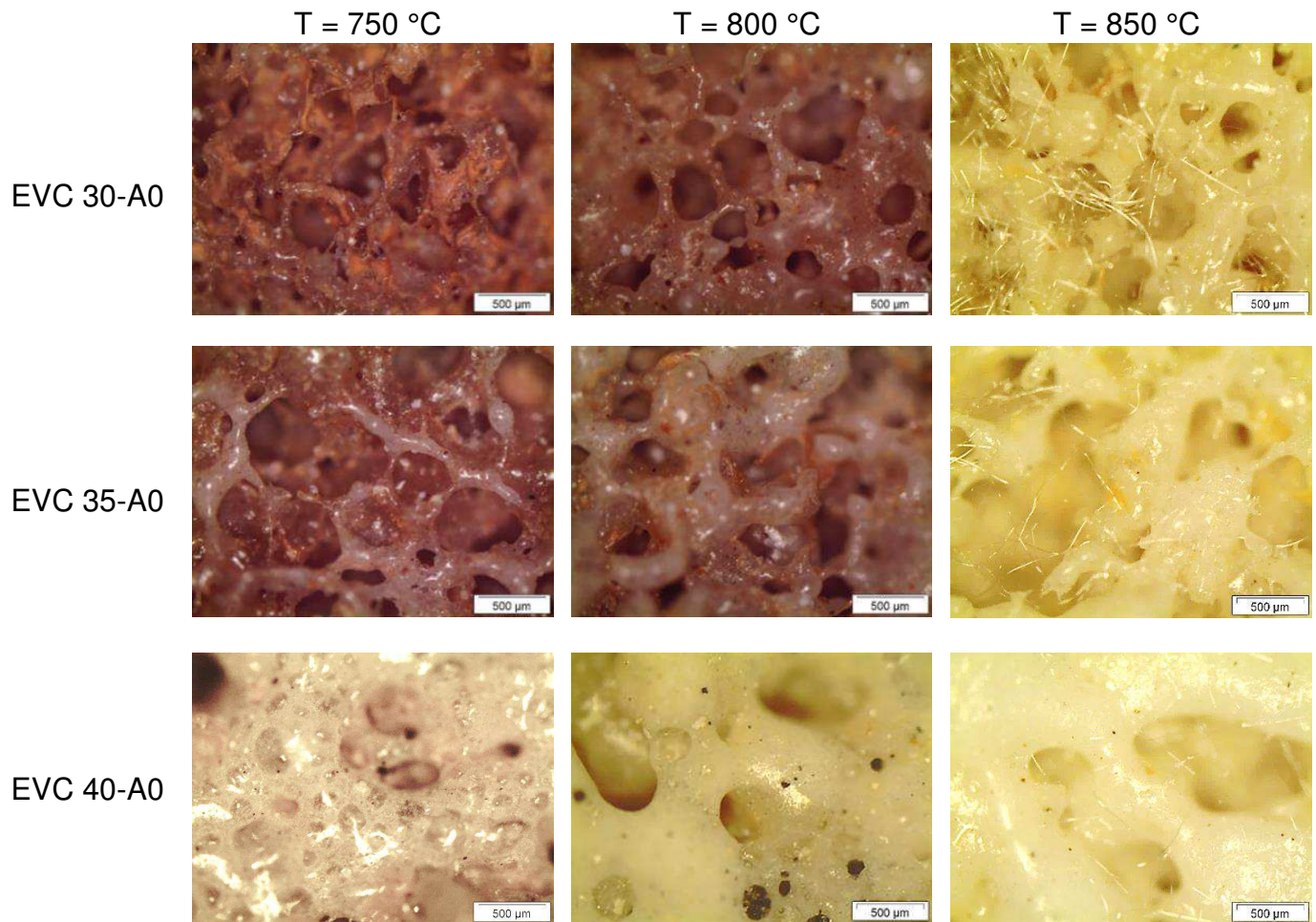


Figura 16 - Micrografia ótica das espumas EVC 30-A0, EVC 35-A0 e EVC 40-A0, produzidas sem alumina (Elaborada pela autora, 2019).

Observa-se uma redução na porosidade com aumento no teor do resíduo de vidro e na temperatura de sinterização. Para uma mesma composição, o aumento da temperatura de sinterização provoca o aumento na quantidade de fase líquida formada durante a sinterização. Desta forma, quanto mais fase líquida presente mais líquido penetra nos canais das espumas, selando seus poros e conseqüentemente aumentando a densidade. Para qualquer temperatura, o fechamento dos poros foi observado com o aumento do teor do resíduo de vidro. Nesse caso, esse comportamento está relacionado ao maior teor de sólido presente na espuma (Tabela 7).

A Figura 17 apresenta as micrografias óticas adquiridas da superfície das espumas produzidas com a adição de alumina.

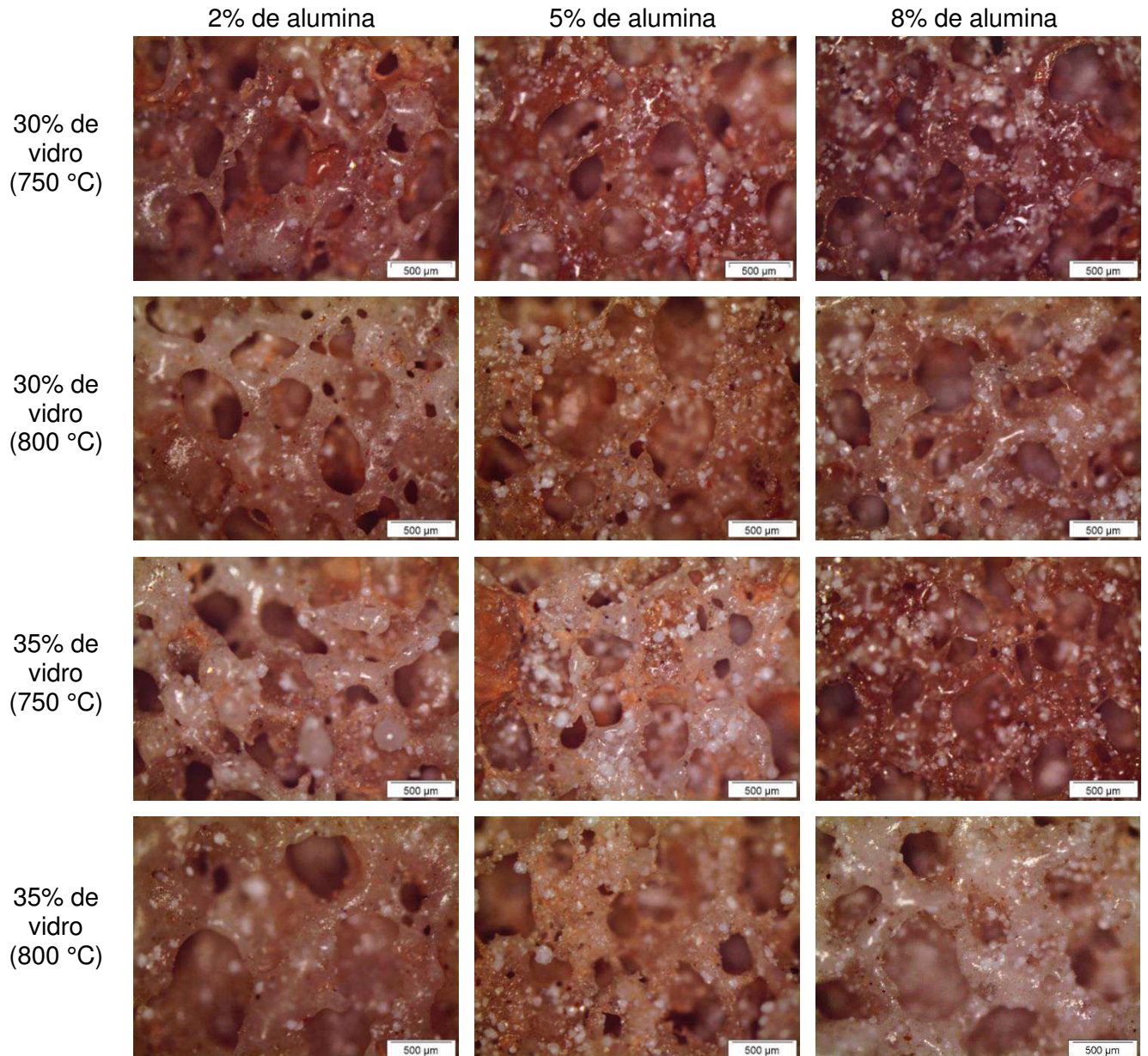


Figura 17 - Micrografia ótica (aumento de 50X) das espumas preparadas com a adição de 2%, 5% e 8% em peso de alumina e sinterizadas a 750 °C e 800 °C (Elaborada pela autora, 2019).

Nota-se que conforme se aumenta o teor de alumina a parede celular das espumas ficam mais densas e bem definidas. Nota-se, a presença de partículas brancas em meio aos filamentos das espumas, que podem ser atribuídas às partículas da alumina utilizada. De fato, a alumina apresentou a maior fração de partículas com diâmetros acima de 20µm e diâmetro médio (53,41µm) bem acima do da bentonita e do vidro residual (veja a Figura 10 e a Tabela 10).

Além disso, as temperaturas de sinterização utilizadas não foram suficientes para promover a fusão da alumina, pois esta apresenta um alto ponto de fusão

(≈ 2072 °C) (Milani et al., 2020). Durante a etapa de beneficiamento das matérias-primas, a alumina só foi beneficiada em peneira de abertura de $74 \mu\text{m}$; assim, a inclusão do processo de moagem para esta matéria-prima, antes da peneiração, é uma alternativa para reduzir o diâmetro médio de partículas e consequentemente, melhorar a sinterização das espumas.

4.2.2 Difração de Raios-X

A Figura 18 apresenta os difratogramas de DRX do resíduo de vidro e das espumas vitrocerâmicas, EVC 30-A0 e EVC 35-A0, sinterizadas a 750 °C e 800 °C.

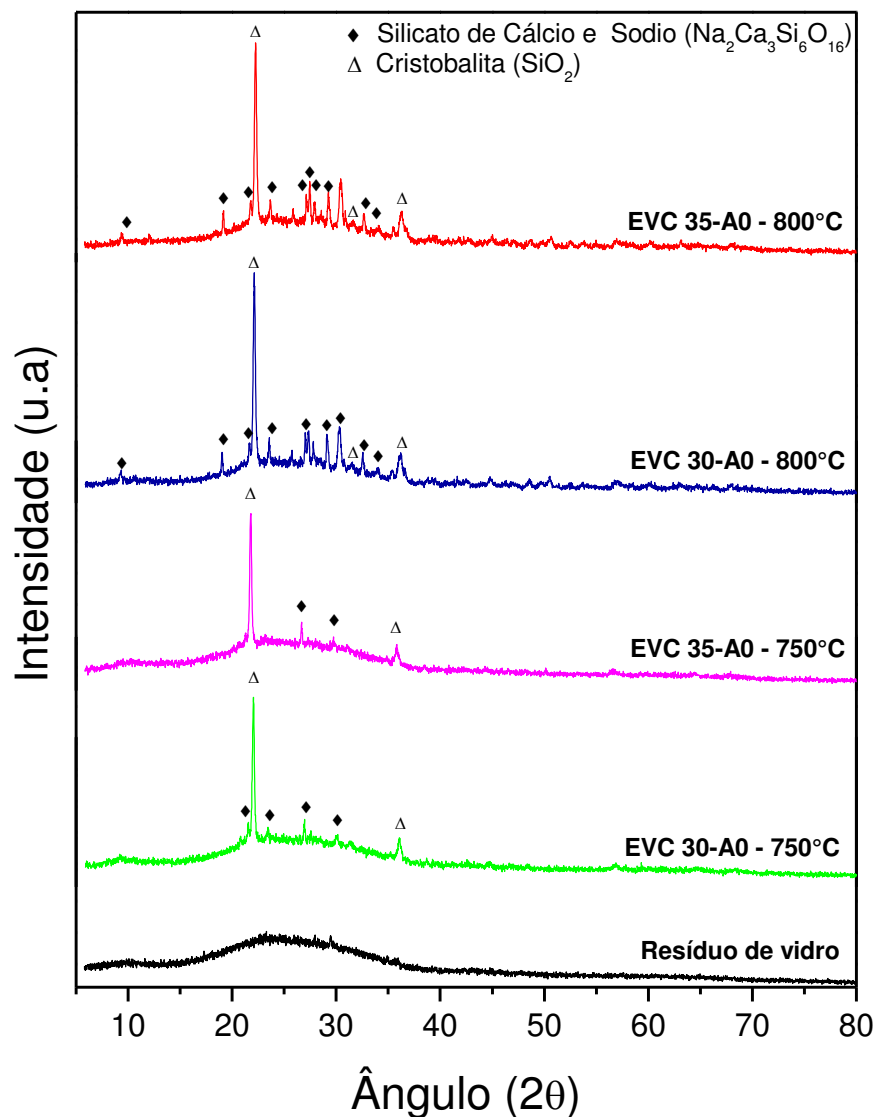


Figura 18 - Difratogramas de DRX do resíduo de vidro e das espumas vitrocerâmicas EVC 30-A0 e EVC 35-A0, produzidas sem a adição de alumina e sinterizadas a 750 °C e 800 °C (Elaborada pela autora, 2020).

O difratograma do vidro, apresenta apenas um amplo pico (banda) entre 14° e 40° (2θ) característico de vidros à base de sílica. Esta banda é proveniente de pequenas organizações cristalográficas a curto alcance devido à elevada presença de sílica, como mostrou a análise química presente na Tabela 9. A ausência de picos cristalinos é a principal característica dos materiais vítreos (Molla et al., 2017; Moulton et al., 2018, 2019; Silva et al., 2019).

No difratograma das espumas vitrocerâmicas ainda é possível observar a presença da banda amorfa do resíduo vítreo, no entanto, em meio a esta banda amorfa surgem picos acentuados atribuídos às fases cristalinas silicato de cálcio e sódio (devitrite) (PDF 00-023-0671) e cristobalita (PDF 00-039-1425). Este resultado indica que as espumas obtidas são vitrocerâmicas.

As Figura 19 Figura 20 apresentam os difratogramas de DRX das espumas preparadas com a adição de 2%, 5% e 8% em peso de alumina, sinterizadas a 750 °C e 800 °C, respectivamente.

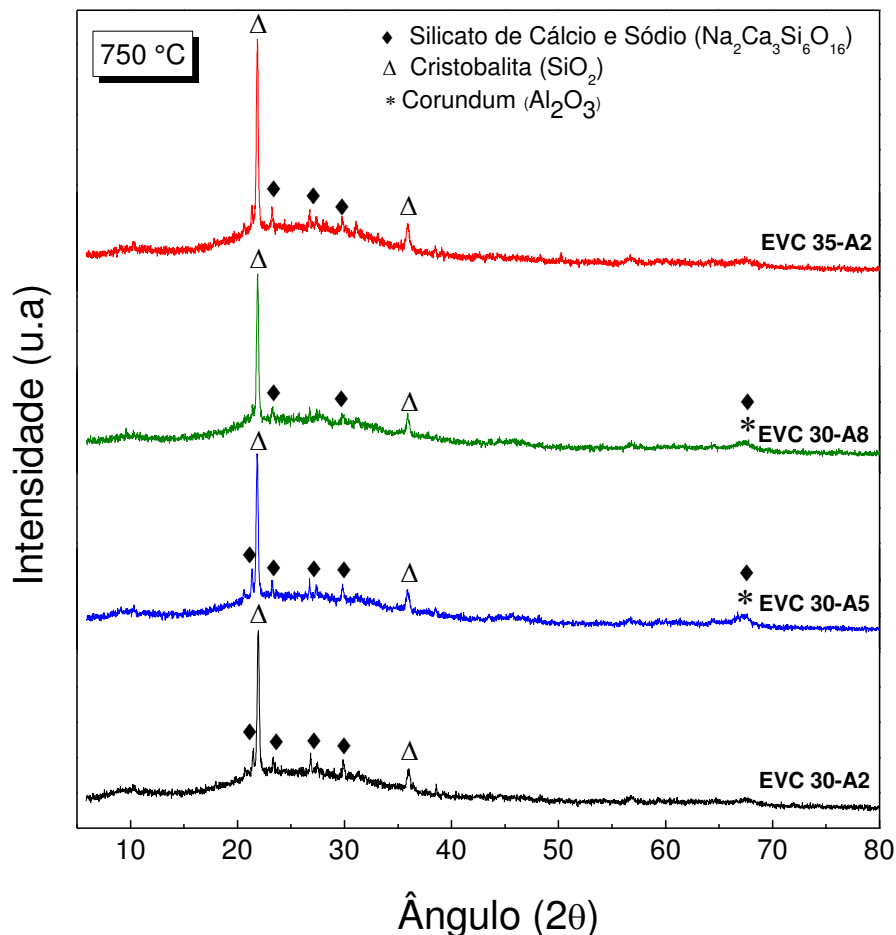


Figura 19 - Difratogramas de DRX das espumas vitrocerâmicas EVC 30-A2, EVC 30-A5, EVC 30-A8 e EVC 35-A2, sinterizadas a 750 °C (Elaborada pela autora, 2020).

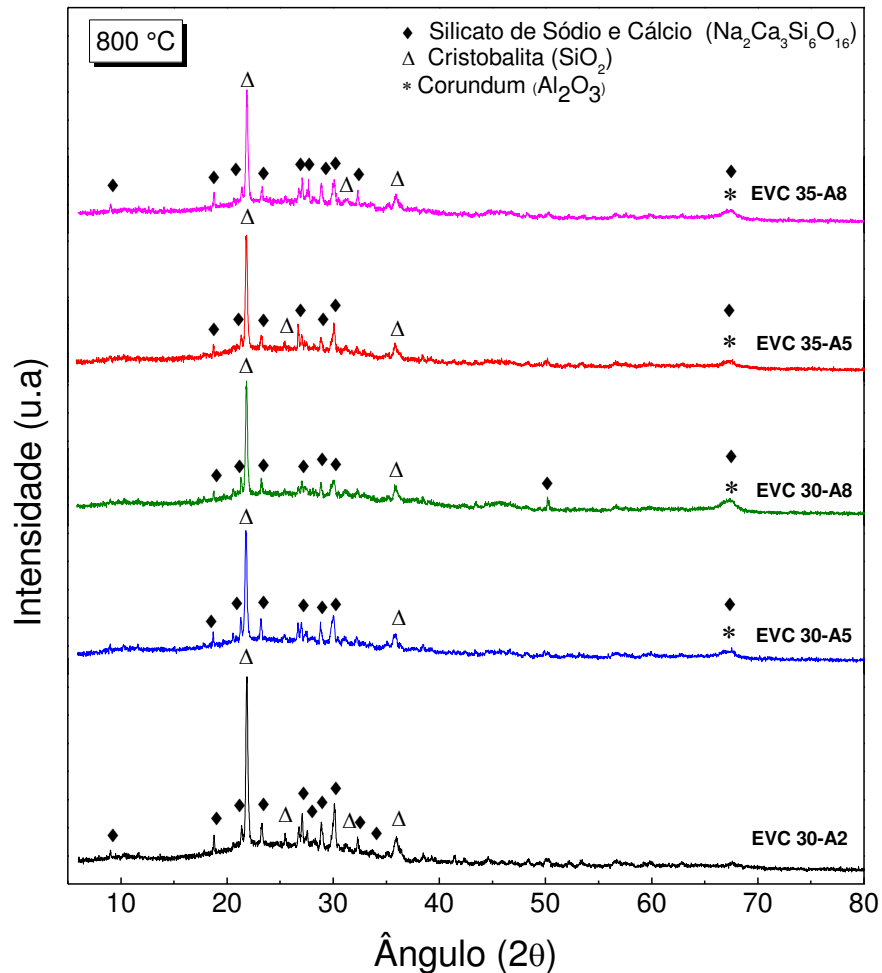


Figura 20 - Difratomogramas de DRX das espumas vitrocerâmicas EVC 30-A2, EVC 30-A5, EVC 30-A8, EVC 35-A5 e EVC 35-A8, sinterizadas a 800 °C (Elaborada pela autora, 2020).

Os difratogramas obtidos das espumas produzidas com a adição de alumina (Figura 19 e Figura 20) são bem semelhantes aos das espumas produzidas sem adição de alumina (Figura 18), onde também é possível observar indícios da banda amorfa do vidro e a presença das fases silicato de sódio e cálcio - $\text{Na}_2\text{Ca}_3\text{Si}_6\text{O}_{16}$ (devitrite) (PDF 00-023-0671) e cristobalita - Si_2O_3 (PDF 00-039-1425). No entanto, nas amostras sinterizadas a 800 °C nota-se uma leve redução do alo amorfo (banda entre 14° e 40°) com a adição de alumina.

A fase cristalina devitrita é uma das principais fases que se desenvolvem nos vidros de sílica soda-cal quando submetidos a tratamento térmico (Kahlenberg et al., 2010; Knowles e Thompson, 2014; Li et al., 2012). Já a cristobalita é uma fase polimórfica bem conhecida do quartzo que também é bem comum em vidros sódico-cálcicos após a desvitrificação. Os significativos teores de CaO (12,9%) presente no resíduo de vidro utilizado como matéria-prima (ver Tabela 9) podem ter favorecido a

cristalização das espumas, já que este, óxido atua como facilitador da desvitrificação (Taurino et al., 2014).

Também foram observadas em todas as espumas preparadas com 5% e 8% de alumina, um pico a $67,3^\circ$ (2θ), associado à presença da fase cristalina coríndon - $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (PDF 00-046-1212), que foi a principal fase cristalina presente na alumina utilizada (Figura 11-c).

De modo geral, O DRX das amostras com 30% e 35% de resíduo de vidro são muito semelhantes, o que indica que o teor de vidro tem pouca influência no tipo e quantidade de fase cristalina formada. O aumento da temperatura de sinterização de 750°C para 800°C causou a intensificação dos picos e o aparecimento de novas fases.

4.2.3 Propriedades Físico-mecânicas

4.2.3.1. Perda ao Fogo, Retração Linear e Absorção de Água

A Figura 21 apresenta os resultados com as medias obtidas da retração linear nas espumas vitrocerâmicas em função da adição de alumina.

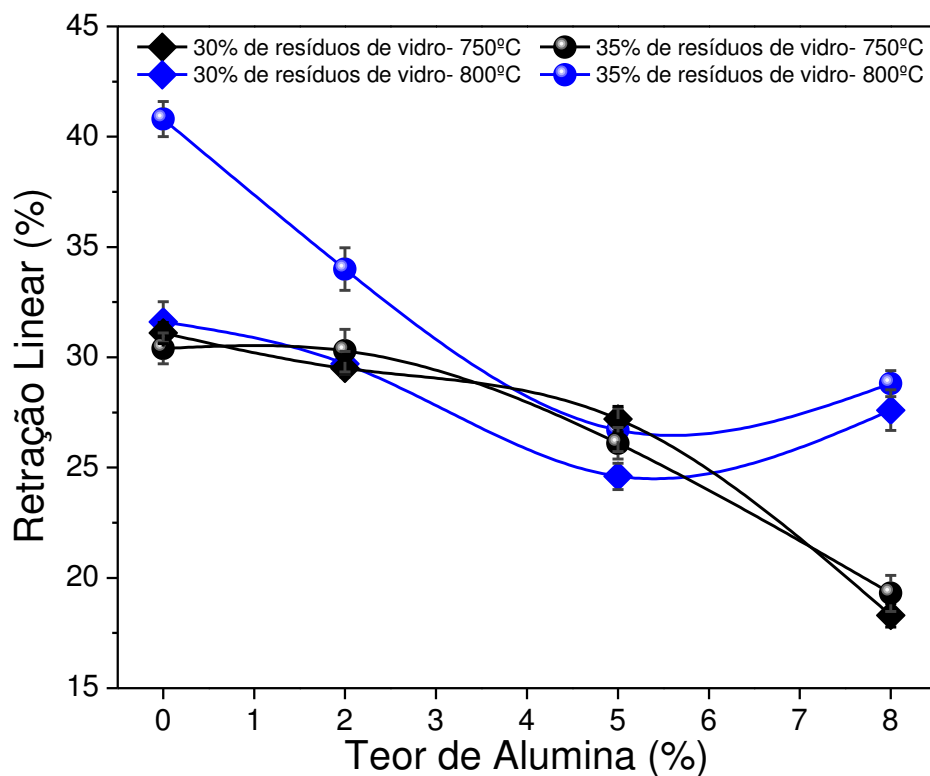


Figura 21 - Retração Linear das espumas vitrocerâmicas em função da adição de alumina (Elaborada pela autora, 2020).

De modo geral, a retração linear tende a decrescer à medida que se adiciona alumina; este comportamento corrobora com o resultado da análise visual das espumas (Figura 15). No entanto, a maioria das espumas vitrocerâmicas apresentaram valores de retração linear bem próximos.

As diferenças mais significativas foram observadas nas espumas EVC 35-A0 e EVC 35-A2, sinterizadas a 800 °C, que apresentaram os maiores valores de retração, com 40,8% e 34% de retração, respectivamente. Para espumas de vitrocerâmicas sinterizadas a 750 °C, a adição de 8% de alumina também causou uma redução significativa na retração linear; os valores diminuíram 41% e 37,5% em comparação com as amostras preparadas sem alumina (EVC 30-A0 e EVC 35-A0).

As Figuras 22 e 23 apresentam os resultados com as médias obtidas da perda de massa ao fogo e absorção de água das espumas vitrocerâmicas em função da adição de alumina.

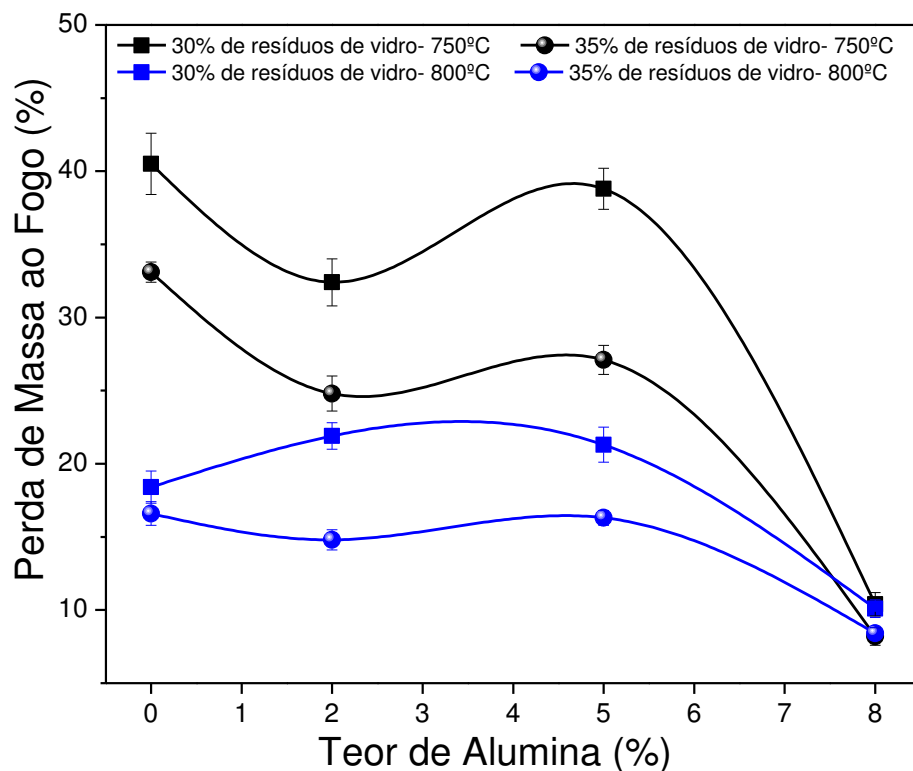


Figura 22 - Perda de massa ao fogo das espumas vitrocerâmicas em função da adição de alumina (Elaborada pela autora, 2020).

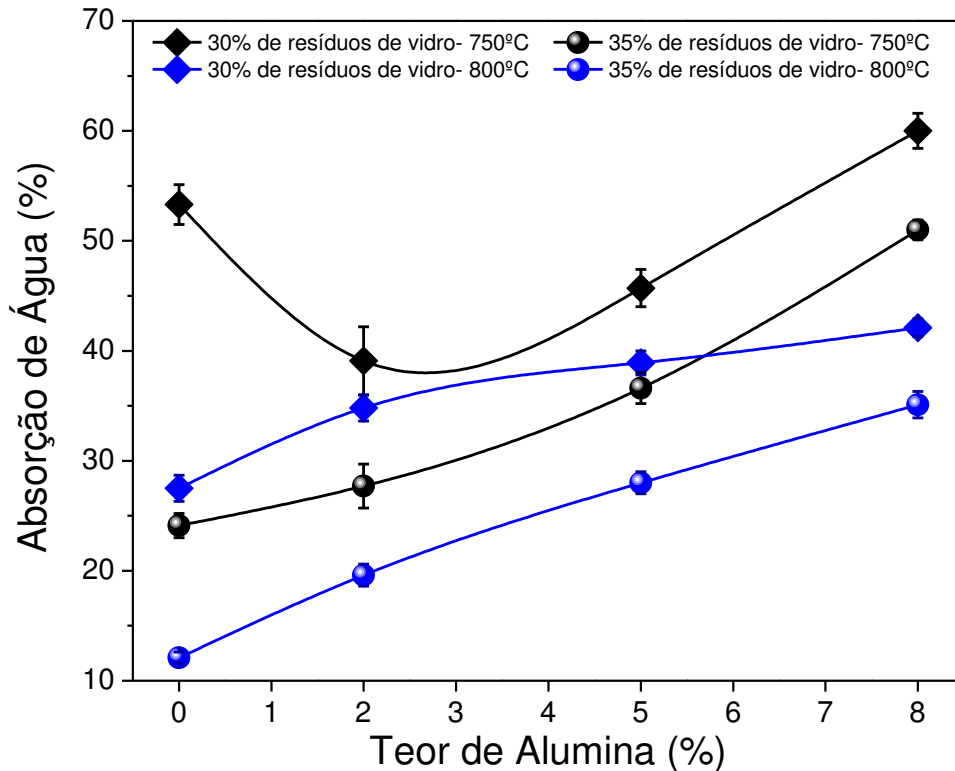


Figura 23 – Absorção de água das espumas vitrocerâmicas em função da adição de alumina (Elaborada pela autora, 2020).

Observa-se um decréscimo na perda de massa ao fogo (Figura 22) conforme o aumento da temperatura de sinterização e do teor de alumina e de vidro. A absorção de água (Figura 23), por outro lado, aumenta com a adição de alumina, o que indica um provável aumento na porosidade. O aumento da temperatura de sinterização de 750 °C para 800 °C provocou uma redução na absorção de água.

4.2.3.2. Porosidade, Densidade e Diâmetro Médio dos Poros

A Figura 24 apresenta os resultados com as medias obtidas da porosidade das espumas em função da adição de alumina.

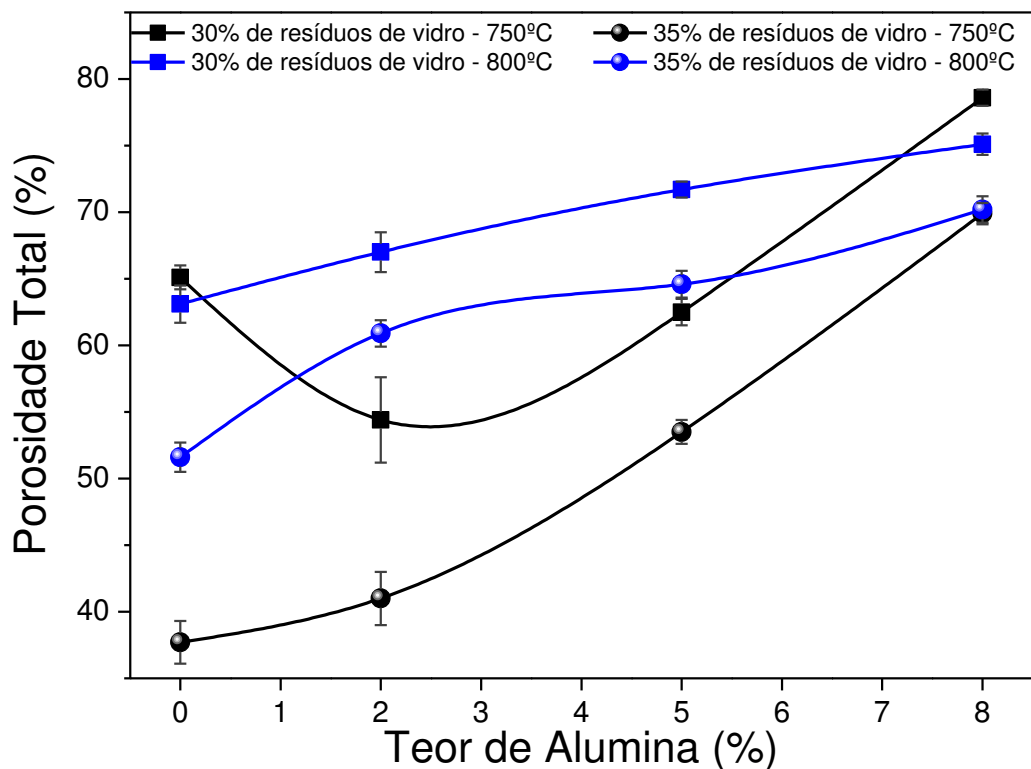


Figura 24 - Porosidade total das espumas vitrocerâmicas em função da adição de alumina (Elaborada pela autora, 2020).

Observa-se que a porosidade aumentou progressivamente com o aumento do teor de alumina. Por outro lado, o aumento da temperatura de sinterização e do teor de vidro, provocou uma queda na porosidade. As espumas vitrocerâmicas comerciais mostram valores de porosidade na faixa de 80 a 95% (Tabela 2) (Scheffler e Colombo, 2006). Nesta pesquisa, a porosidade máxima (84,6%) foi obtida para a espuma EVC 30-A8, seguida por EVC 30-A0 (81,5%), ambas sinterizadas a 750 °C. As demais composições, apresentaram valores de porosidade um pouco abaixo dos apresentados pelas espumas comerciais.

A Figura 25 apresenta os resultados com as médias obtidas da porosidade aberta e porosidade fechada das espumas. As espumas preparadas com 30% de resíduo de vidro (EVC 30-A0, EVC 30-A2, EVC 30-A5 e EVC 30-A8) apresentaram valores mais altos de porosidade aberta e valores mais baixos de porosidade fechada em comparação com as com 35% de vidro (EVC 35-A0, EVC 35-A2, EVC 35-A5 e EVC 35-A8).

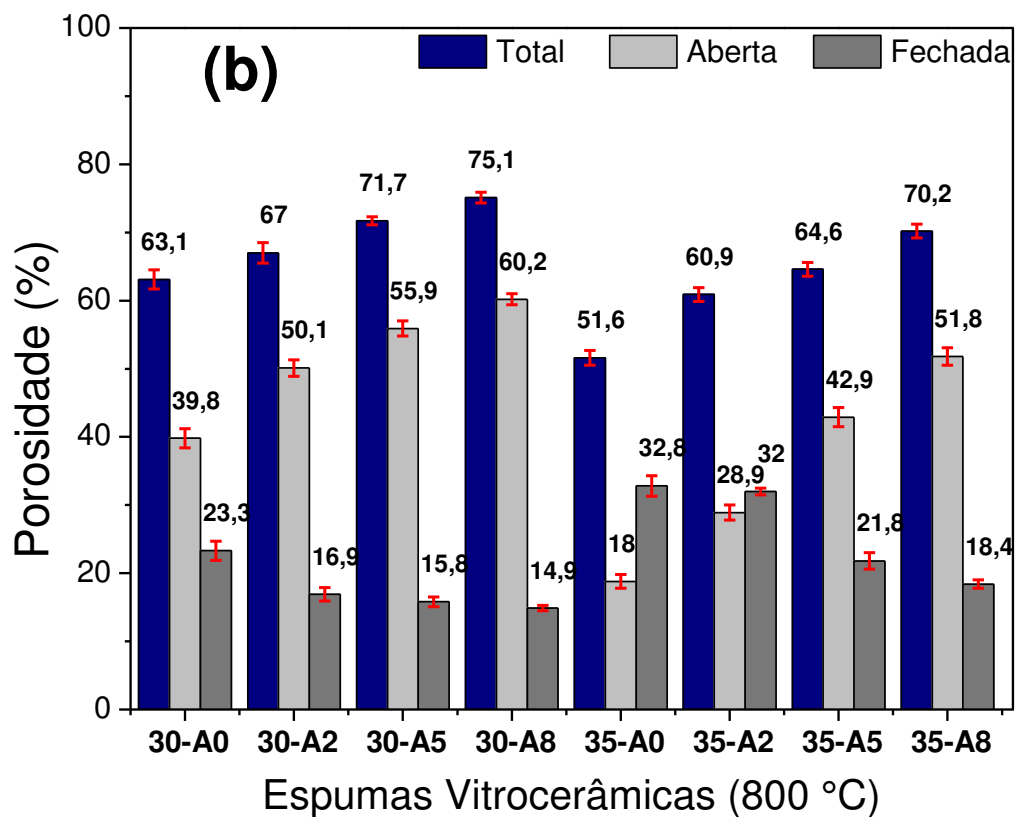
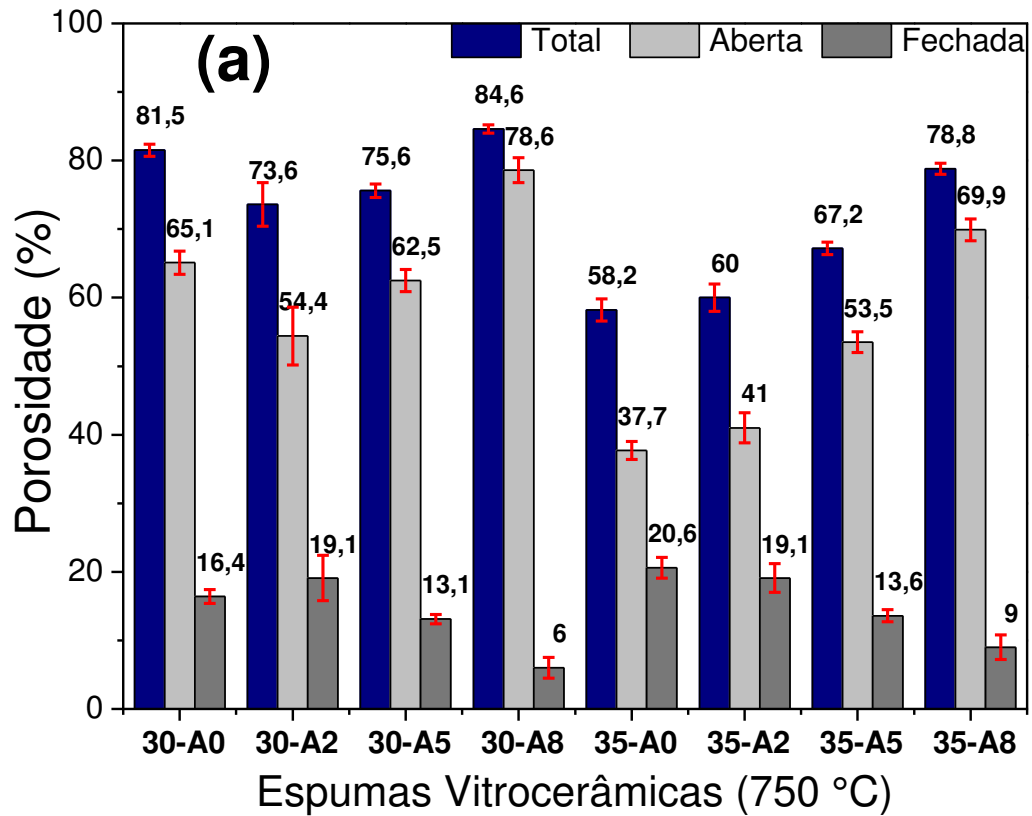
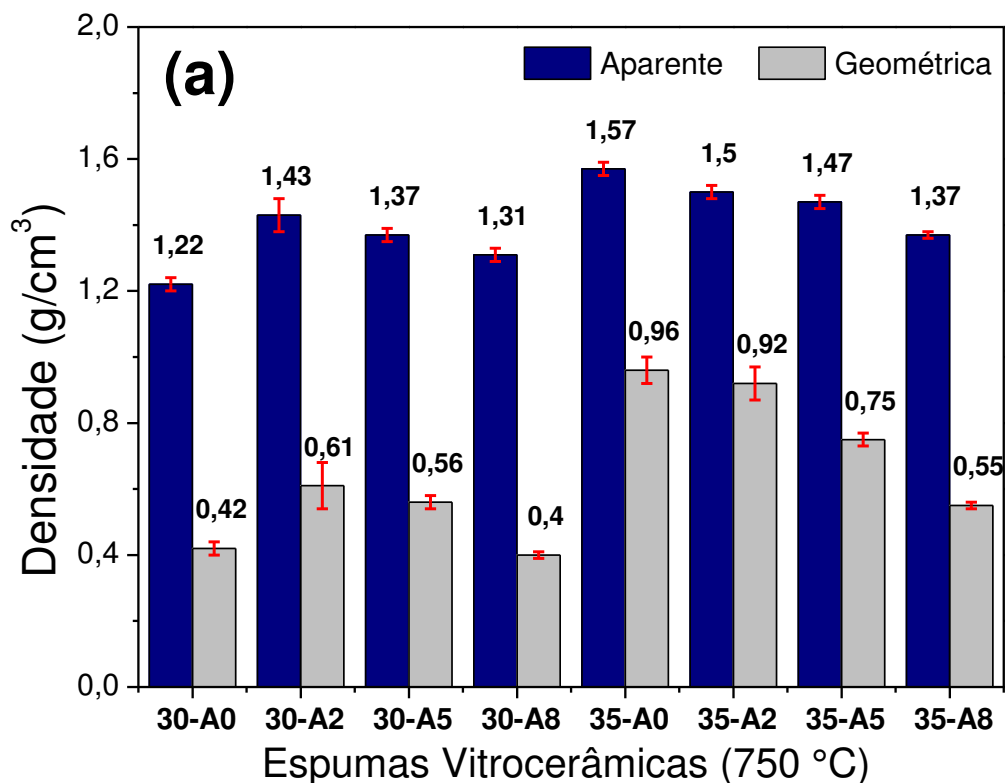


Figura 25 - Porosidade total, porosidade aberta e a porosidade fechada das espumas vitrocerâmicas, sinterizadas a 750 °C (a) e a 800 °C (b) (Elaborada pela autora, 2020).

A adição de alumina causou um aumento progressivo e significativo da porosidade aberta, o que pode ser explicado pelo fato de a alumina ter um alto ponto de fusão (~ 2072 °C) em comparação com outras matérias-primas, o que contribui para no controle da viscosidade durante a processo de sinterização, levando a uma redução na quantidade de fase líquida. O excesso de fase líquida tende a encher os poros, o que causa maior densificação e, conseqüentemente, redução da porosidade (German et al., 2009; Milani et al., 2020). Além disso, a suspensão de cerâmica que é mais viscosa e concentrada devido ao aumento da carga sólida (Tabela 8) tem uma baixa capacidade de penetrar na esponja de PU para preencher os vazios. À medida que a porosidade aberta aumenta, a porosidade fechada e a densidade das espumas vitrocerâmicas (Figura 26) diminuem, conforme o esperado.

A Figura 26 apresenta os resultados com as medias obtidas da densidade aparente e densidade geométrica das espumas produzidas.



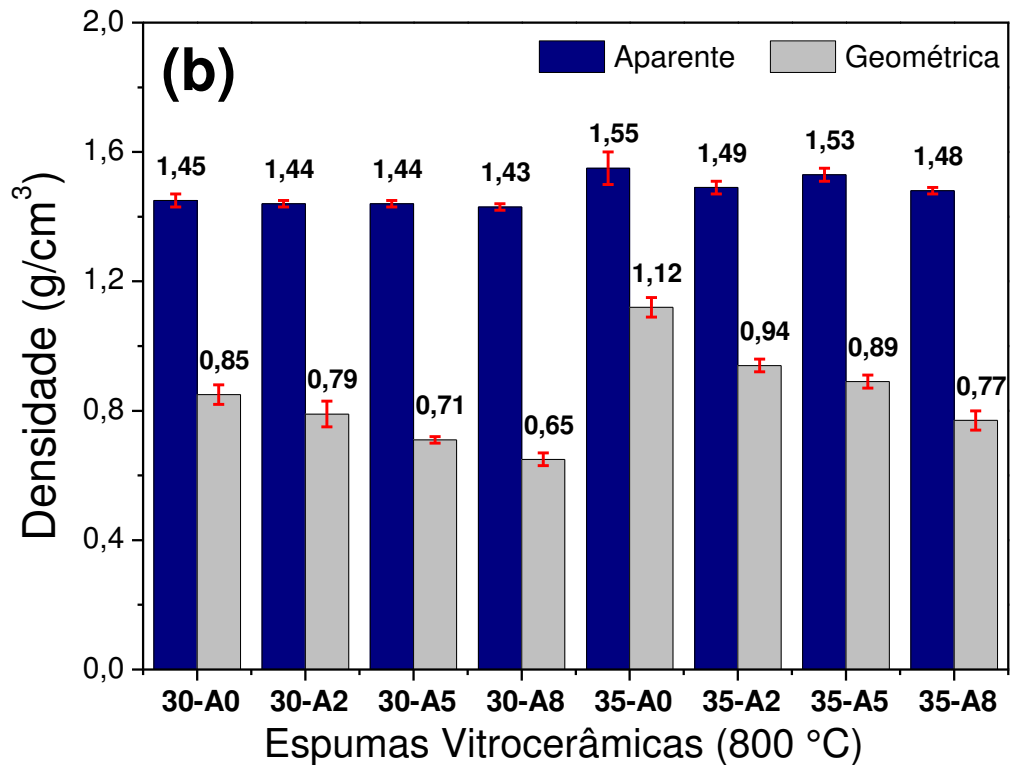


Figura 26 – Densidade aparente e densidade geométrica das espumas vitrocerâmicas, sinterizadas a 750 °C (a) e a 800 °C (b) (Elaborada pela autora, 2020).

A densidade aparente está diretamente ligada a porosidade aparente, assim, quanto maior o valor de porosidade menores os valores de densidade. À medida que a porosidade aberta aumenta, a porosidade fechada e as densidades geométricas e aparentes das espumas vitrocerâmicas diminuem, conforme o esperado. Além disso, o acréscimo da temperatura de sinterização ocasionou um aumento nas densidades aparente e geométrica, devido à maior densificação das paredes da espuma vitrocerâmica durante a sinterização.

A Figura 27 apresenta os diâmetros médios de poros das espumas produzidas em função da adição de alumina. Cada dado experimental apresentado na Figura 27 corresponde aos dados médios calculados a partir de três micrografias ópticas adquiridas para cada composição.

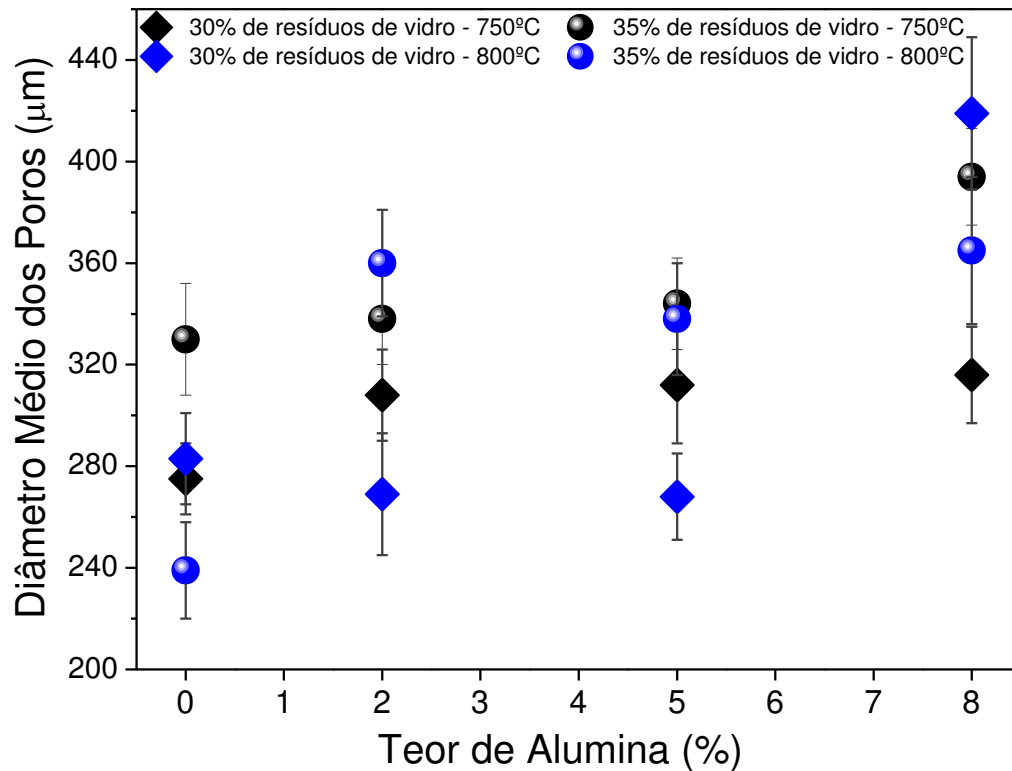


Figura 27 - Diâmetro médio dos poros das espumas vitrocerâmicas, sinterizadas a 750 °C e a 800 °C, em função da adição de alumina (Elaborada pela autora, 2020).

Verifica-se que para as espumas sinterizadas a 750 °C, o diâmetro médio dos poros aumenta com o aumento do teor do resíduo de vidro de 30% para 35% e com a adição de alumina. De maneira geral, as espumas sinterizadas a 800 °C, apresentaram redução no diâmetro médio dos poros com a adição de 2% e 5% de alumina e aumenta com a adição de 8% de alumina.

4.2.3.3. Resistência à Flexão

A Figura 28 apresenta os valores com as medias de tensão máxima a flexão das espumas em função do percentual de alumina. Já a Figura 29 apresenta a comparação da resistência à flexão para todas as espumas vitrocerâmicas em função da porosidade total.

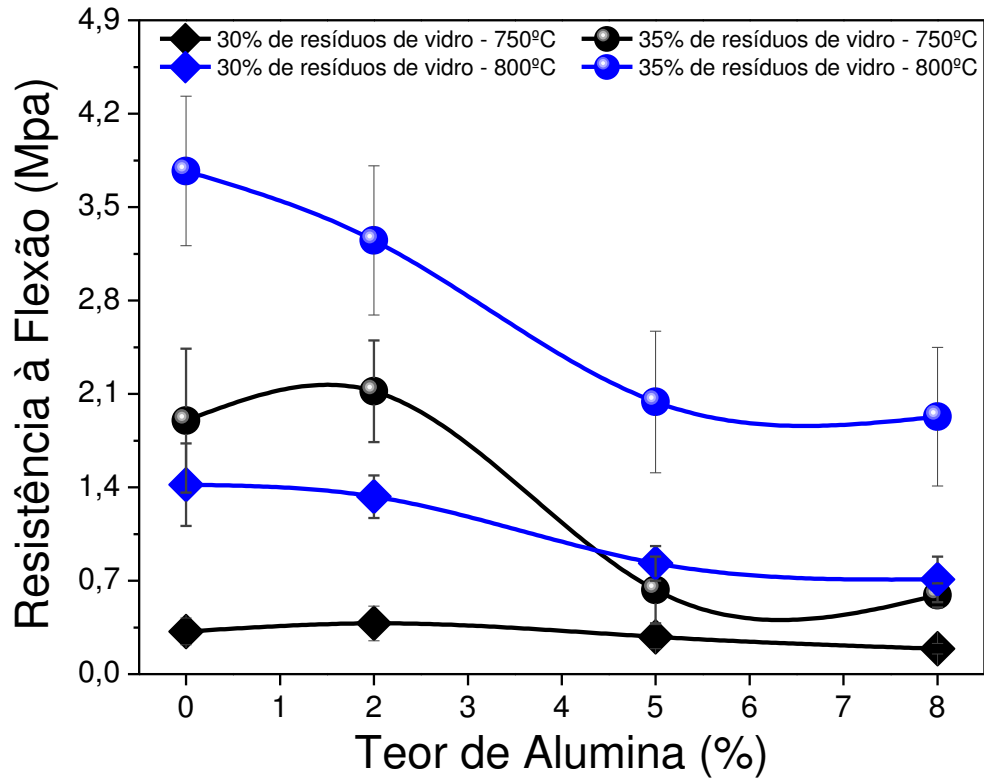


Figura 28 – Resistência a flexão das espumas vitrocerâmicas em função da adição de alumina (Elaborada pela autora, 2020).

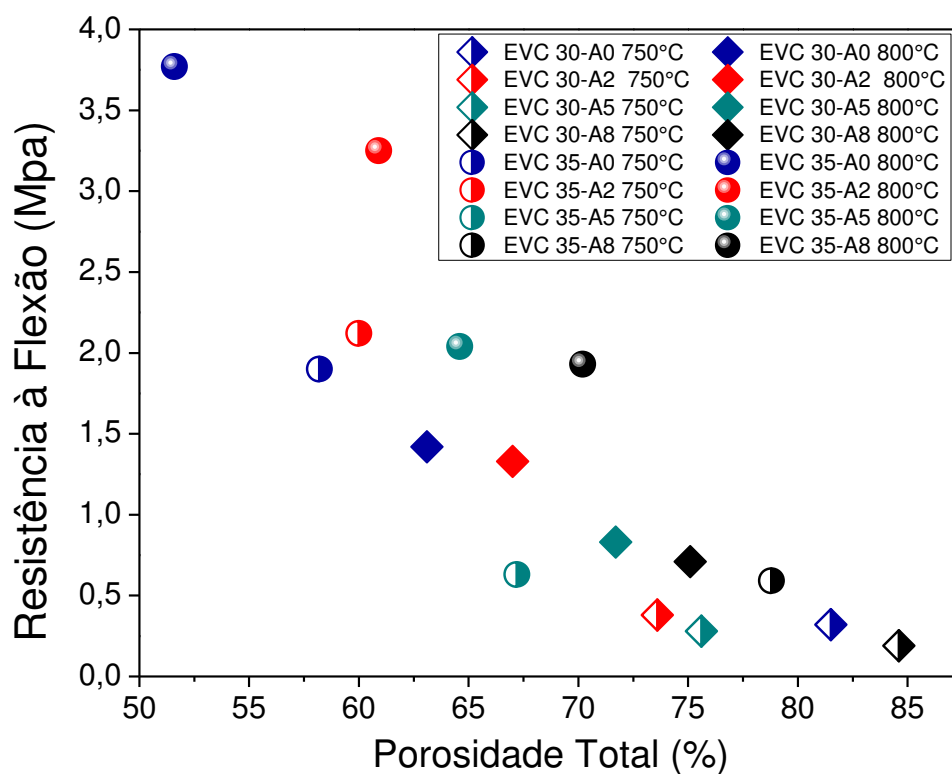


Figura 29- Comparação da resistência à flexão em função da porosidade total para todas as espumas vitrocerâmicas desenvolvidas no presente trabalho (Elaborada pela autora, 2020).

Pode-se perceber um decréscimo na resistência a flexão à medida que se aumenta o teor de alumina. O que era esperado, já que a adição de alumina proporcionou um aumento na porosidade das espumas. Assim, à medida que a porosidade aumenta, a resistência à flexão das espumas diminui (Figura 29). A presença de poros promove redução da área transversal sob ação de esforços mecânicos, além de atuar como concentradores de tensão, provocando a redução da resistência mecânica do material (Brusatin et al., 2004).

Se observa um aumento da resistência mecânica quando a temperatura de sinterização passa de 750 °C para 800 °C. Esse comportamento está relacionado a uma maior formação de fase líquida em uma temperatura mais elevada o que contribui para uma completa densificação das paredes das células.

As espumas preparadas com 35% de resíduo de vidro apresentaram maior resistência à flexão em comparação com as preparadas com 30%. Isso ocorre devido a maior espessura da parede apresentada para as composições com 35% de resíduo de vidro, como pode se observar pelas imagens de microscopia ótica (Figura 16 e Figura 17), a qual oferece um maior volume sólido frente aos esforços mecânicos, favorecendo o aumento da resistência.

De modo geral, as espumas preparadas com 30% de resíduo de vidro, mesmo apresentando valores de resistência a flexão menor quando comparadas com as preparadas com 35%, apresentaram resistência a flexão dentro da faixa dos apresentados pelas espumas comerciais (Scheffler e Colombo, 2006).

A Figura 30 apresenta o comportamento típico de tensão-deformação na flexão das espumas vitrocerâmicas fabricadas.

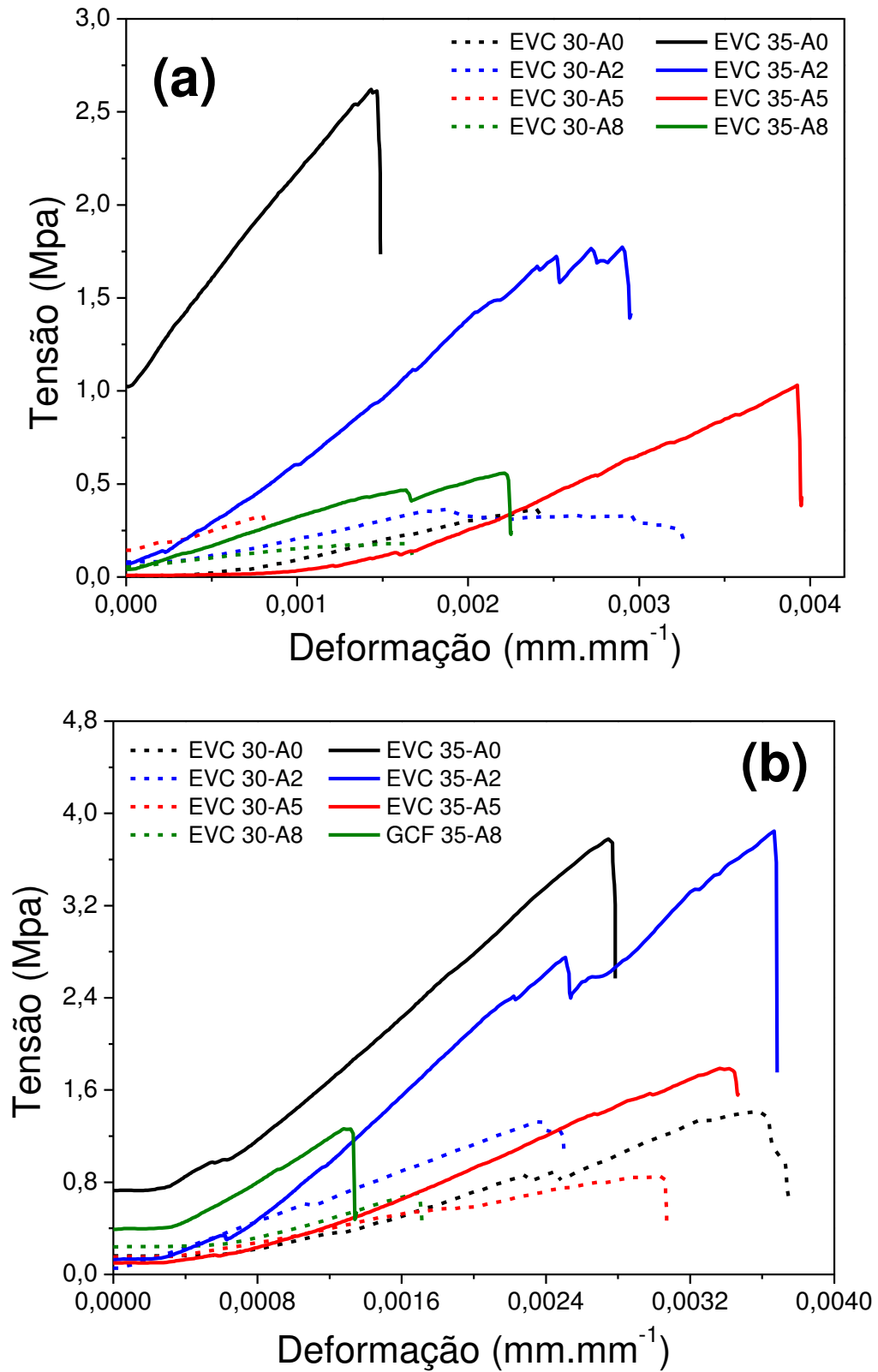


Figura 30 – Curvas típicas de tensão-deformação por flexão das espumas vitrocerâmicas, sinterizadas a 750 °C (a) e a 800 °C (b) (Elaborada pela autora, 2020).

Para as espumas sinterizadas a 750 °C (Figura 30-a), observa-se para as composições com teor de vidro de 35% que o aumento no teor de alumina, até 5%, provocou a redução da tensão, no entanto, houve um aumento na deformação das amostras. Isso pode estar relacionado ao fato da alumina agir como barreira a propagação das trincas, fazendo com que as amostras deformem mais antes da ruptura.

De modo geral, as espumas sinterizadas a 800 °C (Figura 30-b) apresentaram maiores valores de tensão suportada e de deformação, comparadas com as sinterizadas a 750 °C. Esse comportamento ocorre porque as espumas sinterizadas a 750 °C apresentam uma estrutura com suportes finos, o qual se fratura com mais facilidade, requerendo assim um menor valor de tensão aplicada. Além disso, a propagação das trincas também ocorre com mais facilidade, o que leva a valores de deformação menores.

Além da porosidade, composição e temperatura de sinterização, a fase cristalina também pode ter influência na resistência mecânica das espumas. Segundo Taurino et al. (2014), a fase cristobalita, geralmente tende a diminuir a resistência mecânica dos materiais, devido à tendência a formação de trincas ocasionada pela transformação da fase cristobalita α para a forma β . Essa transformação de fase ocorre em torno de 200 °C e é acompanhada de uma grande variação de volume.

Como não foi realizada a quantificação das fases cristalinas presentes nas espumas vitrocerâmicas obtidas, não é possível indicar qual a influência dos teores das fases cristobalita e silicato de sódio e cálcio sobre os valores apresentados de resistência mecânica a flexão.

5 CONCLUSÕES

O desenvolvimento de espumas de espumas vitrocerâmicas a partir de resíduos de vidro de garrafa (sódico-cálcicos), bentonita e alumina foi alcançado com sucesso pelo método de réplica polimérica.

Após a sinterização, as espumas vitrocerâmicas com alto teor de resíduo de vidro (40%) apresentaram cor mais clara, superfície enrugada e menor porosidade; o mesmo ocorreu com as espumas vitrocerâmicas sinterizadas a 850 °C fazendo com que estas não reproduzissem com fidelidade a estrutura da matriz polimérica de origem.

A difração de raios-X comprovou que as espumas são vitrocerâmicas e mostrou que o silicato de sódio e cálcio - devitrite ($\text{Na}_2\text{Ca}_3\text{Si}_6\text{O}_{16}$) e a cristobalita (SiO_2) foram as principais fases cristalinas identificadas.

Em geral, a adição de alumina não causou mudanças significativas na retração linear das espumas produzidas, mas promoveu um aumento na porosidade e absorção de água, o que conseqüentemente levou a uma redução na resistência a flexão das espumas.

A densidade aparente e geométrica teve um aumento com o acréscimo da temperatura de sinterização, devido à maior densificação das paredes da espuma vitrocerâmica durante a sinterização. Por outro lado, a adição de alumina promoveu uma redução nestes valores.

As espumas vitrocerâmicas produzidas apresentaram tamanhos médios de poros na faixa de 240 μm - 360 μm , porosidade entre 52% e 85% e resistência à flexão entre 0,2MPa e 3,7MPa.

A porosidade máxima (84,6%) foi alcançada para espumas vitrocerâmicas fabricadas com 30% em peso de resíduo vidro e adição de 8% em peso de alumina, sinterizadas a 750 °C. A resistência à flexão máxima de 3,77 MPa foi medida para espuma vitrocerâmica preparada com 35% em peso de resíduo de vidro e sem alumina.

Para todas as composições, houve um aumento da resistência a flexão com o aumento da temperatura de sinterização e do percentual de resíduo de vidro. Todas as composições apresentaram valores de resistência a flexão dentro da faixa, ou superior, aos apresentados pelas espumas comerciais.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Deixam-se aqui algumas sugestões de trabalhos que poderão ser realizados no futuro. Estas sugestões incluem:

- Análise qualitativa e quantitativa da porosidade por análise e tratamento de imagem;
- Estudos para a avaliação da possibilidade de trocar a bentonita, que foi usada como ligante, por um material orgânico ou até mesmo um outros resíduo;
- Avaliação de outras propriedades importantes para estes materiais tais como: resistência a compressão, testes de permeabilidade, análise de distribuição de poros, resistência térmica, condutividade térmica etc.
- Avaliar a influência dos teores das fases cristalinas obtidas pelas diferentes condições de processamento sobre as propriedades das espumas vitrocerâmicas.

REFERÊNCIAS

- ABDELGHANY, A. M. The Elusory Role of Low Level Doping Transition Metals in Lead Silicate Glasses. **Springer**, v. 2, n. 3, p. 179–184, jul. 2010.
- ADACHI, S. et al. Corundum-to-spinel structural phase transformation in alumina. **Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms**, v. 358, p. 136–141, 2015.
- AKERMAN, M. *Natureza, Estrutura e Propriedades do Vidro*. p. 1–37, 2000.
- AKERMAN, M. **Introdução ao vidro e sua produção**. [s.l.] ABIVIDRO-Escola do vidro, 2013.
- ARAÚJO, E. B. DE. Vidro: Uma Breve História, Técnicas de Caracterização e Aplicações na Tecnologia. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 19, n. 3, p. 325–329, 1997.
- BAI, Z. et al. Synthesis and characterization of glass-ceramics prepared from high-carbon ferrochromium slag. **RSC Advances**, v. 6, n. 58, p. 52715–52723, 2016.
- BOUMAZA, A. et al. Transition alumina phases induced by heat treatment of boehmite: An X-ray diffraction and infrared spectroscopy study. **Journal of Solid State Chemistry**, v. 182, n. 5, p. 1171–1176, 2009.
- BOWEN, C. R.; THOMAS, T. Macro-porous Ti₂AlC MAX-phase ceramics by the foam replication method. **Ceramics International**, v. 41, n. 9, p. 12178–12185, 2015.
- BRUSATIN, G.; BERNARDO, E.; SCARINCI, G. Production of foam glass from glass waste. In **Sustainable Waste Management and Recycling: Glass Waste**, p. 67–82, 2004.
- BUTLER, J. H.; HOOPER, P. D. Glass Waste. In: **Waste**. 2. ed. [s.l.] Elsevier Inc., 2019. p. 307–322.
- CARVALHO, A. et al. Resíduo industrial como matéria-prima alternativa para a produção de filtros cerâmicos refratários. **Cerâmica**, v. 61, n. 359, p. 383–390, 2015.
- CNQ-CUT, C. N. DO R. Q. **Panorama Setor de Vidro**. [s.l.] Confederação Nacional do Ramo Químico, 2015.
- COLOMBO, P. Ceramic foams: fabrication, properties and applications. In **Key Engineering Materials. Trans Tech Publ**, v. 206, p. 1913–1918, 2002.
- CUNHA, G. DA C.; ROMÃO, L. P. C.; MACEDO, Z. S. Production of alpha-alumina nanoparticles using aquatic humic substances. **Powder Technology**, v. 254, p. 344–351, 2014.
- DAMANI, R. J.; LUTZ, E. H. Microstructure, strength and fracture characteristics of a free-standing plasma-sprayed alumina. **Journal of the European Ceramic Society**,

v. 17, n. 11, p. 1351–1359, 1 jan. 1997.

DEUBENER, J. et al. Updated definition of glass-ceramics. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 501, n. January, p. 3–10, 2018.

DOREMUS, R. . **Glass science**. New York: Wiley, 1994.

ELBATAL, F. et al. UV-vis absorption of the transition metal-doped $\text{SiO}_2\text{--B}_2\text{O}_3\text{--Na}_2\text{O}$ glasses. **Physica B: Condensed Matter**, v. 398, n. 1, p. 126–134, 2007.

ELBATAL, F. et al. Characterization by combined optical and FT infrared spectra of 3d-transition metal ions doped-bismuth silicate glasses and effects of gamma irradiation. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, v. 122, p. 461–468, 2014.

ELLIOT, S. R. **Physics of amorphous materials**. London: Longman, 1990.

EWAIS, E. M. M. et al. Optimal conditions and significant factors for fabrication of soda lime glass foam from industrial waste using nano AlN. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 747, p. 408–415, 2018.

FELISBERTO, R. et al. Assessment of environmental compatibility of glass–ceramic materials obtained from galvanic sludge and soda–lime glass residue. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 120, p. 72–78, 2018.

FERNANDES, F. A. DA S. et al. Glass foams produced from soda-lime glass waste and rice husk ash applied as partial substitutes for concrete aggregates. **Process Safety and Environmental Protection**, v. 128, p. 77–84, 2019.

FERNANDES, H. R.; TULYAGANOV, D. U.; FERREIRA, J. M. F. Preparation and characterization of foams from sheet glass and fly ash using carbonates as foaming agents. **Ceramics International**, v. 35, n. 1, p. 229–235, 2009.

FONNÉ, J. et al. Interdiffusion between silica thin films and soda-lime glass substrate during annealing at high temperature. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 102, n. 6, p. 3341–3353, 19 jun. 2019.

FUKUMORI, D. T.; CAMPOS, L. L. **STUDY OF TL AND OSL DOSIMETRIC PROPERTIES OF ELECTROFUSED ALUMINA PELLETS**. [s.l: s.n.].

FURLANI, E.; TONELLO, G.; MASCHIO, S. Recycling of steel slag and glass cullet from energy saving lamps by fast firing production of ceramics. **Waste Management**, v. 30, n. 8–9, p. 1714–1719, 2010.

GERMAN, R. M.; SURI, P.; PARK, S. J. Review: Liquid phase sintering. **Journal of Materials Science**, v. 44, n. 1, p. 1–39, jan. 2009.

GUALTIERI, M. L. et al. Glass recycling in the production of low-temperature stoneware tiles. **Journal of Cleaner Production**, v. 197, p. 1531–1539, 2018.

HERNÁNDEZ, M. .; GONZÁLEZ, M. Synthesis of resins as alpha-alumina precursors by the Pechini method using microwave and infrared heating. **Journal of the European Ceramic**, v. 22, n. 16, p. 2861–2868, 2002.

HERRERA, M. et al. Thermoanalytical and pyrolysis studies of nitrogen containing polymers. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, v. 58, p. 173–188, 2001.

HUO, W. et al. Ultralight and high-strength bulk alumina/zirconia composite ceramic foams through direct foaming method. **Ceramics International**, v. 45, n. 1, p. 1464–1467, 2019.

KAHLENBERG, V. et al. Devitrite ($\text{Na}_2\text{Ca}_3\text{Si}_6\text{O}_{16}$)-Structural, Spectroscopic and Computational Investigations on a Crystalline Impurity Phase in Industrial Soda-Lime Glasses Devitrite ($\text{Na}_2\text{Ca}_3\text{Si}_6\text{O}_{16}$)-structural, spectroscopic and computational investigations on a crystalline impurity phase in industrial soda-lime glasses. **Springer**, v. 100, n. 1, p. 1–9, 2010.

KARIMI, L.; SALEM, A. The role of bentonite particle size distribution on kinetic of cation exchange capacity Desalination system integrated with renewable energy View project Living Radical Polymerizations View project The role of bentonite particle size distribution on kinet. **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, v. 17, n. 1, p. 90–95, 2011.

KARIMI, S. et al. Cr₂AlC MAX phase foams by replica method. **Materials Letters**, v. 240, p. 271–274, 2019.

KHALIL, E. et al. Infrared absorption spectra of transition metals-doped soda lime silica glasses. **Physica B: Condensed Matter**, v. 405, n. 5, p. 1294–1300, 2010.

KNOWLES, K. M.; THOMPSON, R. P. Growth of devitrite, $\text{Na}_2\text{Ca}_3\text{Si}_6\text{O}_{16}$, in soda-lime-silica glass. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 97, n. 5, p. 1425–1433, 2014.

KOK, M. V. Thermogravimetry of selected bentonites. **Energy Sources**, v. 24, n. 10, p. 907–914, out. 2002.

LEE, G. et al. Effects of recycled fine glass aggregates on the properties of dry-mixed concrete blocks. **Construction and Building Materials**, v. 38, p. 638–643, 1 jan. 2013.

LI, B. et al. Microstructural Characterisation of Devitrite, $\text{Na}_2\text{Ca}_3\text{Si}_6\text{O}_{16}$ Chemical Vapor Depositon View project wave-transparent materials View project Microstructural Characterisation of Devitrite, $\text{Na}_2\text{Ca}_3\text{Si}_6\text{O}_{16}$. **Trans Tech Publ**, 2012.

LIMA, C. J. DE et al. Advancements and Challenges in Glass Concepts , Manufacturing and Applications. n. September, p. 12–14, 2018.

LING, T. C.; POON, C. S. Use of recycled CRT funnel glass as fine aggregate in dry-mixed concrete paving blocks. **Journal of Cleaner Production**, v. 68, p. 209–215, 1 abr. 2014.

LIU, T. et al. Preparation, characterization and discussion of glass ceramic foam material: Analysis of glass phase, fractal dimension and self-foaming mechanism. **Materials Chemistry and Physics**, v. 243, 2020.

LU, Z. et al. Effect of MgO addition on sinterability, crystallization kinetics, and flexural strength of glass–ceramics from waste materials. **Ceramics International**, v. 42, n. 2, p. 3452–3459, 2016.

MCMILLAN, P. . **Glass-ceramics**. London: Academic Press, 1964.

MILANI, S. S. et al. Properties of alumina sol prepared via inorganic route. **Ceramics International**, v. 46, n. 7, p. 9492–9497, 1 maio 2020.

MME MINISTÉRIO DE MINAS E ENERGIA. SECRETARIA DE GEOLOGIA, M. E T. M. **Anuário Estatístico do Setor Transformação de Não Metálicos**. Brasília: [s.n.].

MOLLA, A. R. et al. Crystallization, mechanical, and optical properties of transparent, nanocrystalline gahnite glass-ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 100, n. 5, p. 1963–1975, maio 2017.

MOULTON, B. J. A. et al. A Raman investigation of the structural evolution of supercooled liquid barium disilicate during crystallization. **International Journal of Applied Glass Science**, v. 9, n. 4, p. 510–517, out. 2018.

MOULTON, B. J. A. et al. The origin of the unusual DSC peaks of supercooled barium disilicate liquid. **CrystEngComm**, v. 21, n. 17, p. 2768–2778, 2019.

MUDA, R. et al. Effect of SiO₂ Solid Loading and Sintering Temperatures on the Physical Properties of SiO₂-NiO Foam. **Trans Tech Publ**, v. 791, p. 37–44, 2018.

MUNDSTOCK, K. et al. Processamento e caracterização de espumas vitrocerâmicas do sistema snpc (SiO₂-Na₂O-CaO-P₂O₅). **Química Nova**, v. 33, n. 3, p. 598–602, 2010.

NAVARRO, J. M. F. **El vidrio**. 3. ed ed. Madrid, España: CSIC, 2003.

OJOVAN, M. I. Viscosity and glass transition in amorphous oxides. **Advances in Condensed Matter Physics**, p. 1–23, 2008.

ORTEGA, F. S. et al. Propriedades mecânicas de espumas cerâmicas produzidas via “gelcasting”. **Cerâmica**, v. 49, n. 309, p. 01–05, mar. 2003.

PETERSEN, R. . et al. Effect of Na₂CO₃ as foaming agent on dynamics and structure of foam glass melts. **Journal of non-crystalline solids**, v. 400, p. 1–5, 2014.

PRAXEDES, F. M. et al. Use of industrial residues for production of cellular glasses of low environmental impact. **Materials Research Express**, v. 6, n. 6, 2019.

RAMBO, C. R. et al. Processing of cellular glass ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 89, n. 11, p. 3373–3378, nov. 2006.

RINCÓN, A.; DESIDERI, D.; BERNARDO, E. Functional glass-ceramic foams from 'inorganic gel casting' and sintering of glass/slag mixtures. **Journal of Cleaner Production**, v. 187, p. 250–256, 2018.

ROMANO, R. C. O.; PANDOLFELLI, V. C.-. Obtenção e propriedades de cerâmicas porosas pela técnica de incorporação de espuma. **Cerâmica**, v. 52, n. 322, p. 213–219, 2006.

SANTANA, L. et al. Mullite formation from bentonites containing kaolinite: Effect of composition and synthesis parameters. **Elsevier**, v. 87, p. 28–33, 2014.

SANTOS, A. V et al. O Incrível Mundo dos Materiais Porosos – Características, Propriedades e Aplicações. **Química Nova na Escola**, v. 38, n. 1, p. 4–11, 2016.

SCHEFFLER, M.; COLOMBO, P. **Cellular ceramics: structure, manufacturing, properties and applications**. [s.l.] Weinheim: WILEY-VCH , 2006.

SECCO, M. et al. Cellular glass-ceramics from a self foaming mixture of glass and basalt scoria. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 403, p. 38–46, 2014.

SHARMIWATI, M. S.; MIZAN, R. M.; NOORHELINAHANI, A. B. Preparation And Characterization Of Ceramic Sponge For Water Filter. **International Journal of Scientific & Technology Research**, v. 3, n. 6, p. 103–106, 2014.

SHELBY, J. E. **Introduction to glass science and technology**. [s.l.] Royal Society of Chemistry, 2005.

SILVA, D. C. et al. Synthesis of PbO·SiO₂ glass by CO₂ laser melting method. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 522, n. March, p. 119572, out. 2019a.

SILVA, R. C. DA et al. Foam glass using sodium hydroxide as foaming agent: Study on the reaction mechanism in soda-lime glass matrix. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 511, n. November 2018, p. 177–182, 2019b.

SILVA, I. et al. Studies of new occurrences of bentonite clays in the State of Paraíba for use in water based drilling fluids. **Revista Escola de Minas**, v. 66, p. 485–491, 2013.

SILVA, I. et al. Modification of bentonites with nonionic surfactants for use in organic-based drilling fluids. **Elsevier**, v. 95, p. 371–377, 2014.

SIMON, F. Zum Prinzip von der Unerreichbarkeit des absoluten Nullpunktes. **Zeitschrift für Physik**, v. 41, n. 4–5, p. 806–809, abr. 1927.

STUDART, A. R. et al. Processing routes to macroporous ceramics: A review. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 89, n. 6, p. 1771–1789, 2006.

ŠVAGELJ, Z. et al. Preparation of Alumina Foams by the Polyurethane Sponge Replica Method. p. 110–117, 2018.

TALLON, C.; FRANKS, G. V. Recent trends in shape forming from colloidal processing: a review. **Journal of the Ceramic Society of Japan**, v. 119, n. 1387, p. 147–160, 2011.

TAURINO, R. et al. Glass-ceramic foams from borosilicate glass waste. **International Journal of Applied Glass Science**, v. 5, n. 2, p. 136–145, 2014.

TAYLOR-LANGE, S. C. et al. Calcined kaolinite-bentonite clay blends as supplementary cementitious materials. **Applied Clay Science**, v. 108, p. 84–93, 2015.

TOMITA, T.; KAWASAKI, S.; OKADA, K. Effect of viscosity on preparation of foamed silica ceramics by a rapid gelation foaming method. **Journal of Porous Materials**, v. 12, n. 2, p. 123–129, abr. 2005.

TRICHES, E. DE S. et al. LZSA Glass Ceramic Foams Prepared by Replication Process. **Taylor & Francis**, v. 104, n. 1, p. 22–29, fev. 2005.

TUCKER, E. L. et al. Economic and life cycle assessment of recycling municipal glass as a pozzolan in portland cement concrete production. **Resources, Conservation and Recycling**, v. 129, n. July 2017, p. 240–247, 2018.

VARSHNEYA, A. K. **Fundamentals of inorganic glasses**. New York: Academic Press, 1994.

VASCONCELOS, Y. **A beleza das vitrocerâmicas**. [s.l.] PESQUISA FAPESP, 2012.

WANG, H. et al. Effects of $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ on the properties of foam glass from waste glass and titania-bearing blast furnace slag. **Materials Letters**, v. 132, p. 176–178, 2014a.

WANG, H. et al. Effects of $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ on the properties of foam glass from waste glass and titania-bearing blast furnace slag. **Materials Letters**, v. 132, p. 176–178, 2014b.

YAGSI, C.; KELES, O. Fabrication and characterization of open cell aluminum foams by polymer replication method. **Minerals, Metals and Materials Series**, p. 209–215, 2019.

ZACHARIASEN, W. H. The atomic arrangement in glass. **Journal of the American Chemical Society**, v. 54, n. 10, p. 3841–3851, 1932.

ZANOTTO, E. D.; MAURO, J. C. The glassy state of matter: Its definition and ultimate fate. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 471, n. April, p. 490–495, 2017.

ZIDAN, H. M. et al. FTIR Spectral Analysis of Corrosion Mechanisms in Soda Lime Silica Glasses Doped with Transition Metal Oxides. **Springer**, v. 2, n. 1, p. 41–47, jan. 2010.