

Taxa crítica de aquecimento para o vidro BaO.2SiO₂

Norma Maria Pereira¹ Machado, Fátima Tiemi Yoshizawa¹, Alisson Mendes Rodrigues², Edgar Dutra Zanotto³

1. Estudante de IC da Universidade Federal de São Carlos; *norminhampm@gmail.com
2. Pesquisador do Depto. de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos DEMA, São Carlos/SP
3. Professor Titular no Depto. de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos DEMA, São Carlos/SP

Palavras Chave: vidros, DSC, Microscopia

Introdução

O emprego da técnica de Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) para obter qualitativa e quantitativamente as curvas de nucleação e crescimento de cristais tem sido um tema bastante abordado nos últimos 30 anos. Embora muitas ressalvas acerca do assunto tenham sido feitas, esta técnica tem se mostrado uma valiosa ferramenta no estudo da cinética de cristalização de vidros.

Resultados e Discussão

Fusão

Um vidro dissilicato de bário foi obtido por meio do método de fusão seguida de “splat cooling”. Para isto, carbonato de bário, BaCO₃ (VETEC, 99,9%) e óxido de silício, SiO₂ foram secados, pesados e misturados. A fusão foi realizada em 1550 °C durante 30min. A composição do vidro foi confirmada via análise química (33,3 BaO e 66,7 SiO₂ mol%). A fase predominante após a cristalização foi identificada por difração de Raios-X (DRX) e o resultado pode ser visto na Figura 1.

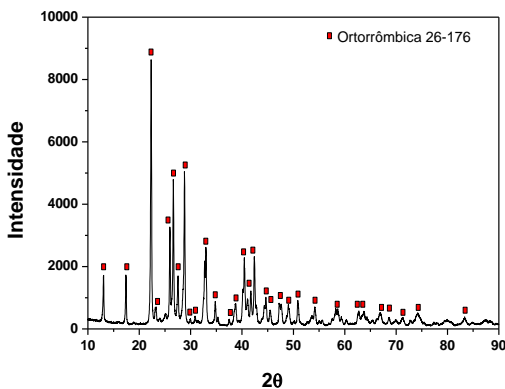


Figura 1: Difratograma de DRX de uma amostra cristalizada por 8 dias em 850 °C. A fase predominante na cristalização do vidro é BS2 ortorrômbico.

A fim de obter experimentalmente a taxa crítica de aquecimento para o vidro BaO.SiO₂, o seguinte procedimento foi aplicado: **a)** amostras monolíticas foram aquecidas (50 °C/min) em um DSC a partir da temperatura ambiente até 680 °C, **b)** foi realizado um tratamento isotérmico em 680 °C por 10 minutos, **c)** a faixa de temperatura compreendida entre 680-750 °C foi varrida por diferentes taxas de aquecimento ($\phi_N = 3, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40$ e 50 °C/min), **d)** a amostra foi resfriada (50 °C/min) até a temperatura ambiente. Após o resfriamento, as amostras foram tratadas termicamente na temperatura de 825 °C por tempos compreendidos entre 15 e 80 minutos. Em seguida foram lixadas, polidas e atacadas quimicamente. Os cristais observados foram contados e

os raios dos maiores cristais foram medidos. A Figura 2 mostra um cristal de uma amostra onde $\phi_N = 3$ °C/min e o tempo de tratamento em 850 °C foi 80 minutos.

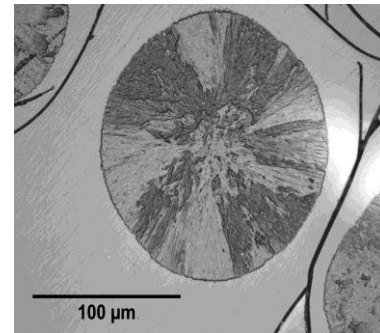


Figura 2: Cristal em uma amostra onde $\phi_N = 3$ °C/min, tempo de tratamento de 80 minutos em 850°C.

O número de cristais no volume foi calculado por meio da equação $N_V = N/RA$, onde N é o número de cristais contados na superfície polida, R é o raios dos maiores cristais observados e A é a área da foto. A Figura 3 mostra a dependência entre N_V e ϕ_N .

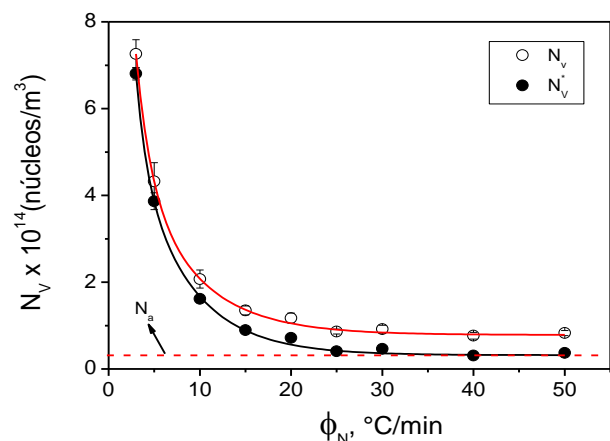


Figura 3. Dependência de N_V em função de ϕ_N , a linha vermelha tracejada corresponde ao número de cristais atérmicos, N_{at} .

Conclusões

Neste trabalho a taxa crítica aquecimento para o vidro BaO.2SiO₂ foi determinada experimentalmente por auxílio de microscopia óptica e DRX. Foi constatado que uma taxa de aquecimento igual ou superior a 25 °C/min é suficiente para evitar a formação de novos núcleos no vidro estudado.

Agradecimentos

CNPQ - FAPESP - CERTEV