

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E
CIÊNCIA DE MATERIAIS

FELIPE HOLTZ DE ANDRADE

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ESPUMA DE VIDRO DOPADA COM
PENTÓXIDO DE NIÓBIO

Ponta Grossa
2015

FELIPE HOLTZ DE ANDRADE

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ESPUMA DE VIDRO DOPADA COM
PENTÓXIDO DE NIÓBIO

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Materiais.

Orientador: Sergio Mazurek Tebcherani
Agência financiadora: CAPES

Ponta Grossa
2015

Ficha Catalográfica
Elaborada pelo Setor de Tratamento da Informação BICEN/UEPG

A553 Andrade, Felipe Holtz de
 Síntese e caracterização de espuma de
 vidro dopada com pentóxido de nióbio/
 Felipe Holtz de Andrade. Ponta Grossa,
 2015.
 57f.

 Dissertação (Mestrado em Engenharia e
 Ciência de Materiais – Área de
 Concentração: Desenvolvimento e
 Caracterização de Materiais), Universidade
 Estadual de Ponta Grossa.
 Orientador: Prof. Dr. Sergio Mazurek
 Tebcherani.

 1.Espuma de vidro. 2.Reciclagem de
 vidro. 3.Porosidade. 4.Pentóxido de
 nióbio. I.Tebcherani, Sergio Mazurek. II.
 Universidade Estadual de Ponta Grossa.
 Mestrado em Engenharia e Ciência de
 Materiais. III. T.

CDD: 620.11

FELIPE HOLTZ DE ANDRADE

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ESPUMA DE VIDRO DOPADA COM
PENTÓXIDO DE NIÓBIO

Dissertação apresentada para obtenção do título de Mestre na Universidade Estadual de Ponta Grossa, Área de Engenharia e Ciência de Materiais.

Ponta Grossa, 24 de agosto de 2015.



Sergio Mazurek Tebcherani
Presidente – UEPG



Sidnei Antonio Pianaro
Membro – UEPG



Ivanir Luiz de Oliveira
Membro – UTFPR (Ponta Grossa)

Dedico este trabalho aos meus pais por todo o amor e educação oferecidos em
todas as etapas de minha vida.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Sergio Mazurek Tebcherani pelo apoio, confiança e orientação durante a execução deste trabalho.

Agradeço aos meus pais por todo o incentivo, carinho e suporte dedicados a minha vida e formação acadêmica.

Ao meu irmão Murilo por todos os momentos alegres e de descontração.

Aos meus amigos de Ponta Grossa, e em especial, Sabrina e Leonardo, que estiveram presentes nos bons e maus momentos, que me ajudaram durante minha formação, de forma acadêmica e emocional, sempre dispostos a encarar meus dias de mau humor e também os de felicidade.

Aos novos amigos feitos no grupo de pesquisa que tornaram os dias de trabalho mais leves e alegres, além do apoio acadêmico oferecido sem restrições.

Aos técnicos responsáveis pelos equipamentos, com a paciência para servir.

RESUMO

A proposta deste trabalho consistiu na síntese e caracterização de uma espuma constituída de vidro moído e hidróxido de sódio como agente espumante, além do pentóxido de nióbio utilizado como agente de carga. Para a síntese da espuma, o resíduo de vidro, hidróxido de sódio e pentóxido de nióbio foram misturados em um molde, secados e sinterizados a 800 °C. Em seguida, a espuma foi caracterizada por diferentes ensaios: difração de raios X (DRX), análise termogravimétrica e varredura diferencial de calorimetria (DSC), picnometria de Hélio, ensaio de compressão, microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (FEG) e microanálise química por níveis de energia (EDS). Obteve-se uma espuma de vidro com porosidade de 36,50 % e aumento de 44,50 % na resistência a compressão pelo pentóxido de nióbio.

Palavras-chave: espuma de vidro, reciclagem de vidro, porosidade, pentóxido de nióbio.

ABSTRACT

The purpose of this work is the synthesis and characterizations of a glass foam using sodium hydroxide as the foaming agent, in addition to niobium pentoxide used as filler. For the synthesis of the foam, waste glass, sodium hydroxide and niobium pentoxide were mixed in a mold, dried and sintered at 800 °C. In follow, the foam was characterized by different methods: X-ray diffraction (XRD), thermogravimetric and diferential scanning calorimetry (DSC), Helium pycnometry, compression testing, high resolution electron microscopy field-emission gun (FEG) and chemical microanalysis energy dispersive x-ray spectroscopy (EDS). The result obtained was a glass foam with 36,50 % of porosity and 44,50 % increase in the compressive strenght by niobium pentoxide.

Keywords: Foam glass, glass recycling, porosity, niobium pentoxide.

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1	O comportamento de solidificação: a) material cristalino versus b) material vítreo não cristalino.	15
Figura 3.2	O efeito da temperatura sobre a viscosidade de tipos comerciais de vidros.	16
Figura 3.3	a) Cortiça b) Madeira (balsa) c) Esponja d) Osso esponjoso e) Coral f) Concha.	19
Figura 3.4	a) Favo de mel 2D b) Espuma 3D com células abertas c) Espuma 3D com células fechadas.	20
Figura 3.5	a) Sólidos contendo poros isolados b) Espuma (estrutura celular).	21
Figura 3.6	Técnica de processamento da espuma de vidro.	23
Figura 3.7	Produtos de espuma de vidro.	24
Figura 3.8	O efeito da temperatura de sinterização na espessura da parede, curvatura e diâmetro de poro de espuma de vidro com 2 % em peso de SiC.	31
Figura 3.9	Tamanho dos poros versus número de poros de espumas de vidro sinterizadas a temperaturas de sinterização diferentes.	32
Figura 3.10	Diâmetro do poro em função do tamanho de partícula do pó de vidro (pó de vidro de soda-cal / 5 % em peso SiC).	33
Figura 3.11	Resistência à compressão de amostras de espuma de vidro em função da sua densidade (GCFA: pó de vidro / cinzas volantes, GC-CB: pó de vidro / carbon black, GC-PMMA: pó de vidro / termoplástico polimetilmetacrilato).	34
Figura 3.12	Densidade aparente em função do tempo de sinterização em T = 850 °C para uma mistura pó de vidro / <i>carbon black</i>	35
Figura 3.13	A relação entre a densidade relativa de espuma de vidro e o percentual de adição de SiC.	36
Figura 4.1	Fluxograma de trabalho.	39
Figura 5.1	Espuma de vidro sintetizada.	43
Figura 5.2	Difratograma de raios X da espuma de vidro.	44
Figura 5.3	Termograma da espuma de vidro (86 % vidro moído, 5 % Nb ₂ O ₅ , 9 % NaOH).	45
Figura 5.4	a) Micrografia da espuma de vidro, b) Ampliação de região para microanálise química, c) Microanálise química.	50

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1	Propriedades técnicas de diferentes materiais isolantes térmicos.	25
Tabela 5.1	Dados de picnometria de Helio para o pó da espuma de vidro.	46
Tabela 5.2	Dados de picnometria de Helio para os corpos de prova das espumas de vidro.	47
Tabela 5.3	Dados de picnometria de Helio para os corpos de prova das espumas de vidro.	47
Tabela 5.4	Dados de picnometria de Helio para os corpos de prova das espumas de vidro.	48
Tabela 5.5	Dados do ensaio de compressão das espumas de vidro.	49

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	11
2	OBJETIVOS.....	12
2.1	Objetivo geral.....	12
2.2	Objetivos específicos.....	12
3	REVISÃO DE LITERATURA	13
3.1	Vidro	13
3.1.1	Propriedades do vidro.....	13
3.1.2	Deformação viscosa de vidros	14
3.1.3	Reciclagem de vidro	17
3.1.4	Resíduos de vidro.....	18
3.2	Espumas.....	19
3.2.1	Espuma de vidro	22
3.2.1.1	Síntese de uma espuma de vidro.....	26
3.2.1.2	Agentes espumantes.....	27
3.2.1.3	Recozimento	29
3.2.1.4	Resíduos de diferentes composições químicas na produção de espuma de vidro	30
3.2.1.5	Distribuição de tamanho de poros e resistência mecânica de espumas de vidro.....	31
3.2.1.6	Aditivos em espumas de vidro	36
4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	39
4.1	Preparação da espuma de vidro	39
4.2	Caracterização da espuma de vidro	40
4.2.1	Difração de raios X (DRX)	40
4.2.2	Análise termogravimétrica e varredura diferencial de calorimetria (DSC)	41
4.2.3	Picnometria de Hélio	41
4.2.4	Ensaio de compressão.....	41

4.2.5	Microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (FEG) e microanálise química por níveis de energia dispersiva de raios X (EDS) ..	41
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	43
5.1	Difração de raios X (DRX)	44
5.2	Análise termogravimétrica e varredura diferencial de calorimetria (DSC) 45	
5.3	Picnometria de Hélio	46
5.4	Ensaio de compressão	48
5.5	Microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (FEG) e microanálise química por níveis de energia dispersiva de raios X (EDS).....	50
6	CONCLUSÕES.....	52
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	53
8	REFERÊNCIAS	54

1 INTRODUÇÃO

O vidro é um material amplamente utilizado em diversos setores da economia, ocupando espaço nas prateleiras de mercado, em janelas transparentes, em copos retornáveis, em lâmpadas, além de muitos outros utensílios. Porém, uma vez utilizado e danificado, o vidro perde sua utilidade como objeto, e seu descarte é feito sem preocupação com a reciclagem. Mesmo que o vidro seja inerte e não exerça uma contaminação química quando descartado, ele não pertence ao meio ambiente na forma como é descartado, portanto, a sua reciclagem é útil e fundamental.

Espumas de vidro são produtos eco eficientes, que podem ser indicadas para inúmeras aplicações. Essas espumas são amplamente exploradas no campo da engenharia, visto que seus benefícios são inúmeros também. Podem ser usadas como isolante térmico, auxiliando na economia de energia, como isolante acústico, assim como para proteger estruturas da erosão, umidade e fogo, visto que suas propriedades físicas não se alteram em uma larga faixa de temperatura.

A resistência mecânica das espumas é uma questão para aplicações estruturais, sendo assim, seu estudo se faz importante na busca de novas formas de favorecer essa propriedade.

Através do aquecimento, uma mistura com quantidades determinadas de vidro em pó, agente espumante e aditivos, e parâmetros controlados como temperatura, taxa de aquecimento e tempo de queima, gera-se uma espuma de vidro.

A proposta deste trabalho consistiu em utilizar o vidro plano moído (86 %) associado ao pentóxido de nióbio (5 %) e também ao hidróxido de sódio (9 %) na produção de uma nova espuma de vidro.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Sintetizar e avaliar uma espuma de vidro a partir de vidro plano com aditivo de pentóxido de nióbio e agente espumante de hidróxido de sódio.

2.2 Objetivos específicos

1. Estabelecer uma formulação para inserção do Nb_2O_5 no vidro plano utilizando um precursor de baixo custo (NaOH) na etapa de sinterização;
2. Avaliar nas espumas de vidro o efeito cristalino e térmico da etapa de sinterização e da etapa termoquímica nas espumas formuladas com Nb_2O_5 ;
3. Analisar as propriedades mecânicas das espumas com Nb_2O_5 associando-as com a presença de poros;
4. Avaliar a viabilidade do uso do Nb_2O_5 / NaOH .

3 REVISÃO DE LITERATURA

3.1 Vidro

O vidro é um material cerâmico feito a partir de materiais inorgânicos que são fundidos a uma temperatura elevada, e em seguida, resfriados para uma condição sólida sem cristalização, o que o torna um material não cristalino com uma estrutura amorfa. Como o vidro é um material não cristalino, as suas moléculas não estão repetidas em uma ordem de longo alcance, suas moléculas possuem orientação aleatória [1].

3.1.1 Propriedades do vidro

Entre os muitos materiais, o vidro tem uma variedade de propriedades especiais que o torna indispensável para muitas aplicações de engenharia. É duro e transparente à temperatura ambiente, juntamente com uma excelente resistência à corrosão para a maioria dos ambientes de trabalho, também é isolante elétrico. Estas propriedades tornam o vidro amplamente utilizado em muitos campos, tais como [1]:

- Construção civil;
- Indústria automobilística; principalmente como vidraça do veículo;
- Indústria elétrica, utiliza o vidro como um material isolante, principalmente para tubos de elétrons e lâmpadas;
- Indústria química, utiliza vidro porque é um material com elevada resistência à corrosão química, sendo usado em aparelhos e vidrarias de laboratório.

A maioria dos vidros inorgânicos são constituídos por uma rede iônica ligada covalentemente de sílica (SiO_2) tetraedra. Outros óxidos podem ser adicionados ao vidro alterando as propriedades para serem utilizados em outras aplicações. Por exemplo, a adição de óxidos ao vidro, como Na_2O , K_2O , CaO e MgO , modifica a rede base de sílica e reduz a viscosidade de fusão de vidro. Isso torna o vidro mais trabalhável e fácil de ser formado [1].

O vidro de soda-cal é o tipo mais comum de vidro, que representa aproximadamente 90 % da produção total de vidro. É preparado por fusão, a uma temperatura de aproximadamente 1675 °C, de barrilha (carbonato de sódio (Na_2CO_3)), pedra calcária (óxido de cálcio (CaO)), dolomita (carbonato de cálcio e magnésio ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$)), óxido de silício (SiO_2), óxido de alumínio (Al_2O_3), além de outros agentes refinadores. Ele é utilizado em aplicações tais como:

- Embalagens;
- Vidro plano (utilizado para janelas);
- Louça;
- Produtos de iluminação.

Aditivos tais como Na_2O e de CaO são adicionados ao vidro para reduzir o ponto de amolecimento (temperatura de transição vítrea, T_g) do vidro de 1600 para 700 °C, tornando-o mais trabalhável. MgO é adicionado para evitar a desvitrificação (uma condição no processo de queima do vidro, onde ao invés de se obter uma superfície brilhante e lisa, o vidro desenvolve fissuras [2]). Al_2O_3 é adicionado numa pequena porcentagem para aumentar a durabilidade do vidro [1].

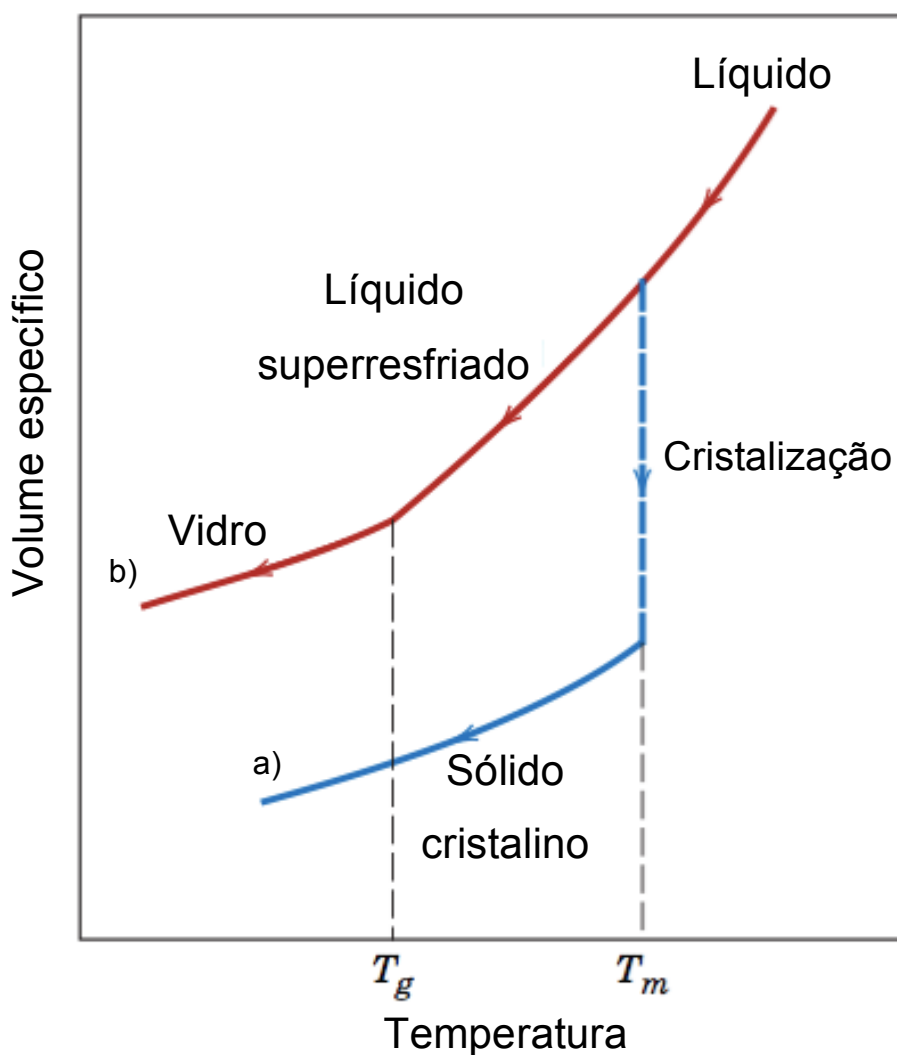
Corantes permanentes são adicionados ao vidro para a obtenção de cores diferentes. As cores em vidros são obtidas por adição de íons de coloração. Os metais e óxidos de metais são adicionados durante o processo de fabricação de vidro, a fim de dar cores específicas. Por exemplo, óxido ferroso é adicionado ao vidro para dar uma cor verde azulada. Adicionando cromo com óxido de ferro dá ao vidro uma cor verde [3].

3.1.2 Deformação viscosa de vidros

O comportamento de solidificação do vidro, que é um sólido não cristalino, difere do de um sólido cristalino. A Figura 3.1 mostra o comportamento de solidificação de um material cristalino versus um material não cristalino, em que T_g representa a temperatura de transição vítrea e T_m é a temperatura de fusão do material cristalino. O sólido cristalino (por exemplo, um metal puro) à medida que resfria, cristaliza-se à sua temperatura de fusão, com uma redução significativa no seu volume específico (Figura 3.1a), diferentemente do vidro (Figura 3.1b) [1].

O vidro líquido torna-se mais viscoso conforme esfria e passa de um estado mole para um estado rígido e frágil, em uma pequena faixa de temperatura. É possível observar a partir da Figura 3.1 que a inclinação da curva diminui ligeiramente à medida que a temperatura diminui; o ponto de intersecção destas duas curvas é a temperatura de transição vítrea (T_g).

Figura 3.1 O comportamento de solidificação: a) material cristalino versus b) material vítreo não cristalino.

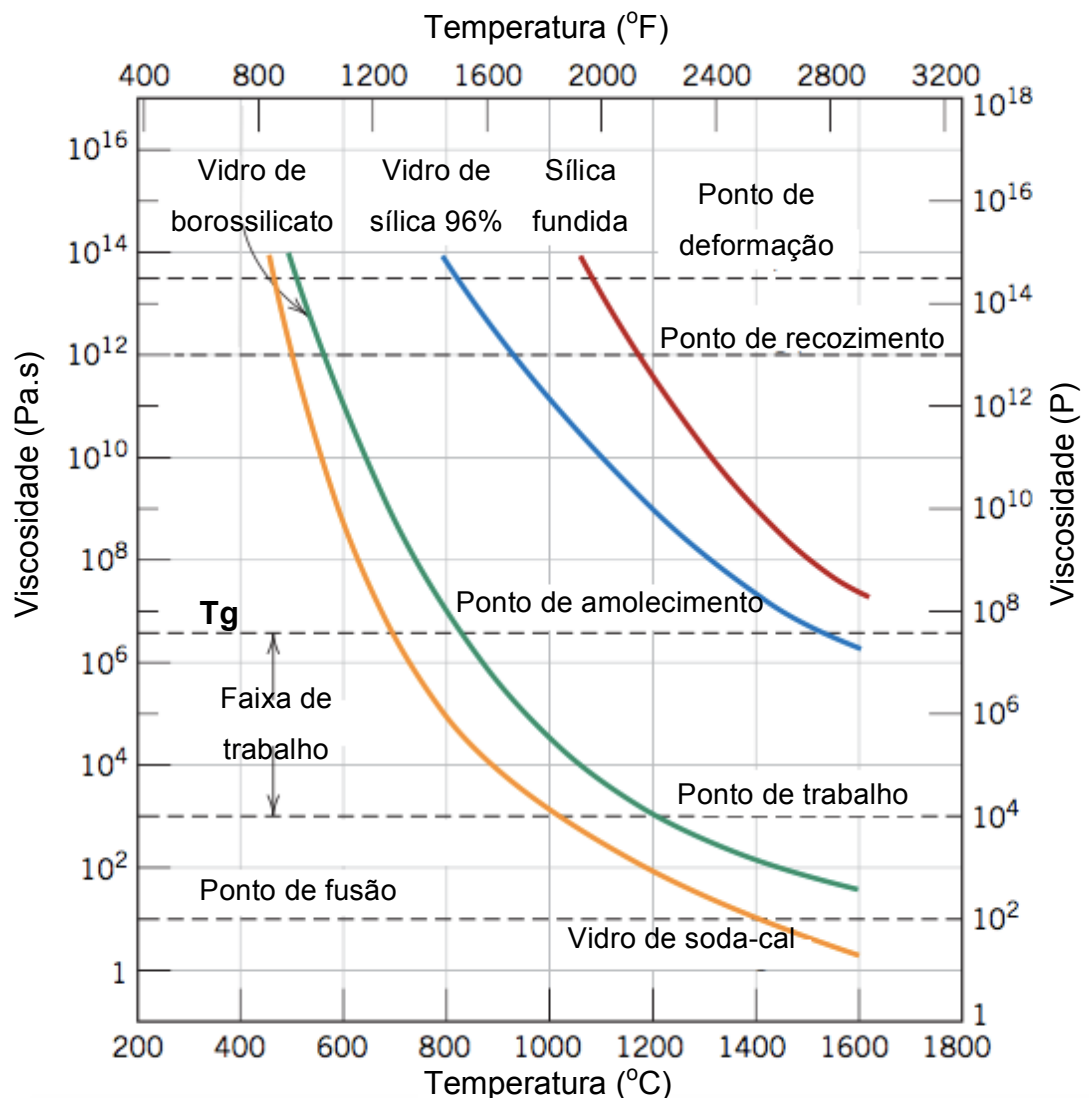


Fonte: Adaptado de SMITH [1].

Na Figura 3.1 a temperatura de transição vítrea (T_g) ilustra o ponto de transformação no processo de fusão do vidro como dependência da estrutura. Pode ser definido como o centro de um intervalo de temperatura em que o vidro passa de

frágil, para viscoso e mole [1]. O vidro atua como um líquido superresfriado acima da temperatura de transição. Com o aumento da temperatura acima da temperatura de transição vítrea, a viscosidade do vidro fundido diminui e o fluxo viscoso ocorre mais facilmente. A Figura 3.2 representa o efeito da temperatura sobre a viscosidade dos tipos comuns de vidros comerciais [1]. É possível ver que acima da temperatura de transição vítrea (T_g) (localizada no Ponto de amolecimento), a viscosidade diminui com o aumento de temperatura, caracterizando a Faixa de trabalho do material.

Figura 3.2 O efeito da temperatura sobre a viscosidade de tipos comerciais de vidros.



Fonte: Adaptado de CALLISTER [4].

Na Figura 3.2 a linha horizontal indica vários pontos de referência para viscosidade. Estes pontos são [1]:

- Ponto de trabalho: a esta temperatura o trabalho do vidro é facilitada;
- Ponto de amolecimento (temperatura de transição vítrea, T_g): é a temperatura máxima na qual o vidro pode ser manuseado sem ter suas dimensões significativamente alteradas. Este ponto não pode ser definido com precisão, porque ele varia de acordo com a tensão de superfície do vidro e da densidade;
- Ponto de recozimento: a esta temperatura as tensões internas do vidro são aliviadas;
- Ponto de deformação: abaixo desta temperatura o vidro é rígido e o processo de relaxação de tensão ocorre a uma velocidade muito lenta.

O intervalo entre o ponto de recozimento e de deformação é a faixa de recozimento de vidro [1].

3.1.3 Reciclagem de vidro

Os recipientes de vidro representam cerca de 1,10 % do lixo doméstico no Reino Unido. A taxa de reciclagem para os recipientes de vidro é de 67,80 %, que é quase 2,400 mil toneladas de resíduo de vidro a cada ano (2012) [5].

Devido aos métodos de recolhimento mais organizados e eficazes, na maioria dos países europeus, o processo de reciclagem de vidro está bem estabelecido. Alguns países europeus alcançam taxas de reciclagem superiores a 75 %. Os Estados Unidos reciclam 34,10 % dos seus recipientes de vidro, no entanto, vidro de embalagem representa apenas 3,74 % dos seus resíduos sólidos urbanos (2012), porque embalagens alternativas são usadas hoje em dia [6].

No Brasil, o vidro tem participação como 2,4 % dos resíduos sólidos urbanos [7]. A reciclagem de vidro no Brasil teve um avanço nos últimos anos, ela passou de 15 % em 1991 para 49 % em 2007, ultrapassando alguns países desenvolvidos [7, 8].

3.1.4 Resíduos de vidro

Os resíduos de vidro não representam uma ameaça tóxica para o ambiente, são inertes e não são biodegradáveis [9].

A reciclagem de vidro tem crescido consideravelmente nos anos recentes porque a coleta de resíduos sólidos urbanos está se tornando mais organizada e fabricantes de vidro aumentaram suas demandas por vidro reciclado. Hoje, a maioria dos fabricantes de vidro conta com um fornecimento estável de resíduo para complementar sua matéria-prima [10].

O resíduo de vidro pode ser utilizado em diversas áreas, citando algumas [9]:

- Asfalto, para fins rodoviários onde vidro moído substitui um percentual dos agregados;
- Lã de vidro, como um material isolante;
- Abrasivos;
- Agregados leves em concreto;
- Materiais de construção, como telhas e tijolos;
- Espuma de vidro, para placas de isolamento e construção.

As matérias-primas básicas do vidro (como a areia, calcário e carbonato de sódio) são baratas, no entanto, a energia necessária para fazer é elevada. Utilizando resíduos de vidro na fabricação de novos materiais têm-se várias vantagens, como a economia energética e redução de custos de fabricação. A energia é conservada porque o resíduo funde a uma menor temperatura a que é exigida na fusão da matéria-prima virgem utilizada na fabricação de vidro. Ainda, a conservação de energia também irá conservar os recursos naturais, tais como o combustível fóssil [9].

Menor energia necessária para o uso do forno significa a redução das emissões de gases de efeito estufa, principalmente de CO₂. Verificou-se que se o vidro reciclado for utilizado na fabricação de um novo vidro, 315 Kg de CO₂ são economizados para cada tonelada de vidro fundido (considerando o transporte e processamento) [11].

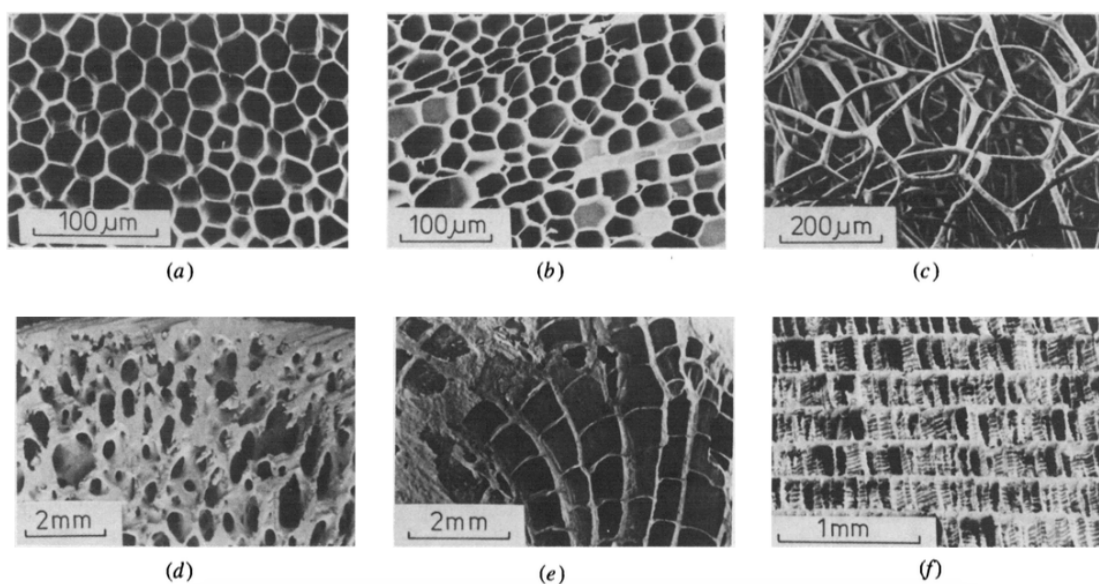
As matérias-primas de vidro são abundantes na natureza, mas ainda assim elas são extraídas do nosso ambiente. Com a reciclagem evita-se o esgotamento de matéria-prima. Verificou-se que 1,2 toneladas de matérias-primas são preservadas para cada tonelada de vidro reciclado usado [11].

Embora o vidro seja inerte e não represente uma ameaça direta para o ambiente, não utilizá-lo em outras indústrias é um desperdício de recursos além de não ser uma solução sustentável.

3.2 Espumas

Uma espuma é um tipo de material que consiste em "um conjunto de células com bordas sólidas ou faces, embalados em conjunto de modo que elas preencham o espaço" [12]. Na natureza, existem espumas como a cortiça, madeira, esponja e coral (Figura 3.3). Além disso, muitos alimentos são tipos de espumas, como pão, merengue e bolo.

Figura 3.3 a) Cortiça b) Madeira (balsa) c) Esponja d) Osso esponjoso e) Coral f) Concha.



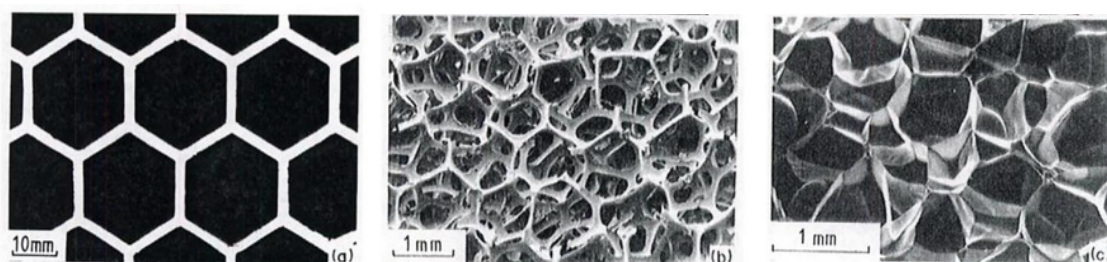
Fonte: GIBSON [12].

Tem-se utilizado as espumas naturais durante séculos. Recentemente, diferentes tipos de espumas foram criadas. Técnicas de formação de espuma foram desenvolvidas para diferentes tipos de materiais tais como os polímeros, metais, cerâmicas e vidros [12]. Um exemplo conhecido de uma espuma polimérica é o copo de poliestireno. Diferentes tipos de espumas são cada vez mais utilizadas em

aplicações estruturais para isolamento térmico e acústico, para amortecimento, e para absorver a energia cinética de impactos.

As combinações únicas das propriedades que as espumas proporcionam são derivadas, principalmente, de sua estrutura celular [12]. Existem três tipos estruturais para as espumas: bidimensional, tridimensional com células abertas, tridimensional com células fechadas. O primeiro tipo é um conjunto de polígonos embalados num plano bidimensional; esta estrutura é chamada de favo de mel. O segundo tipo é de células poliedrais que enchem o espaço em três dimensões. Tal material celular tridimensional é chamado de espuma. Se as células se conectam através de faces abertas, a espuma é de células abertas. Se cada célula é selada a partir da célula vizinha, a espuma é de células fechadas. Algumas espumas são parcialmente aberta e parcialmente fechada (Figura 3.4) [12].

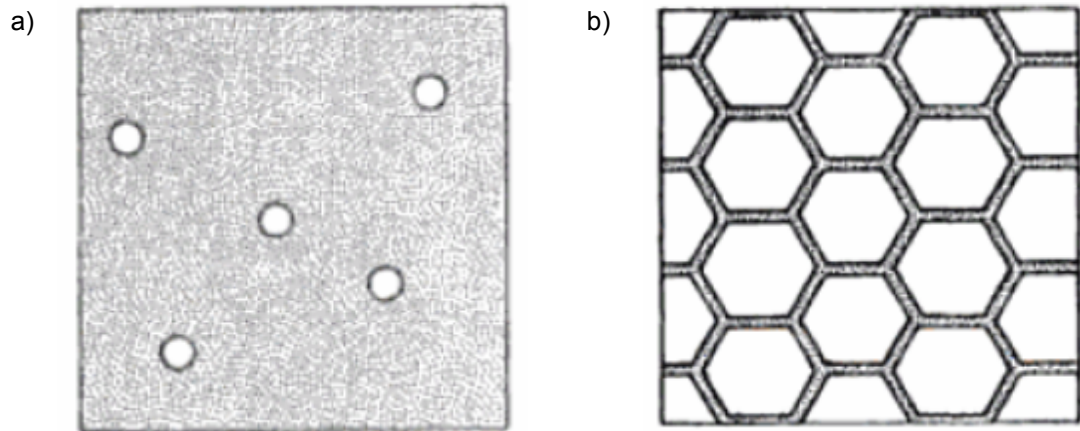
Figura 3.4 a) Favo de mel 2D b) Espuma 3D com células abertas c) Espuma 3D com células fechadas.



Fonte: GIBSON [12].

Uma das características mais importantes da espuma é a sua densidade relativa (ρ_a / ρ_r) onde ρ_a é a densidade aparente da espuma e ρ_r é a densidade real do material sólido a partir do qual as paredes das células são feitas [12]. A densidade relativa da cortiça é de cerca de 0,14, em comparação, espumas poliméricas utilizadas para embalagem, isolamento e amortecimento têm densidades relativas entre 0,05 e 0,2. Espuma especial de ultra-baixa densidade pode ser feita com uma densidade relativa de 0,001. Quando a densidade relativa aumenta, significa que as paredes das células estão ficando mais espessa e o espaço poroso está diminuindo. Isto significa que o material está mudando de uma espuma com estrutura celular para um sólido contendo poros isolados, como é apresentado na Figura 3.5. Esta transição acontece a uma densidade relativa superior a 0,3 [12].

Figura 3.5 a) Sólidos contendo poros isolados b) Espuma (estrutura celular).



Fonte: GIBSON [12].

Existem diferentes técnicas para a formação de espuma de diferentes tipos de materiais. Os polímeros são espumados através da introdução de bolhas de gás no polímero quente. As bolhas crescem e estabilizam, em seguida, a mistura é solidificada por resfriamento ou por reticulação [12]. O gás pode ser introduzido no polímero quente por dois métodos, quer por agitação mecânica ou por mistura de agente de expansão (agente espumante) no polímero. Por sua vez, os agentes de expansão são físicos ou químicos. Agentes de expansão físicos são gases inertes tais como o nitrogênio, que são forçados como solução dentro do polímero quente a alta pressão, em seguida, expandem-se em bolhas através da redução da pressão. Alternativamente, um líquido com baixo ponto de fusão pode ser utilizado, nesse caso, ele é misturado com o polímero quente e volatiliza quando aquecido, formando bolhas de vapor. Agentes de expansão químicos são aditivos que se combinam para reagir quimicamente e liberar gases ou que se decompõem quando aquecidos. Espumas de vidro são desenvolvidas por meio de técnicas análogas às dos polímeros, principalmente pelo uso de agentes espumantes [12]. O processo de formação de espuma aumenta a gama de propriedades dos sólidos celulares.

A extensão da gama de propriedades amplia as aplicações em engenharia para espumas que não podem ser alcançadas usando sólidos verdadeiros. A baixa densidade das espumas permite utilizá-las em componentes rígidos, leves, tais como painéis sanduíche, também para qualquer componente flutuante. A baixa

condutividade térmica da espuma a faz ser uma boa candidata para isolamento térmico barato e confiável. A baixa rigidez das espumas favorece o uso em materiais de enchimento. A baixa resistência com grandes deformações compressivas faz as espumas serem adequadas para aplicações de absorção de energia. Por isso, elas são utilizadas como um material de proteção em torno de computadores e outros dispositivos [12].

3.2.1 Espuma de vidro

Espuma de vidro é um produto promissor que pode ser feito inteiramente de vidro reciclado. É um produto valioso utilizado em uma variedade de aplicações de engenharia, é um material leve devido à sua estrutura celular. Sua estrutura celular é composta de um sistema heterofásico que consiste de uma fase sólida e uma fase gasosa. A fase sólida é o vidro que constitui as paredes finas das células, a espessura da parede é de vários micrômetros de espessura. Dentro das células há a fase gasosa. A espuma de vidro tem uma densidade muito baixa (120 kg/m^3), mas ainda possui uma resistência à compressão e estabilidade dimensional relativamente elevada [13]. Estas características fazem a espuma de vidro ser um bom candidato para isolantes térmico e acústico utilizados na indústria da construção civil.

A espuma de vidro consiste de milhões de células seladas de vidro, onde cada célula representa um espaço de isolamento. Isto faz com que seja um material de isolamento altamente eficaz. A estrutura de células fechadas confere que o material seja à prova d'água, e isso faz da espuma de vidro uma barreira eficaz contra a umidade do solo [13].

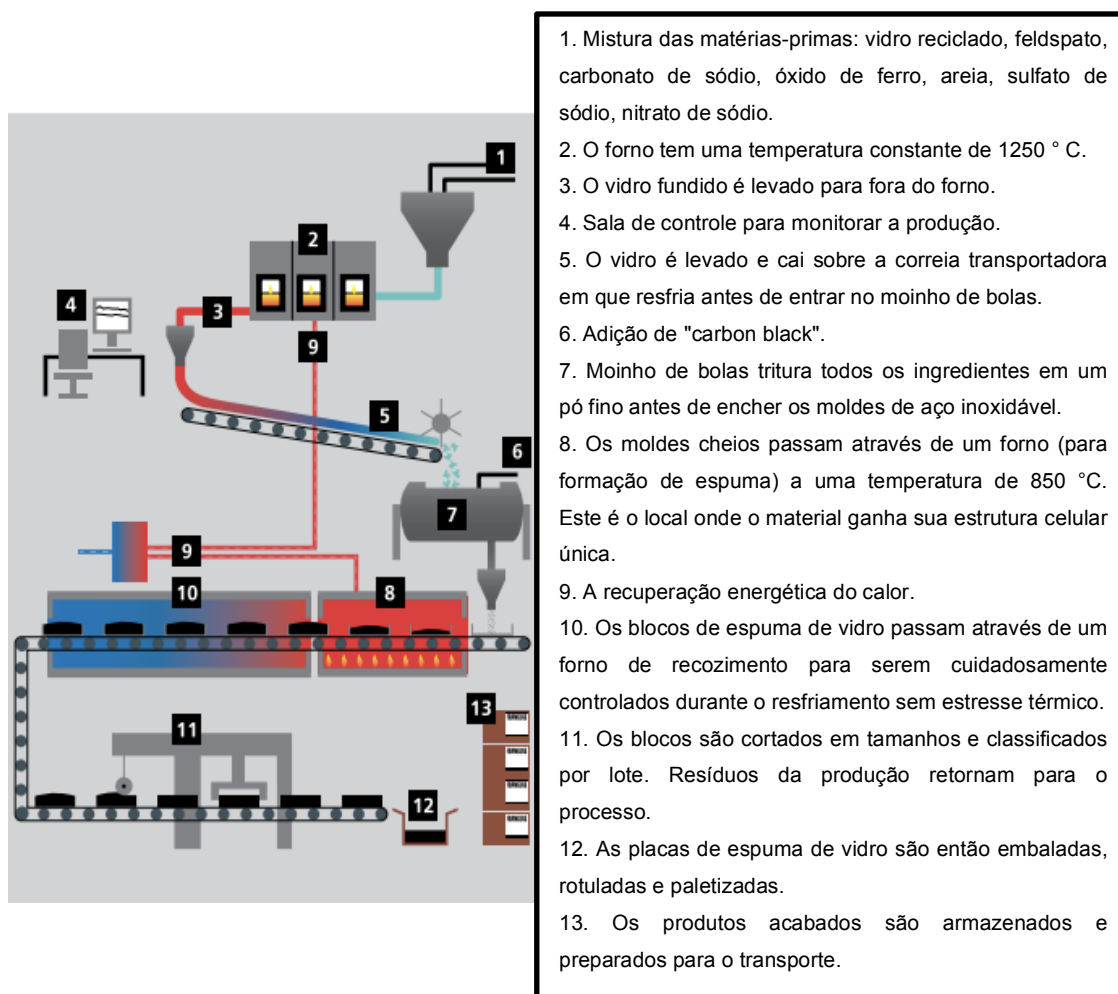
Mais importante ainda, a espuma de vidro pode ser fabricada totalmente a partir de resíduos de vidro, com a mínima adição de materiais virgens, o que faz com que seja um processo exemplar para a reciclagem de resíduos numa base industrial.

A espuma de vidro tem muitas aplicações. No entanto, a aplicação mais predominante é como um material para o isolamento térmico. Seus parâmetros de serviços como um isolante térmico superam muitos outros tipos de espuma orgânica. Ela tem uma resistência mecânica relativamente elevada que facilita a sua

instalação. É resistente à água, impermeável à umidade, não combustível e é biologicamente resistente e não se degrada. Além disso, é quimicamente inerte.

Todas estas propriedades asseguram a constância do valor da condutividade térmica da espuma de vidro com o tempo [13]. A Figura 3.6 exemplifica a técnica de processamento adotada pela *Pittsburgh Corning Company* para espuma de vidro isolante [13].

Figura 3.6 Técnica de processamento da espuma de vidro.



Fonte: Adaptado de FOAMGLAS [13].

Na técnica de processamento, a areia de sílica além de outros aditivos são misturados a vidro reciclado. Ele é extrusado em um tubo oco e em seguida é moído em um pó fino e misturado com *carbon black*. A mistura é colocada em moldes e aquecida no forno a 850 °C. Essa espuma de vidro é produzida com milhões de

poros fechados que são constituídos de dois terços de vácuo e um terço de CO₂. Por fim, os blocos de espuma são recozidos para a remoção das tensões internas. A Figura 3.7 mostra os produtos de espuma de vidro da Pittsburgh Corning, eles incluem lajes, placas, cotovelos e segmentos isolantes da tubulação.

Figura 3.7 Produtos de espuma de vidro.



Fonte: FOAMGLAS [13].

A espuma de vidro é conhecida como um material de isolamento térmico desde o meio do século passado [14]. No entanto, o crescente interesse em espuma de vidro se dá ao problema de energia. O custo dos combustíveis aumentou significativamente. O aquecimento de residências é essencial para os países frios como a Rússia, América do Norte e Europa Ocidental. Na Rússia, 500-600 kW.h/m² são consumidos para o aquecimento das residências. Se a perda de calor significa perda de energia, o uso de isolamento térmico eficiente reduz o consumo de combustível para aquecimento pelo menos em 25 % [14].

A Tabela 3.1 é referente às propriedades técnicas de diferentes tipos de materiais isolantes incluindo espuma de vidro. Essa tabela estabelece que o valor comercial de condutividade térmica de espuma de vidro é de cerca de 0,05-0,08 W/mK. Comparando espuma de vidro com outros materiais isolantes

prova-se que a espuma de vidro tem uma elevada resistência à compressão ($> 0,7$ MPa), elevada impermeabilidade a vapor de água e tem uma elevada temperatura máxima de uso (até 450°C) e, o mais importante, o material não é inflamável [14].

Os dados da Tabela 3.1 ainda mostram que a lã de vidro e a espuma polimérica, amplamente utilizadas na construção, são pouco e muito inflamáveis, respectivamente, e emitem gases tóxicos quando queimados. Por outro lado, a espuma de vidro é um material de isolamento resistente ao fogo e que não prejudica o meio ambiente [14].

Ainda, a Tabela 3.1 aponta que a vida útil da lã de vidro e da espuma polimérica é menor que 12 anos, que é menos do que o tempo de vida dos edifícios e estruturas. No entanto, espumas de vidro tem vida útil ilimitada e mantém as suas características ao longo do seu tempo de vida. Os excelentes parâmetros de serviço fazem da espuma de vidro um material isolante eficaz em muitas aplicações [14].

Tabela 3.1 Propriedades técnicas de diferentes materiais isolantes térmicos.

Propriedades	Lã de vidro: telhas isolantes térmicas com ligantes sintéticos	Espuma polimérica: espuma de poliestireno	Espuma de vidro: blocos
Densidade (kg/m^3)	200	20 - 40	120 - 200
Resistência a compressão (kPa)	40 - 120	50 - 150	> 700
Condutividade térmica ($\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$)	0.066 - 0.060	0.038	0.050 - 0.080
Máxima temperatura de uso ($^{\circ}\text{C}$)	100	70	450
Permeabilidade de vapor de água ($\text{mg}/(\text{m} \cdot \text{h} \cdot \text{Pa})$)	0.380 - 0.600	0.050	0.001 - 0.004
Inflamabilidade	Difícilmente inflamável	Inflamável	Não inflamável
Avaliação ambiental	Tóxico quando queimado (7 - 8 % de ligante)	Tóxico quando queimado	Limpo
Tempo de vida (anos)	7 - 10	10 - 12	Ilimitado

Fonte: Adaptado de MANEVICH [14].

3.2.1.1 Síntese de uma espuma de vidro

A produção de espuma de vidro é afetada por muitos parâmetros de processamento. Os parâmetros afetam principalmente o processo de formação de espuma e as propriedades da espuma de vidro desenvolvida. [15].

A produção de espuma de vidro pode ser feita por meio de dois processos diferentes. O primeiro consiste em insuflar gás no vidro fundido. O segundo consiste na formação de espuma a partir de pó de vidro sinterizado com adição de um agente de expansão (ou agente espumante) [12]. A relação de porcentagem (em peso) entre pó de vidro : agente espumante é geralmente ótimo no intervalo (97-99,5) : (1,5-3) [16-19].

Agentes espumantes são aditivos que se combinam para reagir quimicamente e liberar gases ou que se decompõem depois de aquecidos. A principal função do aditivo é criar a fase gasosa durante o aquecimento, ele é adicionado ao pó de vidro em pequenas quantidades. Esse aditivo pode ser chamado de formador de poro, formador de gás, agente de expansão ou agente espumante.

Atualmente, a maior parte da produção de espuma de vidro é feita utilizando a técnica do agente espumante (o segundo método) [16-22]. A técnica de agente espumante tem menor custo e requer uma tecnologia menos sofisticada. Para produzir espuma de vidro através do método do pó, o pó de vidro e o agente espumante devem ser aquecidos a uma temperatura acima do ponto de amolecimento (ou temperatura de transição vítrea, T_g) do vidro. Durante o tratamento térmico da mistura de pó de vidro e aditivos, vários processos ocorrem. Quando se atinge a temperatura de amolecimento do vidro, o pó de vidro começa a sinterizar e a formar um corpo contínuo sinterizado. Nessa fase, as partículas do agente espumante são isoladas pelo vidro amolecido. Eles começam a emitir gases após uma determinada temperatura, espumando o vidro fundido [23].

A emissão de gases cria os poros isolados em todo o vidro fundido, isto ocorre onde as partículas do agente espumante estão presas no interior do vidro amolecido. A reação de formação de espuma começa somente após as partículas de vidro serem sinterizadas, de outra forma, o gás irá escapar do pó de vidro. A evolução do gás devido à reação química entre o pó de vidro e o agente espumante cria bolhas no interior da massa fundida de vidro.

As bolhas crescem devido ao aumento da pressão do gás no interior delas. Isto ocorre devido à reação química que gera gases, e devido ao aumento da temperatura de sinterização dentro do forno. Conforme a temperatura aumenta, a tensão superficial da massa fundida de vidro diminui. Consequentemente, a pressão externa exercida sobre as bolhas (por tensão superficial) diminui, aumentando o crescimento da bolha. A taxa de crescimento das bolhas depende principalmente da viscosidade do vidro fundido e da tensão superficial. A viscosidade atua como uma resistência contra o crescimento da bolha [24].

A transformação de pó de vidro em espuma de vidro ocorre através de um número de etapas: aquecimento (secagem da mistura do pó de vidro e agente espumante), sinterização, e pré-resfriamento (recozimento) [24].

3.2.1.2 Agentes espumantes

As características da espuma de vidro obtida e a forma dos poros dependem principalmente da quantidade e tipo do agente espumante. Os agentes espumantes podem ser de dois tipos: agentes de neutralização e agentes de oxirredução (redox). Os agentes de neutralização incluem sais (carbonatos ou sulfatos) que se decompõem quando aquecidos, liberando CO_2 e SO_2 . A liberação de gás é intensa fazendo a quebra das paredes dos poros isolados durante sua decomposição, fazendo a estrutura interna parecer como um labirinto de cavidades mescladas. Este tipo de espuma de vidro tem altos parâmetros de absorção de água e isolamento acústico.

O agente espumante de neutralização permite uma elevada absorção de água de cerca de 50-70 % [23]. Por outro lado, os agentes espumante do tipo redox, tais como materiais contendo carbono como coque, fuligem, antracite (carvão), grafite, *carbon black*, e menos frequentemente carbeto de silício (SiC), sofrem uma reação de oxidação pelos gases dissolvidos no vidro fundido, tais como oxigênio e anidrido sulfúrico. O processo de oxidação libera gases que produzem espuma de vidro, onde poros selados prevalecem. Esse tipo de espuma de vidro é usado principalmente como um material de isolamento térmico. O uso de agente espumante redox garante menor absorção de água, de aproximadamente 10-15 % [23].

As espumas de vidro com poros fechados tem condutividade térmica mais baixa do que a espuma de vidro com poros comunicantes. A condutividade térmica depende do tipo de porosidade: a sua forma, tamanho, e a sua distribuição no interior da espuma de vidro. A condutividade térmica depende, principalmente, da razão entre a fase sólida e a fase gasosa. Os poros no interior da espuma de vidro, que representam a fase gasosa, são superiores a 90 %, e os gases em geral, têm uma baixa condutividade térmica. É por isso que a espuma de vidro tem uma baixa condutividade térmica, em geral, e ainda menores valores de condutividade térmica quando os poros são selados [23].

Materiais carbonosos foram utilizados como agentes de formação de espuma em vários estudos [14, 19-22]. Bernardo e colaboradores [21] relataram que o *carbon black* comercial foi usado como agente espumante na quantidade de 0,5 % em peso a uma temperatura de sinterização de 850 °C durante 30 minutos. A espuma de vidro produzida tinha porosidade fechada (cerca de 95 %) e uma densidade menor do que 0,3 g/cm³. Outro agente espumante, SiC, mostrou-se muito eficaz e foi utilizado por muitos pesquisadores [19-20, 22].

Wu e colaboradores [19] produziram espuma de vidro com poros de morfologia uniforme com a adição de 2 % em peso de SiC e tratamento térmico a 1000 °C durante 5 minutos. A resistência à compressão da espuma de vidro produzida estava no intervalo de 1,2-1,7 MPa. A única desvantagem do SiC é que ele se decompõe a temperaturas elevadas (950-1150 °C), e, portanto, aumenta o custo de produção, apesar do curto período de tempo (5 minutos).

Os carbonatos foram utilizados como agentes de formação de espuma em vários estudos [17, 21]. A decomposição de CaCO₃ leva a grande formação de espuma resultando em morfologia de células abertas. CaCO₃ normalmente aglomera-se quando misturado com pó de vidro a frio. Por isso, a mistura precisa de um longo tempo em agitação, 30 minutos, para obter uma distribuição homogênea de poros.

Fernandes e colaboradores [17] utilizaram lodos de CaMg(CO₃) e calcita, resultantes do processo de corte de mármore (constituído por cerca de 99 % de CaCO₃) como agentes espumantes. As espumas que eram constituídas por 2 % em peso de CaMg(CO₃) e 2 % em peso de resíduos de mármore (amostras separadas) tinham baixa densidade (cerca de 0,36 g/cm³) e resistência a compressão (cerca de 2,4 MPa) à temperatura de sinterização igual a 850 °C.

Fernandes e colaboradores [17] obtiveram melhores propriedades mecânicas (resistência à compressão de cerca de 2,4 MPa) a baixa temperatura de sinterização (850 °C) do que Wu e colaboradores [19] que produziram espuma de vidro, usando o SiC como um agente de formação de espuma, com propriedades mecânicas mais baixas (força de compressão máxima 1,7 MPa) à temperatura muito mais alta (1000 °C).

3.2.1.3 Recozimento

Após atingir a temperatura de formação de espuma e completar o tempo necessário para a sinterização, a espuma de vidro deve ser tratada termicamente (recozida). Se a espuma de vidro fosse retirada do forno para a temperatura ambiente diretamente, ela iria fraturar. Quando o vidro é rapidamente resfriado a partir de uma temperatura elevada, ele desenvolve tensões térmicas no seu interior, devido à elevada velocidade de resfriamento. Consequentemente, ocorre contração térmica entre a superfície de vidro e as regiões interiores.

O recozimento alivia as tensões internas que existem no interior do material após a sinterização, através do resfriamento do vidro a uma velocidade lenta. Após o recozimento, a espuma de vidro produzida é mais forte e mais estável. O ponto de recozimento é a temperatura à qual a difusão atômica é suficientemente rápida, de modo a que quaisquer tensões térmicas no interior do material sejam removidas dentro de aproximadamente 15 minutos [4]. Conforme já apresentado na Figura 3.2, o ponto de amolecimento do vidro de soda-cal é de cerca de 700 °C e seu ponto de recozimento é de cerca de 500 °C.

Bernardo e colaboradores [21] realizaram o processo de recozimento resfriando drasticamente a espuma de vidro produzida a uma velocidade superior a 10 °C/min, a partir da temperatura de sinterização de 950 °C até 600 °C, em seguida resfriaram lentamente até 500 °C a uma taxa de cerca de 1 °C/min, em seguida, resfriaram rapidamente até a temperatura ambiente a uma taxa de cerca de 5 °C/min. O resfriamento da espuma de vidro a partir do ponto de recozimento para o ponto de deformação deve ter velocidade muito lenta (0,2- 0,8 °C/min) para evitar qualquer conservação de tensão térmica no interior do corpo de espuma de vidro [24].

Brusatin e colaboradores [16] estabeleceram que a espuma de vidro (usando mistura de vidro de soda-cal / SiC) tem temperatura de recozimento igual a 600 °C, durante 30 minutos e depois foi lentamente resfriada até a temperatura ambiente. Ainda, observam que a espuma de vidro (usando mistura de vidro soda-cal / *carbon black*) foi recozida por resfriamento à temperatura ambiente a uma taxa muito lenta, cerca de 2 °C/min.

3.2.1.4 Resíduos de diferentes composições químicas na produção de espuma de vidro

A utilização dos resíduos de vidro na maioria das aplicações industriais exige um nível rigoroso de pureza. Para a produção convencional (vidro de embalagem), apenas resíduo com composição bem controlada são aceitos. Para atingir 100 % de reciclagem de resíduos de vidro, tem-se que encontrar aplicações de engenharia onde não seja necessária uma estrita pureza no produto final. Produção de espuma de vidro é um processo exemplar de reciclagem total de grandes quantidades de resíduos de vidro para produzir espuma de alta qualidade.

Eidukyavichus e colaboradores [25] utilizaram resíduo de vidro de diferentes composições químicas (mistura de vidro de janela e de vidro de embalagem) para produzir espuma de vidro. O silicato de sódio sob a forma de uma solução aquosa de vidro (1 parte de silicato de sódio em água : 1,5 partes de água destilada) foi adicionado à mistura para homogeneizar a composição química do lote de resíduo de vidro em adição às suas propriedades tecnológicas. A adição de 10 % de solução aquosa de vidro no resíduo de vidro diminuiu a temperatura de amolecimento do vidro em 15-19 %.

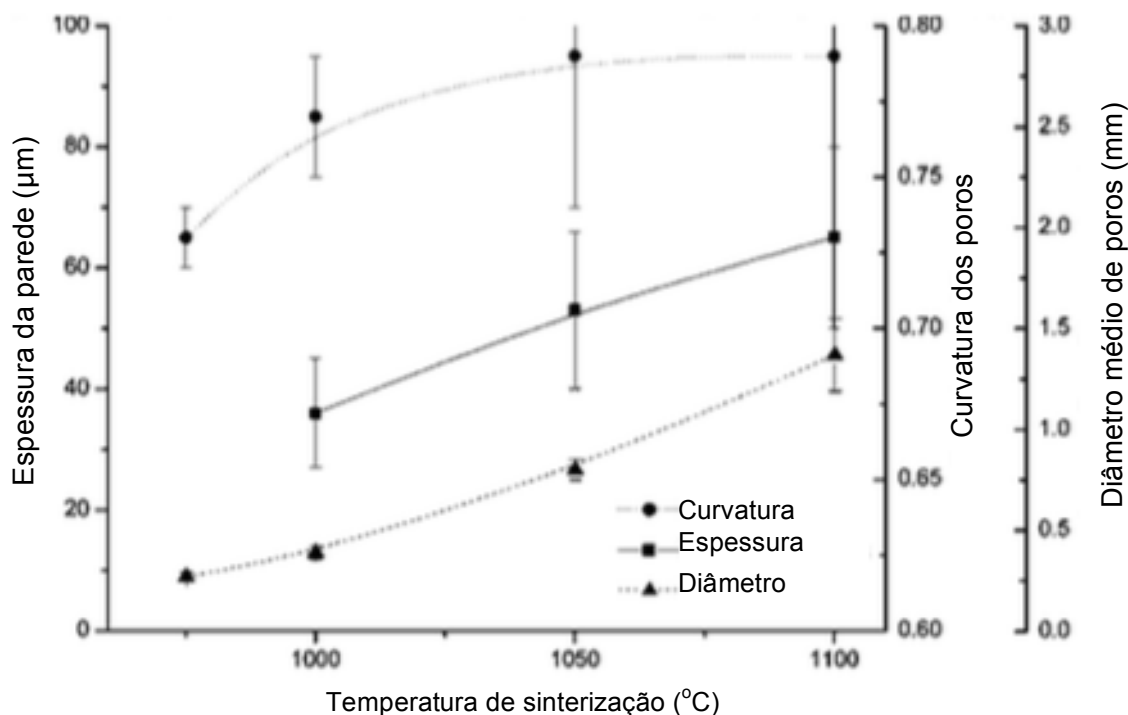
Foi relatado por Manevich e colaborador [14] que o vidro inicial para a produção de espuma de vidro pode ser gerado por processos próprios ou de resíduos comprados, ou uma mistura de ambos. A matéria-prima inicial pode ser obtida de vidro comum, vidro plano, vidro curvo, garrafa incolor, vidro verde. Enquanto que o uso de recipientes marrons, lâmpadas elétricas e cristais de chumbo requerem processamento adicional. Portanto o uso de vidro comum e de vidro de embalagem (incolor e verde) como matéria-prima de espuma de vidro geram produtos de alta qualidade e baixo custo [14].

3.2.1.5 Distribuição de tamanho de poros e resistência mecânica de espumas de vidro

O tamanho dos poros, forma e distribuição dentro de espuma de vidro são afetados por muitos fatores, incluindo o tipo e quantidade de agente espumante, temperatura de sinterização, tempo de sinterização e tamanho de partículas de pó de vidro.

Wu e colaboradores [19] utilizaram SiC para espumar uma mistura de 80 % em peso de resíduo de garrafa de vidro e 20 % em peso de cinzas de carvão. Eles relataram que, conforme a temperatura de sinterização aumentou, os poros aglomeraram ou coalesceram levando a poros maiores. Uma vez que a quantidade de material (vidro sólido) era constante, a predominância de poros maiores significa que o número total de poros diminuiu. As paredes que separam os poros ficaram mais espessas, conforme a temperatura de sinterização aumentou e o número de poros diminuiu. Este efeito é ilustrado pela Figura 3.11.

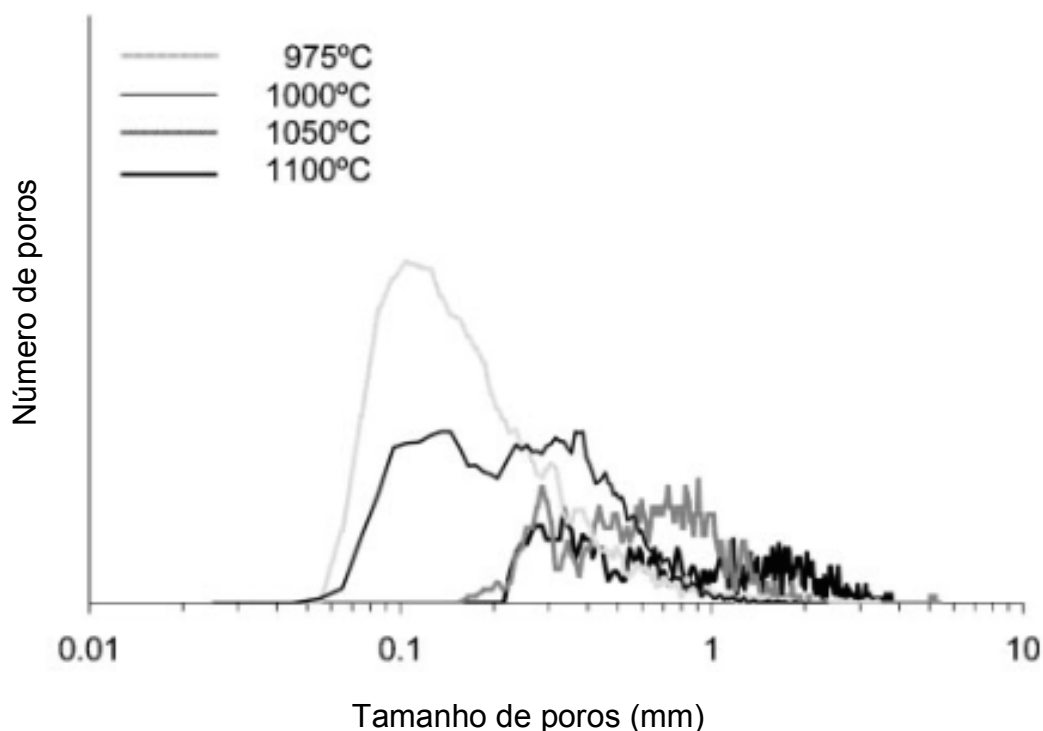
Figura 3.8 O efeito da temperatura de sinterização na espessura da parede, curvatura e diâmetro de poro de espuma de vidro com 2 % em peso de SiC.



Fonte: Adaptado de WU [19].

A distribuição do tamanho de poro para espumas de vidro de diferentes temperaturas de sinterização é apresentada na Figura 3.12.

Figura 3.9 Tamanho dos poros versus número de poros de espumas de vidro sinterizadas a temperaturas de sinterização diferentes.



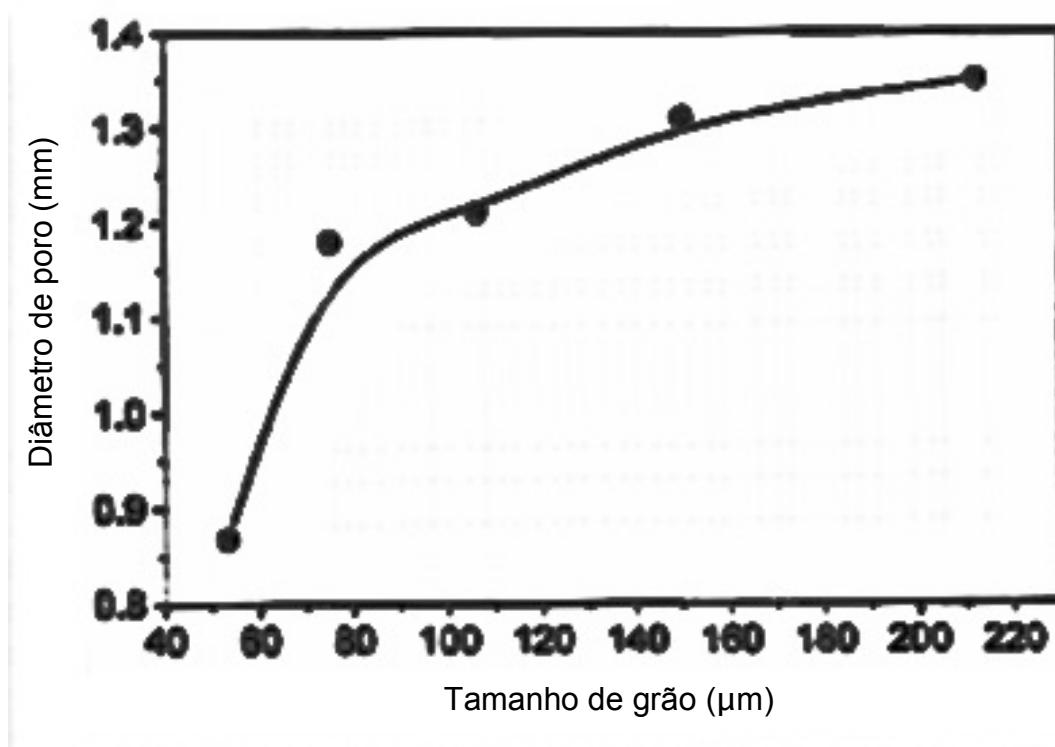
Fonte: Adaptado de WU [19].

Na Figura 3.12 pode-se observar que as espumas de vidro sinterizadas a temperatura mais baixa tiveram uma distribuição de tamanho menor que as sinterizadas em temperaturas mais elevadas. As espumas sinterizadas em temperaturas mais baixas apresentaram maior número de poros num intervalo mais estreito de tamanhos de poro. Conforme a temperatura de sinterização aumentou, a extensão da faixa de tamanho ficou maior, isto é, menor número de poros com maior intervalo de tamanhos de poro, conforme a distribuição à temperatura de 1100 °C [19].

Um fator importante que afeta a morfologia do poro é o tamanho de partícula do pó de vidro. A homogeneidade da distribuição do tamanho do poro é afetada pelo

tamanho das partículas de vidro. Brusatin e colaboradores [16] relataram que conforme o tamanho de partícula do pó de vidro aumentou, os tamanhos médios de célula aumentavam (como ilustrado na Figura 3.13) e que o uso de pó de vidro fino atingiu maior homogeneidade na distribuição do tamanho dos poros.

Figura 3.10 Diâmetro do poro em função do tamanho de partícula do pó de vidro (pó de vidro de soda-cal / 5 % em peso SiC).



Fonte: Adaptado de BRUSATIN [16].

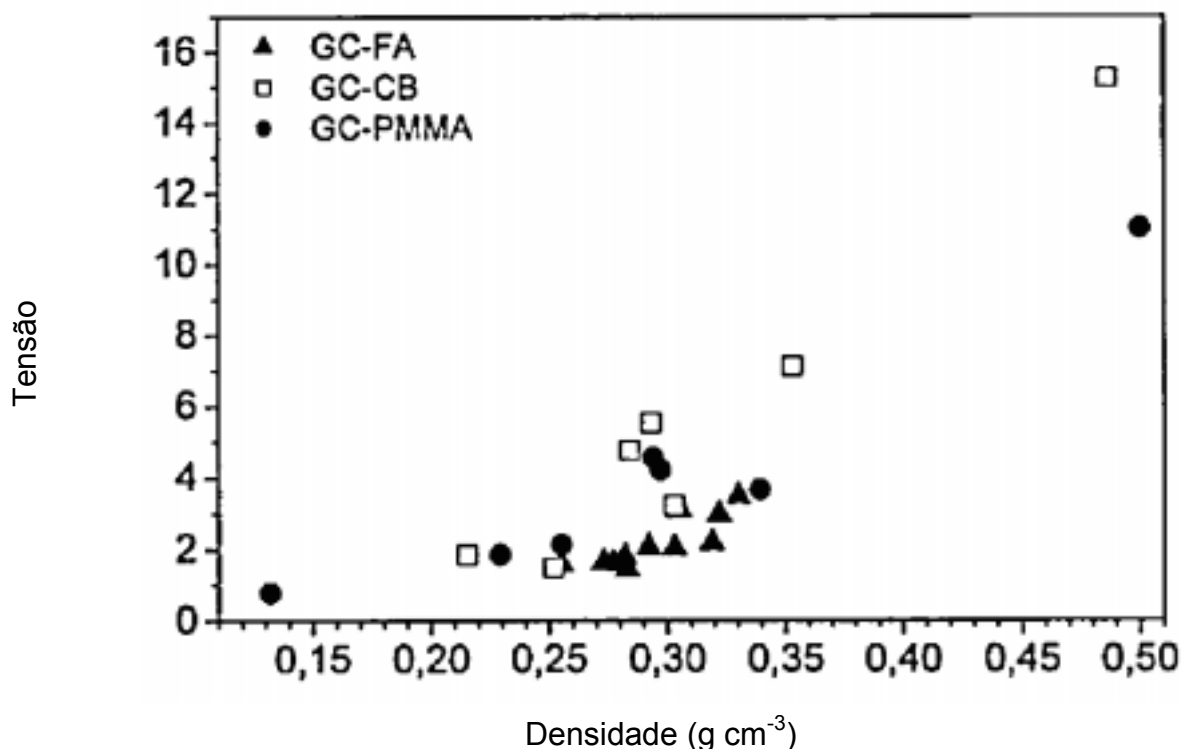
É usual o relato de que, conforme a densidade da espuma de vidro diminui, a resistência à compressão diminui, e isso funciona como uma regra geral [16, 26]. No entanto, alguns estudos relataram o oposto. Brusatin e colaboradores [16] observaram que, quando foi usada alta temperatura de sinterização (primeiramente aquecendo vidro de soda-cal a 950 °C e mantendo durante 30 minutos, e em seguida aquecendo a 1000 °C e mantendo durante 30 minutos), a distribuição do tamanho de poro era não homogênea mesmo mantendo o tamanho de partícula do pó de vidro constante. A alta temperatura de formação de espuma produziu uma espuma com estrutura grosseira, ou seja, com poros maiores e estruturas mais

espessas. Essa espuma de estrutura grosseira teve maior densidade, mas apresentou uma menor resistência devido à existência dos poros grandes que a enfraqueceram. Além disso, existiam grandes vazios no interior das estruturas, o que reduziu a sua resistência.

A resistência à compressão da espuma de vidro não depende apenas da sua densidade. Ela depende também do tamanho, forma e distribuição dos poros no interior da espuma. Morgan e colaboradores [26] concluíram que, quanto menor o tamanho da célula, mais forte é a espuma.

A Figura 3.14 permite visualizar que as amostras podem ter densidades comparáveis, mas diferentes resistências à compressão.

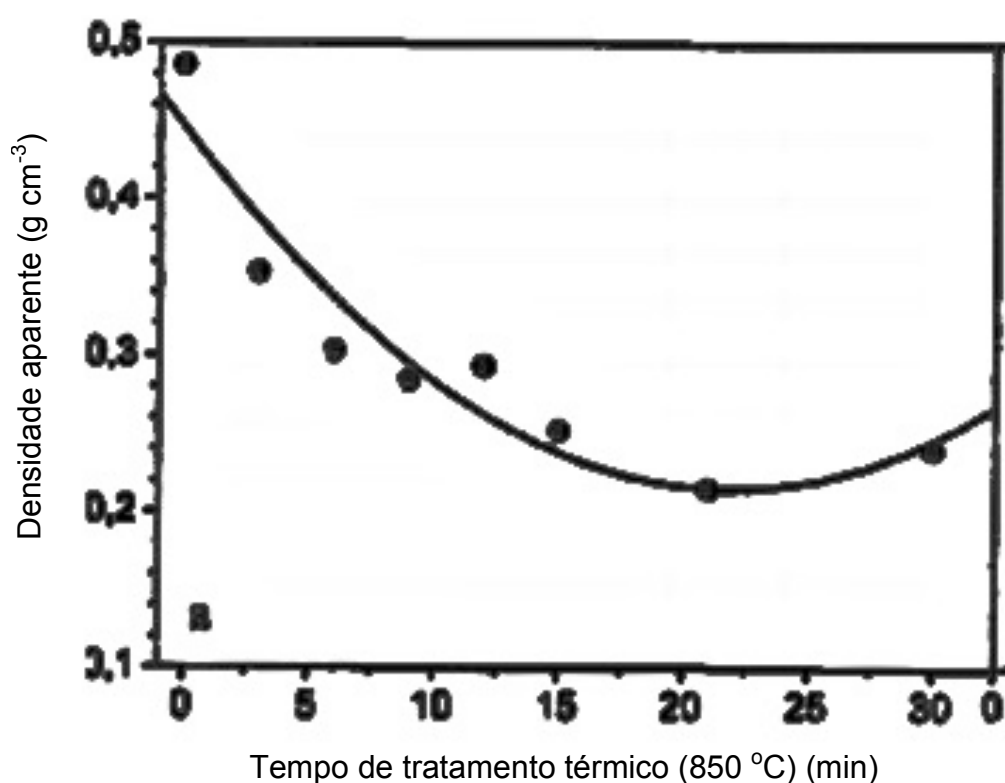
Figura 3.11 Resistência à compressão de amostras de espuma de vidro em função da sua densidade (GCFA: pó de vidro / cinzas volantes, GC-CB: pó de vidro / carbon black, GC-PMMA: pó de vidro / termoplástico polimetilmetacrilato).



Fonte: Adaptado de BRUSATIN [16].

A densidade da espuma de vidro é afetada por muitos fatores, incluindo temperatura de sinterização, tempo de sinterização, tipo e quantidade de agente espumante e o tamanho das partículas de pó de vidro. Brusatin e colaboradores [16] determinaram que, conforme o tempo de sinterização aumenta a densidade diminui até que se atinja um valor mínimo em um tempo crítico de sinterização (ver Figura 3.15).

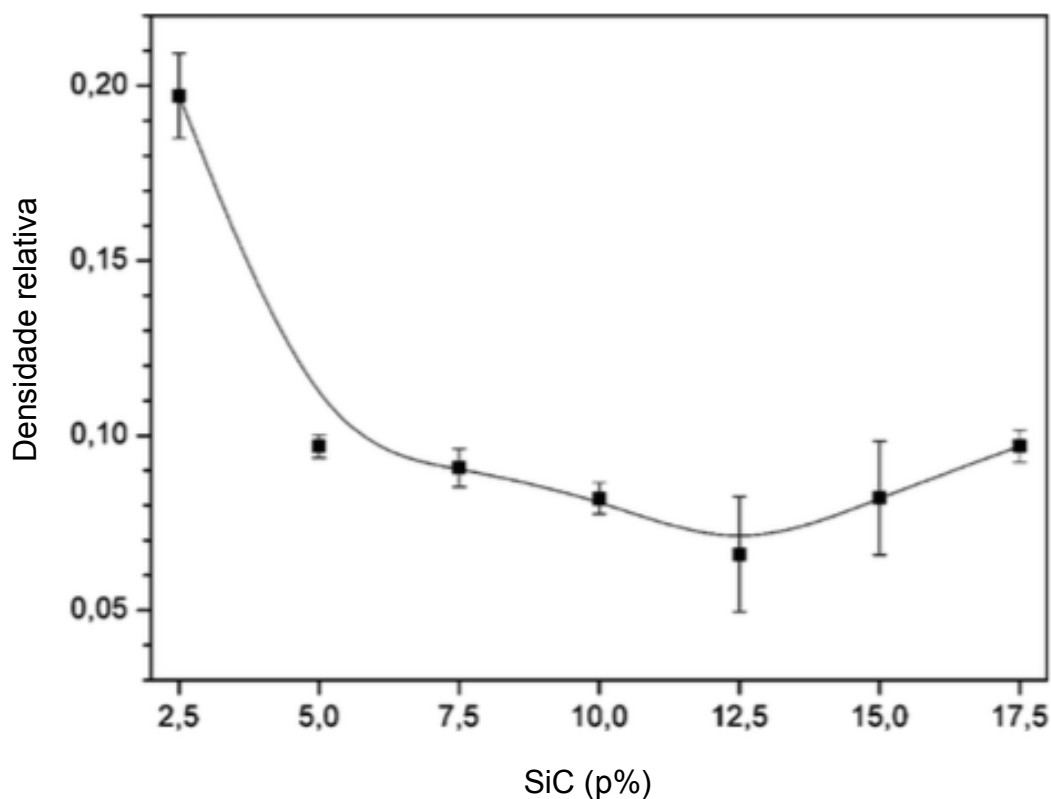
Figura 3.12 Densidade aparente em função do tempo de sinterização em $T = 850\text{ }^{\circ}\text{C}$ para uma mistura pó de vidro / *carbon black*.



Fonte: Adaptado de BRUSATIN [16].

A respeito da relação entre a densidade da espuma e a quantidade de agente espumante, Bernardo e colaboradores [21] relataram que a densidade relativa mínima de 0,08 é atingida em 12,5 % em peso de SiC. No entanto, conforme a porcentagem de SiC aumenta além de 12,5 % em peso, a densidade relativa começou a aumentar devido ao fenômeno de coalescência (como mostrado na Figura 3.16).

Figura 3.13 A relação entre a densidade relativa de espuma de vidro e o percentual de adição de SiC.



Fonte: Adaptado de BERNARDO [21].

3.2.1.6 Aditivos em espumas de vidro

A influência da composição do vidro e de diferentes aditivos nas espumas de vidro tem sido estudados nos últimos anos na busca da melhora das suas propriedades, como densidade, microestrutura e propriedades mecânicas.

Lakov e colaboradores [27] estudaram a sintetização de espumas de vidro feitas a partir de embalagens de vidro, fazendo uma formulação onde os agentes espumantes foram o vidro líquido e a glicerina, variando as concentrações, a temperatura e tempo de queima para avaliar se era possível obter uma espuma de vidro com qualidade comercial. O melhor resultado encontrado foi alcançado com a temperatura de 850 °C, por 10-15 minutos e taxa de aquecimento de 50-80 °C/min, utilizando 1,5 % de glicerina e 5 % de vidro líquido. Os resultados mostraram que o tamanho de poros ficou no intervalo de 0,25 a 2,00 mm, o coeficiente de

condutividade térmica λ [W/(mK)] ficou no intervalo de 0,02 a 0,08, ambos compatíveis com valores de espumas de vidro industriais.

Para avaliar os efeitos de Si_3N_4 e MnO_2 na formação de espuma em um vidro de soda-cal, Llaudis e colaboradores [18] variaram parâmetros da quantidade usada de cada reagente, de temperatura e tempo de queima. Concluíram que o MnO_2 promove de forma eficaz a oxidação de Si_3N_4 , maximizando a sua ação de formação de espuma no vidro amolecido, a uma temperatura relativamente baixa (muito menor do que a necessária para a decomposição do Si_3N_4 puro); os altos níveis de porosidade em espumas com Si_3N_4 / MnO_2 estão associados a coalescência das células e a distribuição de tamanho de célula bimodal, que afetam negativamente as propriedades mecânicas; e que a evolução microestrutural pode ser controlada diminuindo a temperatura de processamento, ou reduzindo o tempo de queima, ambos eficazes para evitar a coalescência das células e para promover uma distribuição monomodal do tamanho das células.

Liao e colaborador [28] verificaram a influência de Na_2CO_3 na geração de espuma de vidro com sedimento de reservatório de água. Espumas de vidro reciclado foram produzidas a partir de sedimentos reservatório de água com adição de 10 % e 15 % de Na_2CO_3 , respectivamente, a temperaturas de calcinação de 750-1050 °C. Para as amostras de Na_2CO_3 a 10 %, os poros inicialmente se formaram na superfície e foram selados pela fase vítrea, com o aumento da temperatura. A formação da fase vítrea foi promovida pela adição de Na_2CO_3 resultando em espumas obtidas a 750 °C, com 15 % de Na_2CO_3 . O aumento da temperatura de 750 a 1050 °C diminuiu o volume específico (1,34 para 0,81 g/cm³) e a resistência à compressão (5,15 MPa para 1,07 MPa), o que fez os poros no interior das espumas crescerem e coalescerem.

Tulyaganov e colaboradores [29] produziram espumas de vidro de alta resistência à compressão usando aparas de vidro plano com o auxílio de 1 % de SiC, como agente espumante, e a incorporação de pequenas quantidades de um pó de vidro de um aluminossilicato alcalino-terroso (AD), que é intrinsecamente sujeito a ser cristalizado a anortita e diopsida. Os resultados experimentais mostraram que microestruturas homogêneas de grandes poros podem ser obtidas pela adição de 1 % de SiC. A resistência à compressão das espumas de vidro foi aumentada consideravelmente (0,239-0,309 MPa) quando incorporado o vidro AD superior a 1 %. Concluíram que a presença do vidro AD foi benéfico para as espumas de vidro

produzidas por causa da formação de uma estrutura de favo de mel, que apresenta uma distribuição ótima de poros em forma pentagonal e hexagonal, circundadas por estruturas densas.

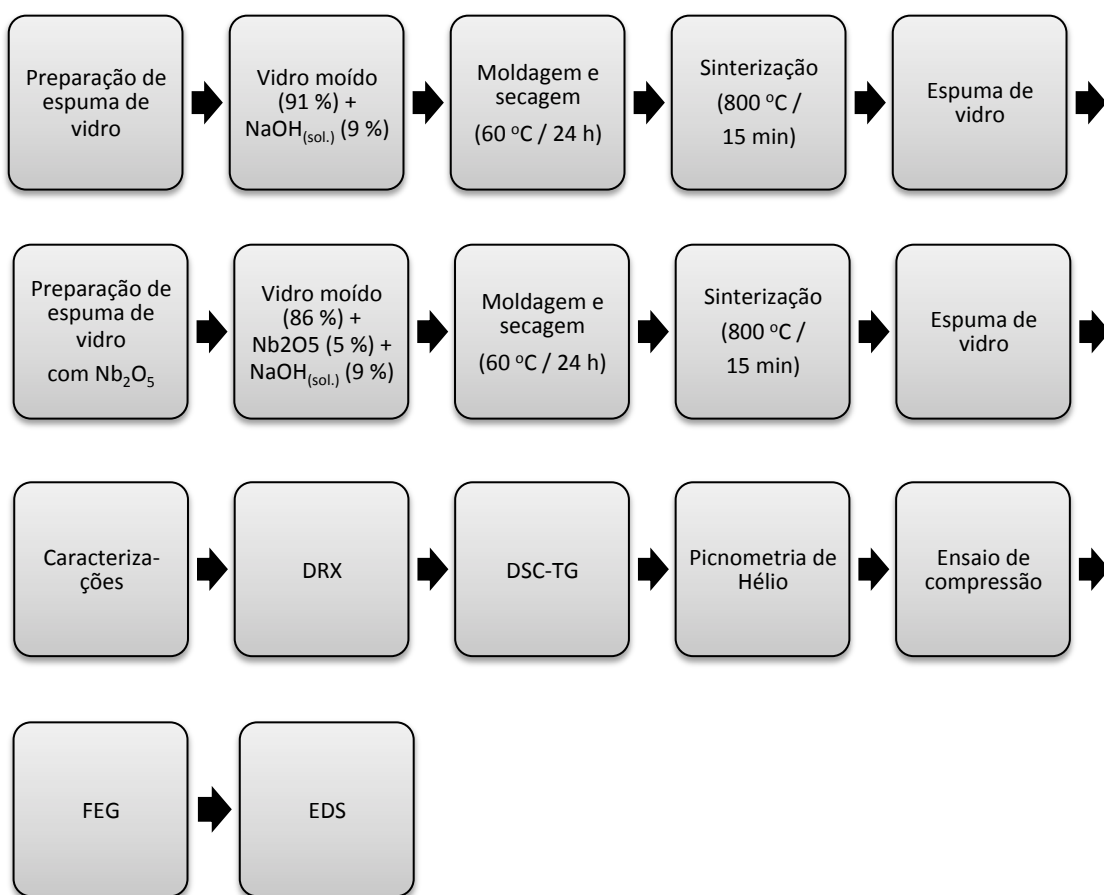
Méar e colaboradores [30] investigaram as microestruturas de espumas de vidro sintetizadas a partir de vidros de tubos de raio catódico que continham chumbo, sendo esta abordagem um possível método para a reciclagem de vidros contendo PbO (20-22 %). Espumas de vidro foram preparadas utilizando várias concentrações de SiC ou TiN como agente redutor, para diferentes temperaturas e tempos de reação. A reação entre o agente redutor e o óxido de chumbo nos vidros produziu uma fase gasosa na rede (CO_2 e N_2 para SiC e TiN, respectivamente) e chumbo metálico. O gás se expandiu, o que resultou em uma estrutura celular porosa. O aumento na quantidade de SiC ou TiN e no tempo de reação mostrou aumentar o tamanho de poros, de 50 a 100-300 μm . O aumento na temperatura também ocasionou um aumento do diâmetro de poro, sendo que em 750 °C, para ambos os agentes redutores, uma distribuição homogênea foi observada.

Ainda não há relato na literatura de um estudo da mistura de vidro plano, hidróxido de sódio e pentóxido de nióbio para geração de espuma de vidro.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais e métodos para atingir o objetivo do presente trabalho podem ser vistos na Figura 4.1 e estão descritos a seguir. Também estão descritas as análises que foram realizadas para a caracterização do material sintetizado.

Figura 4.1 Fluxograma de trabalho.



Fonte: O Autor.

4.1 Preparação da espuma de vidro

Para a preparação da espuma de vidro utilizou-se resíduo de vidro plano comercial (Saint Gobain), previamente cominuído em moinho de bolas, e peneirado em peneira de 400 Mesh. A este resíduo foi adicionado pentóxido de nióbio (CBMM

– 99,3 %), peneirado em peneira de 400 Mesh. Em seguida esta massa seca foi misturada com hidróxido de sódio (CRQ) solubilizado em 1 g/mL de água, formando uma massa cerâmica, armazenada em molde de 3,50 cm de diâmetro e 0,80 cm de altura. A proporção utilizada foi de 86 % de vidro moído, 5 % de Nb_2O_5 e 9 % de NaOH para amostras de 10,0 g.

A massa cerâmica foi levada à estufa a 60 °C durante 24 horas para secagem. Após secas, as amostras foram sinterizadas em mufla à temperatura de 800 °C com tempo de sinterização igual a 15 minutos. Assim, obtiveram-se as amostras de espumas de vidro.

Para avaliação do efeito do pentóxido de nióbio nas propriedades mecânicas da espuma, também sintetizou-se espuma de vidro sem o aditivo, utilizando o mesmo método, com a proporção de 91 % de vidro moído e 9 % de NaOH.

4.2 Caracterização da espuma de vidro

Para caracterizar as espumas de vidro utilizou-se das técnicas de difratometria de raios X (DRX), análise termogravimétrica e varredura diferencial de calorimetria (DSC), picnometria de Hélio, ensaio de compressão, microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (FEG) e microanálise química por níveis de energia dispersiva de raios X (EDS).

4.2.1 Difração de raios X (DRX)

A espuma sintetizada foi triturada e peneirada em peneira de 400 Mesh. O pó resultante foi caracterizado pela técnica de difração de raios X (DRX), para a obtenção de informações das fases do sistema.

As medidas que resultaram em dados foram realizadas em um difratômetro SHIMADZU XRD 6000 com radiação CuK α a 40 kV e 40 mA e uma taxa de varredura de 2 °/min, de 10 ° a 90 °, que serviu para acompanhar o desenvolvimento das fases cristalinas.

4.2.2 Análise termogravimétrica e varredura diferencial de calorimetria (DSC)

As análises termogravimétrica e termodiferencial foram realizadas em um intervalo de aquecimento entre 26 °C e 800 °C, a uma taxa de aquecimento de 10 °C/min em atmosfera de Argônio. Estas análises foram realizadas utilizando o equipamento de análise térmica marca SETARAM INSTRUMENTATION modelo LABSYS EVO.

4.2.3 Picnometria de Hélio

O ensaio para determinação da densidade e do percentual de poros foi realizado utilizando-se um picnômetro de gás marca QUANTACHROME INSTRUMENTS, modelo ULTRAPYCNOMETER 1000. Utilizaram-se amostras em pó e em corpo de prova. As amostras foram dimensionadas de forma que preenchessem o espaço do porta amostra e o equipamento funcionou com inserção de gás Hélio.

4.2.4 Ensaio de compressão

O ensaio de resistência a compressão foi realizado no equipamento de marca SHIMADZU modelo AUTOGRAPH AGS. Neste ensaio, o corpo de prova foi fixado entre duas placas lisas adaptadas, sendo, uma fixa e outra móvel e sofre a aplicação de uma força axial compressiva, levando a sua ruptura, obtendo-se assim um valor de tensão suportada. Foram realizados testes no corpo de prova com e sem o pentóxido de nióbio.

4.2.5 Microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (FEG) e microanálise química por níveis de energia dispersiva de raios X (EDS)

A microestrutura da espuma de vidro foi caracterizada através da análise de imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (FEG). Foi realizado um ensaio de microanálise química (EDS) em conjunto com a microscopia. As amostras de espuma de vidro foram preparadas para essa análise. Elas sofreram um lixamento de sua superfície para eliminar irregularidades, em seguida foram postas em banho de ultrassom por 4 horas e foram secas em estufa a

60 °C por 24 horas. Por último, receberam uma deposição de camada de ouro por técnica de *sputtering*. O equipamento utilizado para a obtenção das micrografias foi o microscópio eletrônico de varredura de alta resolução marca TESCAN modelo MIRA 3 LMH.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

A espuma de vidro obtida pode ser vista na Figura 5.1. Os corpos de prova a verde possuíam 3,50 cm de diâmetro e 0,80 cm de altura. Após a etapa de sinterização, elas expandiram para 4,00 cm de diâmetro e 0,90 cm de altura, um aumento de aproximadamente 15 %. Os resultados e discussões das caracterizações estão apresentados em seguida.

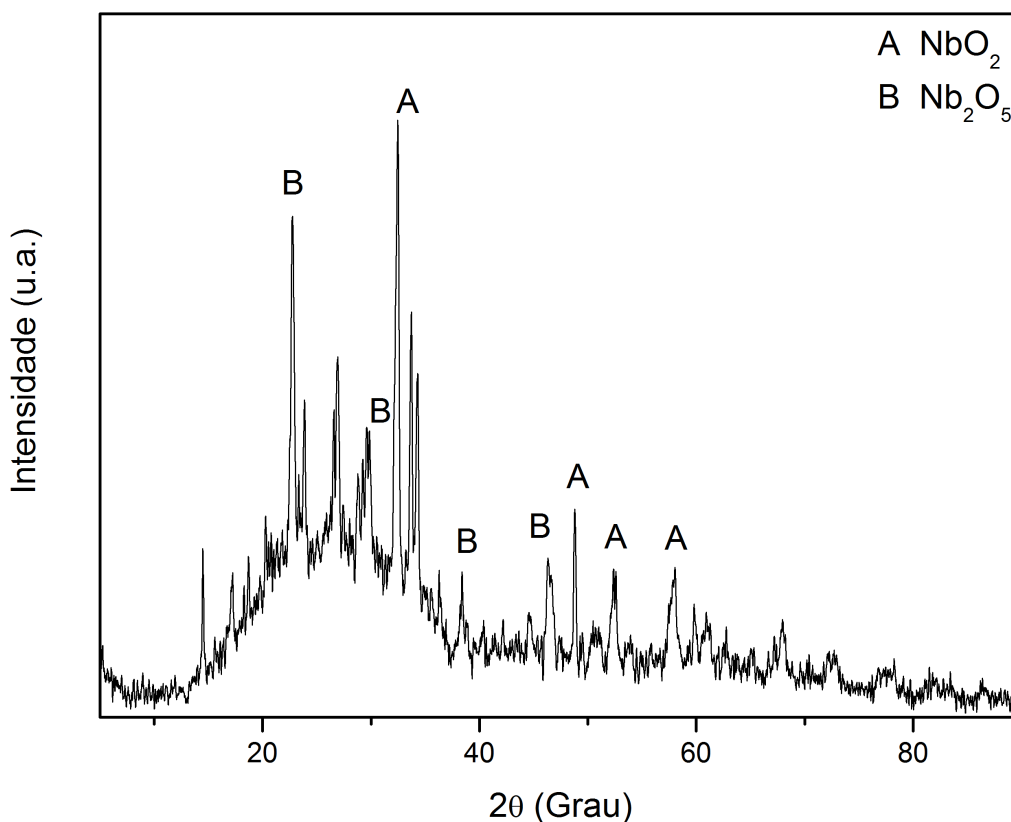
Figura 5.1 Espuma de vidro sintetizada.



Fonte: O autor.

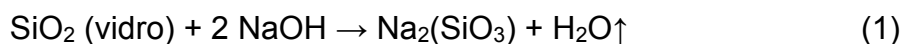
5.1 Difração de raios X (DRX)

Figura 5.2 Difratoograma de raios X da espuma de vidro.



Fonte: O autor.

O processo de formação de poros na espuma cerâmica está associado à reação do vidro moído com o hidróxido de sódio através da reação (equação 1):



Porém, o sistema gerador de poros não é tão simplista como a equação (1).

Pela Figura 5.2 é possível notar o comportamento predominantemente amorfo da amostra, uma propriedade extrínseca do vidro. Ainda assim, alguns picos podem ser vistos, devido as fases cristalinas, como o NbO_2 , ficha PDF 17-717, e o Nb_2O_5 , ficha PDF 28-317, que estão dispersos pela espuma de vidro, e ainda, alguns outros picos podem ser sugeridos na região encoberta, como os SiO_2 , ficha PDF 78-1255, Ca_2SiO_4 , ficha PDF 33-302, $\text{Ca}_3\text{Al}_2(\text{SiO}_4)_3$, ficha PDF 72-1251, $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$, ficha PDF 53-1234, $\text{NaAlSi}_2\text{O}_6$, ficha PDF 80-1561 e $\text{Na}_4\text{Ca}_4\text{Si}_6\text{O}_{18}$, ficha PDF 75-1687.

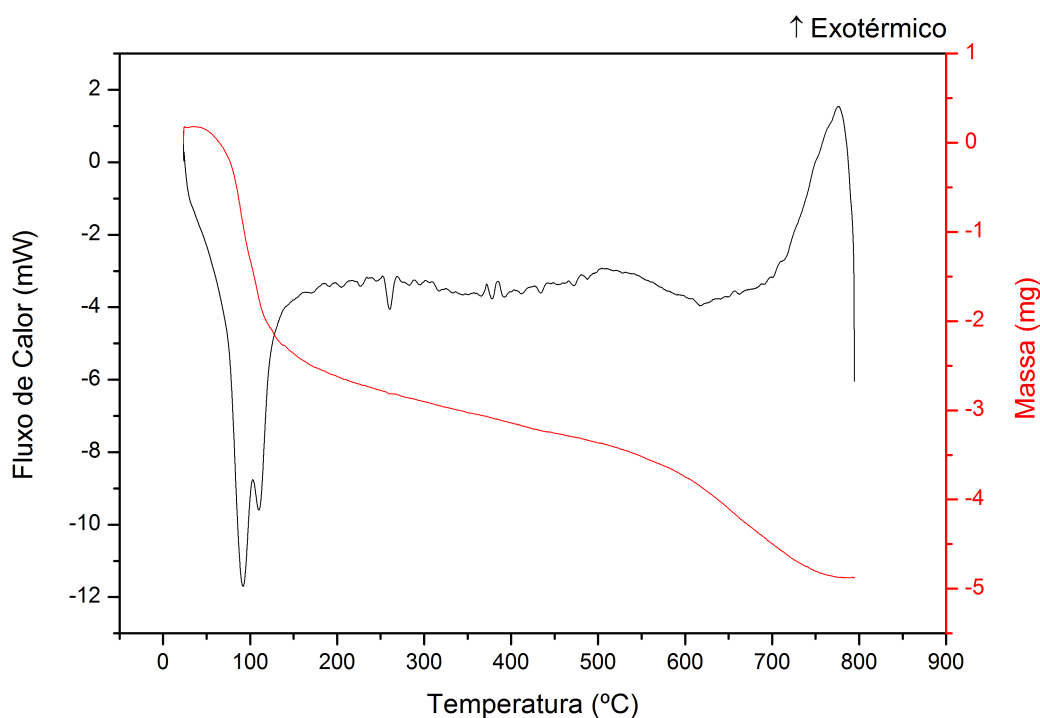
Em uma pesquisa relacionada, foi concluído por Bento e colaboradores [16] que a adição de TiO_2 a uma espuma de vidro aumentou a sua resistência mecânica

e influenciou a formação e distribuição de poros, assim, afirma-se que a presença de Nb_2O_5 na composição da espuma de vidro tenha também influenciado durante sua formação de espuma.

Não foi observado nenhum pico referente ao hidróxido de sódio, concluindo-se que o NaOH utilizado na sinterização da espuma reagiu muito próximo da totalidade ou totalmente com os demais reagentes, os óxidos de silício, cálcio e alumínio.

5.2 Análise termogravimétrica e varredura diferencial de calorimetria (DSC)

Figura 5.3 Termograma da espuma de vidro (86 % vidro moído, 5 % Nb_2O_5 , 9 % NaOH).



Fonte: O autor.

Analizando o termograma da massa a verde da espuma de vidro na Figura 5.3, com relação a massa, a amostra sofreu duas perdas, a primeira entre 93-150 °C e a segunda entre 550-750 °C. As perdas se dão, provavelmente, à perda de água, sendo a primeira a evaporação da água residual presente na amostra, e a segunda, a eliminação de água reticular presente na estrutura do vidro.

As variações da quantidade calor estão relacionadas a transições de fase. O termograma demonstra as mudanças nas fases do vidro, devido a presença do

Nb_2O_5 . Foram observadas três faixas de temperatura distintas de transição, a primeira, entre 50 °C e 150 °C, outra entre 150 °C e 650 °C, e a última entre 650 °C e 750 °C. O último intervalo de temperatura é caracterizado pela transição vítrea, intervalo de trabalho de vidros planos, onde o vidro sofre sua conformação para sua aparência final.

5.3 Picnometria de Hélio

A partir da picnometria foram obtidos valores de volume das amostras, chegando a um valor de densidade média calculada. Também foram obtidos os valores de densidade aparente (ρ_a , espuma) e densidade real (ρ_r , pó) da amostra preparada.

Para o pó da espuma de vidro triturada, foi realizada uma leitura com dez corridas de gás, assim, obtiveram-se os valores da Tabela 5.1. Para os corpos de prova das espumas cerâmicas foram realizadas três leituras, cada uma com dez corridas de gás, gerando os dados das Tabelas 5.2, 5.3 e 5.4.

Tabela 5.1 Dados de picnometria de Hélio para o pó da espuma de vidro.

Corrida	Massa (g)	Volume (cm^3)	Densidade (g/cm^3)
1	19,29	7,57	2,55
2	19,29	7,55	2,55
3	19,29	7,58	2,55
4	19,29	7,56	2,55
5	19,29	7,62	2,53
6	19,29	7,53	2,56
7	19,29	7,53	2,56
8	19,29	7,53	2,56
9	19,29	7,54	2,55
10	19,29	7,53	2,56
Média dos valores	19,29	7,55	2,55

Fonte: O autor.

Tabela 5.2 Dados de picnometria de Helio para os corpos de prova das espumas de vidro.

Corrida	Massa (g)	Volume (cm³)	Densidade (g/cm³)
1	11,75	7,17	1,64
2	11,75	7,18	1,64
3	11,75	7,18	1,63
4	11,75	7,18	1,64
5	11,75	7,19	1,63
6	11,75	7,20	1,63
7	11,75	7,19	1,63
8	11,75	7,20	1,63
9	11,75	7,20	1,63
10	11,75	7,21	1,63
Média dos valores	11,75	7,19	1,63

Fonte: O autor.

Tabela 5.3 Dados de picnometria de Helio para os corpos de prova das espumas de vidro.

Corrida	Massa (g)	Volume (cm³)	Densidade (g/cm³)
1	11,74	6,33	1,86
2	11,74	6,27	1,87
3	11,74	6,24	1,88
4	11,74	6,22	1,89
5	11,74	6,23	1,88
6	11,74	6,22	1,88
7	11,74	6,20	1,89
8	11,74	6,21	1,89
9	11,74	6,17	1,90
10	11,74	6,19	1,90
Média dos valores	11,74	6,23	1,88

Fonte: O autor.

Tabela 5.4 Dados de picnometria de Helio para os corpos de prova das espumas de vidro.

Corrida	Massa (g)	Volume (cm ³)	Densidade (g/cm ³)
1	20,07	15,09	1,33
2	20,07	15,06	1,33
3	20,07	15,03	1,33
4	20,07	15,00	1,34
5	20,07	15,00	1,34
6	20,07	14,97	1,34
7	20,07	14,96	1,34
8	20,07	14,93	1,34
9	20,07	14,90	1,35
10	20,07	14,92	1,34
Média dos valores	20,07	14,99	1,34

Fonte: O autor.

Assim, determinou-se que o valor de densidade real da amostra era igual a 2,55 g/cm³ e o de densidade aparente igual a 1,62 g/cm³. Através da equação da densidade relativa,

$$\rho = \frac{\rho_a}{\rho_r}$$

obteve-se o valor de 0,635, classificando-o como um material sólido poroso. A determinação da porosidade da amostra é feita conforme a seguinte equação,

$$P = 1 - \left(\frac{\rho_a}{\rho_r} \right) \times 100\%$$

assim, sua porosidade total foi igual a 36,50 %.

5.4 Ensaio de compressão

Foram realizados ensaios de compressão para uma espuma de vidro com e sem adição de Nb₂O₅, os resultados obtidos estão listados na Tabela 5.5.

Tabela 5.5 Dados do ensaio de compressão das espumas de vidro.

Amostra	% Nb ₂ O ₅	Tensão máxima (MPa)
1	0	1,02
2	0	1,00
3	5	1,36
4	5	1,57

Fonte: O autor.

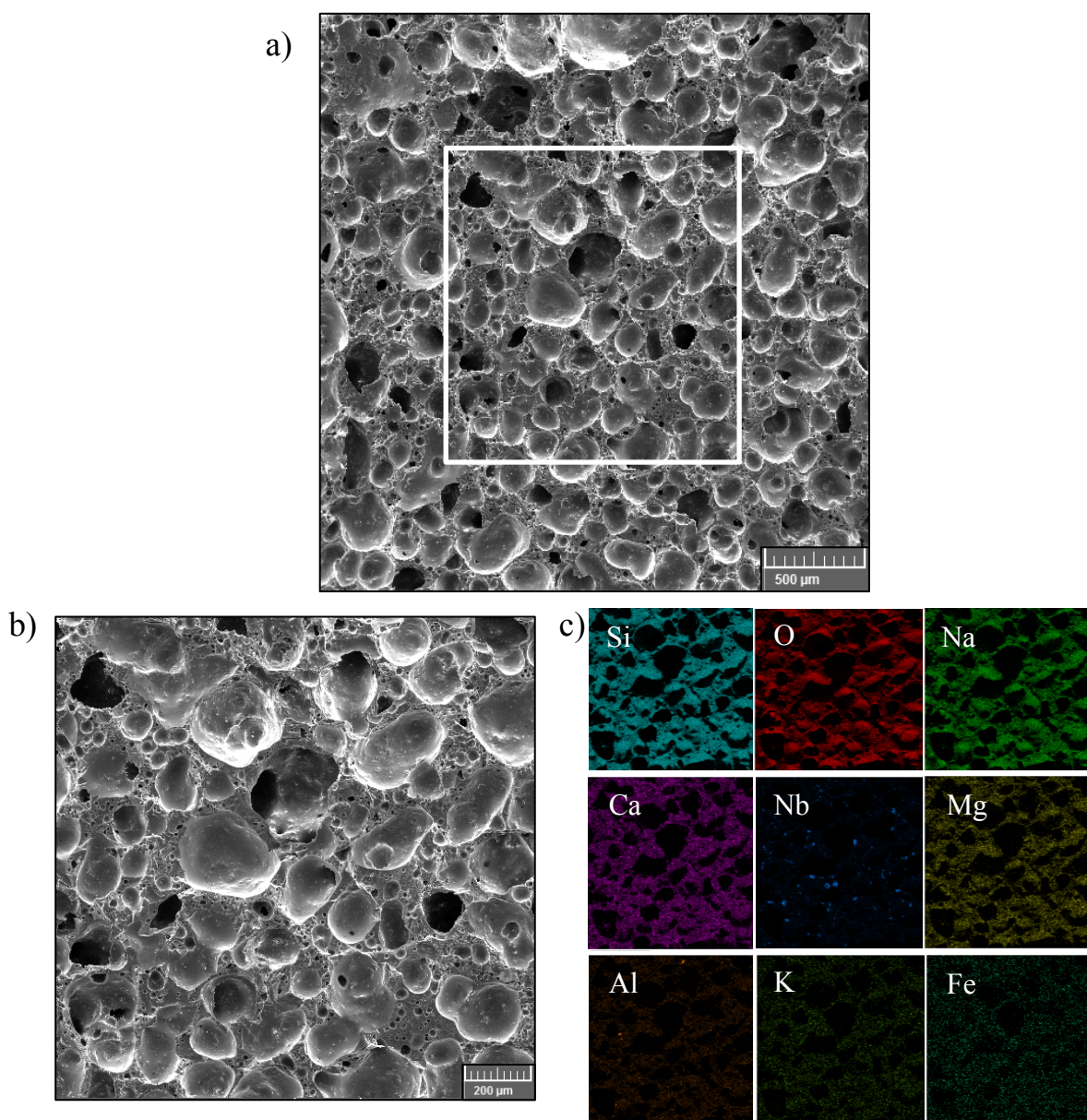
Sendo as espumas de vidro materiais frágeis, o seu mecanismo de falha se dá por fratura. Segundo Gibson e colaborador [10], esse mecanismo para espumas sob compressão possui a curva típica força-deslocamento caracterizado por três regimes: linear elástico, correspondendo à flexão da aresta da célula; um patamar de tensão, correspondendo ao colapso progressivo das células por fratura frágil e, por último, a densificação, correspondendo ao colapso das células por todo o material e subsequente carregamento das arestas das células e faces, umas sobre as outras.

A Tabela 5.5 demonstra a diferença da resistência mecânica entre uma amostra sem Nb₂O₅ e outra com Nb₂O₅. A tensão suportada pela amostra sem Nb₂O₅, em média, foi de 1,01 MPa, enquanto que a amostra contendo Nb₂O₅ suportou, em média, 1,46 MPa. Assim, a adição de pentóxido de nióbio aumentou a resistência mecânica da amostra de espuma de vidro em 44,50 %. Uma vez que a presença de poros maiores levaria à diminuição da resistência mecânica das espumas de vidro (Brusatin e colaboradores [16]), já que o poros atuam como concentradores de tensões, agindo como defeitos para iniciação de fraturas, esta maior resistência observada na espuma de vidro contendo pentóxido de nióbio está associada muito provavelmente à uma menor expansão volumétrica, ou seja, a uma menor porosidade.

5.5 Microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (FEG) e microanálise química por níveis de energia dispersiva de raios X (EDS)

Obtiveram-se as seguintes imagens da amostra de espuma de vidro.

Figura 5.4 a) Micrografia da espuma de vidro, b) Ampliação de região para microanálise química, c) Microanálise química.



Fonte: O autor.

Pode ser observada a porosidade da amostra, comprovando sua estrutura de sólido poroso, com uma faixa de distribuição de tamanho de poros entre 50-300 μm , com uma distribuição regular sobre a superfície analisada.

A adição de Nb_2O_5 diminuiu a espumação do material, reduzindo sua expansão volumétrica, obtendo assim poros menores. Provavelmente, isto se deva ao fato de que a fase vítrea, sendo mais viscosa, apresentou maior resistência à ruptura da parede do poro que está expandindo pela evolução da fase gasosa. Como resultado, os poros tiveram formato mais esférico.

A micrografia comprova a eficiência do uso do agente espumante, NaOH . Com pequena quantidade, mas suficiente para ser revelada na microanálise química, aparece o nióbio, entre os outros elementos formadores do vidro, como silício, oxigênio, sódio, cálcio, magnésio, alumínio, potássio e ferro.

6 CONCLUSÕES

As espumas de vidro podem ser indicadas para inúmeras aplicações, dentre as quais como isolante térmico, isolante acústico, assim como para proteger estruturas da erosão, umidade e fogo, uma vez que suas propriedades físicas não se alteram em uma larga faixa de temperatura. Visto que ainda não existem relatos na literatura da adição de nióbio na elaboração de espumas de vidro e com o propósito de aumentar a resistência mecânica, formulou-se e sintetizou-se uma espuma de vidro com pentóxido de nióbio.

Foram realizadas caracterizações da espuma de vidro obtida para avaliação de suas propriedades. Pela difração de raios X (DRX) e pela microanálise química por níveis de energia dispersiva de raios X (EDS), determinaram-se as fases cristalinas presentes na espuma e mostrou-se o nióbio incorporado na matriz vítrea. Com a análise termogravimétrica e varredura diferencial de calorimetria (DSC), obtiveram-se resultados a respeito do comportamento térmico durante o processamento da espuma, mostrando suas transições de fase e perdas de massa. Já pela picnometria de Hélio, foram obtidos dados a respeito da densidade relativa da amostra, assim, podendo calcular-se sua porosidade total que é igual a 36,50 %. Através do ensaio de compressão, comprovou-se que a adição do pentóxido de nióbio como carga para reforço mecânico foi eficiente, melhorando a resistência mecânica em 44,50 %. Finalmente, pela microscopia eletrônica de varredura de alta resolução (FEG), foi possível observar a regularidade de poros, seu tamanho, e que o agente espumante sem carbono (NaOH) foi eficiente e gerou porosidade na espuma.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Comprovada que a metodologia utilizada neste trabalho é eficaz na fabricação de espumas de vidro, e com a obtenção de resultados favoráveis para a composição estudada, é viável a exploração desta linha de pesquisa nas mais diversas aplicações. Pode-se sugerir os seguintes trabalhos futuros:

1. Estudar a compatibilidade do método empregado com a utilização de outros óxidos.
2. Verificar a influência de outros parâmetros que afetem a morfologia e a estrutura da espuma, como vidros de diferentes composições, diferentes taxas de aquecimento e temperaturas de sinterização.

8 REFERÊNCIAS

- [1] SMITH, W. **Principles of Materials Science and Engineering**. McGraw-Hill Inc., p. 577-597, 1996.
- [2] VOGEL, W. **Glass Chemistry**. Springer-Verlag, p. 22-33, Berlin, 1994.
- [3] ZOLEO, A.; BRUSTOLON, M.; BARBON, A.; SILVESTRI, A.; MOLIN, G.; TONIETTO, S. Fe(III) and Mn(II) EPR quantitation in glass fragments from the palaeo-Christian mosaic of St. Prosdocius (Padova, NE Italy): Archaeometric and colour correlations. **Journal of Cultural Heritage**, v. 16, p. 322-328, 2015.
- [4] CALLISTER, W. **Materials Science and Engineering an Introduction**. John Wiley & Sons Inc., p. 504, 2000.
- [5] DEPARTMENT FOR ENVIRONMENT FOOD & RURAL AFFAIRS. **Digest of Waste and Resource Statistics – 2015 Edition**. Government of United Kingdom. p. 23, 2015. Disponível em https://www.gov.uk/government/uploads/system/uploads/attachment_data/file/482255/Digest_of_waste_England_-_finalv3.pdf, acessado em 17/09/2015.
- [6] UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. **Municipal Solid Waste Generation, Recycling and Disposal in the United States: Facts and Figures for 2012**. Government of United States of America, p 8, 2014. Disponível em http://www3.epa.gov/epawaste/nonhaz/municipal/pubs/2012_msw_fs.pdf, acessado em 17/09/2015.
- [7] Plano Nacional de Resíduos Sólidos, 2012. Disponível em http://www.sinir.gov.br/documents/10180/12308/PNRS_Revisao_Decreto_280812.pdf/e183f0e7-5255-4544-b9fd-15fc779a3657, acessado em 23/11/2014, acessado em 15/11/2014.

- [8] PINTO-COELHO, R. M. **Reciclagem e desenvolvimento sustentável no Brasil**. Editora Recóleo, 340 p. Belo Horizonte, 2009.
- [9] LUND, H. **The McGraw-Hill Recycling Handbook**. McGraw-Hill, Inc., p. 13.3-13.14, 1993.
- [10] Wastes Characteristics. Solid Waste Management Strategy for Dakahleya Governorate, disponível em:
<<http://www.eeaa.gov.eg/seam/Manuals/DakahSolidWaste/Chapter2.pdf>>, acessado em 15/11/2014.
- [11] Glass Recycling Information Sheet. Waste Online, disponível em:
<<http://www.wasteonline.org.uk/resources/InformationSheets/Glass.htm>>, acessado em 20/11/2014.
- [12] GIBSON, L.; ASHBY, M. **Cellular Solids Structure and Properties**. Cambridge University press, p. 1-50, 1999.
- [13] Foamglas. FOAMGLAS cellular glass insulation for Building and Industry, disponível em: <<http://www.foamglas.com>>, acessado em 20/11/2014.
- [14] MANEVICH, V.; SUBBOTIN, K. Foam Glass and Problems of Energy Conservation. **Glass and Ceramics**, v 65, p. 105-108, 2008.
- [15] BENTO, A. C.; KUBASKI, E. T.; SEQUINEL, T.; PIANARO, S. A.; VARELA, J. A.; TEBCHERANI, S. M. Glass foam of macroporosity using glass waste and sodium hydroxide as the foaming agent. **Ceramics International**, v. 39, p. 2423-2430, 2013.
- [16] BRUSATIN, G.; BERNARDO, E.; SCARINCI G. Production of Foam Glass From Glass Waste. **Proceedings of the International Conference on sustainable Waste Management and Recycling: Glass Waste**, p. 67-82, 2004.

- [17] FERNANDES, H.; TULYAGANOV, D.; FERREIRA, J. Preparation and characterization of foams from sheet glass and fly ash using carbonates as foaming agents. **Ceramics International**, v. 35, p. 229-235, 2009.
- [18] LIAUDIS, A.; TARI, M.; TEN, F.; BERNARDO, E.; COLOMBO, P. Foaming of Flat Glass Cullet using Si_3N_4 and MnO_2 Powders. **Ceramics International**, v. 35, p. 1953-1959, 2009.
- [19] WU, J.; BOCCACCINI, A.; LEE, P.; KERSHAW, M.; RAWLINGS, R. Glass ceramic foams from coal ash and waste glass: production and characterization. **Advances in Applied Ceramics**, v. 105, p. 32-39, 2006.
- [20] MÉAR, F.; YOT, P.; CAMBON, M.; CAPLAIN, R.; RIBES, M. Characterization of porous glasses prepared from Cathode Ray Tube (CRT). **Powder Technology**, v. 162, p. 59-63, 2006.
- [21] BERNARDO, E.; CEDRO, R.; FLOREAN, M.; HREGLICH, S. Reutilization and stabilization of wastes by the production of glass foams. **Ceramics International**, v. 33, p. 963-968, 2007.
- [22] MÉAR, F.; YOT, P.; VIENNOIS, R.; RIBES, M. Mechanical behaviour and thermal and electrical properties of foam glass. **Ceramics International**, v. 33, p. 543-550, 2007.
- [23] SPIRIDONOV, Y.; ORLOVA, L. Problems of foam glass production. **Glass and Ceramics**, v. 60, p. 313-314, 2003.
- [24] SEINER, A. Foam glass production from vitrified municipal waste fly ashes. **Eindhoven University press**, Eindhoven, 2006.
- [25] EIDUKYAVICHUS, K.; MATSEIKENE, V.; BALKYAVICHUS, V.; SHPOKAUSKAS, A.; LAUKAITRIS, A.; KUNSKAITE, L. Use of cullet of different chemical compositions in foam glass production. **Glass and Ceramics**, v. 61, p. 77-80, 2004.

- [26] MORGAN, J. S.; WOOD, J. L.; BRADT, R. C. Cell size effects on the strength of foamed glass. **Materials science and engineering**, v. 47, p. 37-42, 1981
- [27] LAKOV, L.; TONCHEVA, K.; STANEVA, A.; SIMEONOVA, T.; ILCHEVA, Z. Composition, synthesis and properties of insulation foam glass obtained from packing glass waste. **Journal of Chemical Technology and Metallurgy**, v. 48, p. 125–129, 2013.
- [28] LIAO, C. Y.; HUANG, C. Y. Glass foam from the mixture of reservoir sediment and Na_2CO_3 . **Ceramics International**, v. 38, p. 4415–4420, 2012.
- [29] TULYAGANOV, D. U.; FERNANDES, H. R.; AGATHOPOULOS, S.; FERREIRA, J. M. F. Preparation and characterization of high compressive strength foams from sheet glass. **Journal of Porous Materials**, v. 13, p. 133–139, 2006.
- [30] MÉAR, F.; YOT, P.; RIBES, M. Effects of temperature, reaction time and reducing agent content on the synthesis of macroporous foam glasses from waste funnel glasses. **Materials Letters**, v. 60, p. 929–934, 2006.