



INSTITUTO DE FÍSICA

Universidade Federal Fluminense

Tainara Alves Miranda

**Síntese por Meio de Micro-Ondas e Caracterização
de Vidros com Adição de Escória**

Volta Redonda
2025

Tainara Alves Miranda

Síntese por Meio de Micro-Ondas e Caracterização de Vidros com Adição
de Escória

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Física da Universidade Federal Fluminense como pré-requisito para obtenção do título de Mestre em Física.

Universidade Federal Fluminense – UFF
Instituto de Física
Mestrado Acadêmico em Física

ORIENTADOR: Prof. Dr. Ladário da Silva

Volta Redonda - RJ
Agosto/2025

Ficha catalográfica automática - SDC/BIF
Gerada com informações fornecidas pelo autor

M672s Miranda, Tainara Alves
 Síntese por Meio de Micro-Ondas e Caracterização de
 Vidros com Adição de Escória / Tainara Alves Miranda. -
 2025.
 85 p.: il.

 Orientador: Ladário da Silva.
 Dissertação (mestrado)-Universidade Federal Fluminense,
 Instituto de Física, Niterói, 2025.

 1. Síntese. 2. Caracterização. 3. Vidros com Escória. 4.
 Micro-ondas. 5. Produção intelectual. I. Silva, Ladário da,
 orientador. II. Universidade Federal Fluminense. Instituto de
 Física. III. Título.

CDD - XXX

Tainara Alves Miranda

**Síntese por Meio de Micro-Ondas e Caracterização de Vidros com
Adição de Escória**

Dissertação submetida ao curso de pós-graduação em Física da Universidade Federal Fluminense, como requisito parcial para obtenção do Título de Mestre em Física.

Aprovado em: 15/08/2025.

BANCA AVALIADORA

Membros titulares

Prof. Dr. Ladário da Silva
(Orientador)
ICEx/UFF

Profa. Dra. Andrea Porto Carreiro Campos
CP2M/AMU

Prof. Dr. José Augusto Oliveira Huguenin
ICEx/UFF

Agradecimentos

Inicialmente, eu gostaria de agradecer aos meus pais, Ana Maria e João Marcos, e à minha irmã, Gabriela, por todo o apoio e suporte ao longo desta trajetória.

Gostaria de agradecer aos meus amigos Bacharelanda Amanda Vieira Fernandes Crispim, Bacharel Bárbara Coelho Braune, Doutoranda Bianca Maia Gomes, Doutorando Daniel Braga, Doutorando Gabriel da Silva Gregorio Pereira Tiago, Doutorando Guilherme Tadeu Costa da Cruz, Mestrando João Vitor da Silva, Doutorando Lucas de Souza Oliveira, Bacharel Olívia Almeida Mingrone, Doutoranda Raiane de Carvalho Souza, Doutorando Rafael Magioli Fortiny, Mestranda Rita Natieli de Oliveira e Doutora Vitória de Macedo Castilho, por tudo o que fizeram por mim, por mais que haja distância entre alguns de vocês, isso nunca foi um empecilho. Sou eternamente grata.

Um agradecimento especial para minha amiga e colega de grupo de pesquisa, doutoranda Raiane Aparecida Roza de Campos, obrigada por escutar meus desabafos, por me apoiar e sempre estar presente para mim, não esquecerei disso nunca.

Ao meu namorado, Vitor Oliveira Varella Guedes, por sempre saber o que dizer quando as coisas não dão certo, por estar sempre presente em todos os momentos e por me apoiar em todas as escolhas feitas por mim. Eu te amo.

Ao Ládario da Silva, meu orientador, por ter me apoiado, orientado e confiado em mim. Nunca esquecerei tudo que o senhor me ajudou, serei eternamente grata.

Aos Doutores Eliel Eleuterio Faria, pelas medidas de LIBS e Luciana Ghussn, uma das cientistas pioneiras na produção de vidros via micro-ondas no Brasil, por me dar as orientações de como iniciar essa pesquisa. À doutoranda Munique Eva Paiva de Araujo Monteiro de Barros, pelas medidas de difração de raios-X. Ao Mestre João Luis Aguiar de Abreu e à Bacharel Amanda Barbosa Correa Rodrigues, pelas medidas de elipsometria. À Doutora Letícia Vitorazi e ao Técnico Bonifácio Fialho, pelas medidas de calorimetria exploratória diferencial. Sem vocês, este trabalho não estaria completo.

Agradeço, também, à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pelo suporte financeiro deste trabalho.

Resumo

A indústria siderúrgica é uma das mais importantes globalmente devido à grande procura do aço, um material presente em diversas áreas do dia a dia. Esta indústria é uma das mais importantes no Brasil, ajudando consideravelmente o Produto Interno Bruto (PIB). No entanto, há um problema envolvendo a produção do aço, sendo esse relacionado ao descarte dos coprodutos gerados durante sua produção. Um desses coprodutos é a escória, cuja composição dependerá da matéria-prima utilizada na produção do aço. Na escória há geralmente uma quantidade considerável de sílica na composição das escórias, um dos formadores da rede vítrea. A utilização mais conhecida da escória é na fabricação de cimento, porém, a sua utilização atual não é suficiente para consumir a quantidade que é descartada em sítios, como os de campo aberto, isso se constitui em um sério problema ambiental. Com a abordagem ambiental em mente, o presente trabalho visa produzir vidros, um material extremamente versátil, utilizando as escórias, o que, ao gerar uma aplicação com potencial de aplicação e gerações de retorno financeiro, pode ajudar a mitigar o problema. A produção de vidros usualmente se dá via fusão em fornos elétricos ou a gás. Estes fornos apresentam problemas de alto consumo de energia e impactos ambientais, sendo os elétricos mais eficientes que os à gás. Uma nova maneira de se produzir vidros eficientemente envolve o uso de fornos de micro-ondas. A ideia de utilizar um forno micro-ondas se deve à crescente pesquisa na área de materiais com o uso de tal forno, onde o mesmo promete um baixo consumo de energia, menos tempo de uso para a fundição e um aquecimento homogêneo, o que permitiria reduzir os custos de produção. Neste trabalho de mestrado, demonstra-se a viabilidade de produção de novos vidros com escória, via fusão por micro-ondas, pela primeira vez, tanto quanto sabemos. Após a síntese, os materiais foram caracterizados a fim de se extrair suas propriedades físicas e químicas por meio de técnicas como microscopia confocal, elipsometria, microdureza, medida de densidade, calorimetria exploratória diferencial, difração de raios-x e espectroscopia de emissão óptica com plasma induzido por *laser*.

Palavras-Chave: síntese, caracterização, vidros com escória, micro-ondas

Abstract

The steel industry is one of the most important globally due to the high steel demand, a material present in various everyday areas. This industry is one of the most significant in Brazil, contributing considerably to the Gross Domestic Product (GDP). However, a problem exists related to steel production, specifically the disposal of by-products generated during its manufacture. One such by-product is slag, whose composition depends on the raw materials used in steel production. Slag typically contains a considerable amount of silica in its composition, one of the formers of the vitreous network. The most well-known use for slag is in the production of cement. However, its current usage is insufficient to consume the amount discarded in sites like open fields, constituting a serious environmental problem. With an environmental approach in mind, this work aims to produce glass, an extremely versatile material, using slag as a raw material. By generating an application with potential for implementation and financial return, this could help mitigate the problem. Glass production usually occurs via melting in electric or gas furnaces. These furnaces present problems of high energy consumption and environmental impacts, with electric ones being more efficient than gas-fired ones. A new method for producing glass efficiently involves the use of microwave furnaces. The idea of using a microwave furnace stems from increasing research in the materials field, where such furnaces are utilized, promising low energy consumption, shorter melting times, and homogeneous heating, which could potentially reduce production costs. In this master's work, the feasibility of producing new glasses from slag via microwave melting is demonstrated for the first time, to the best of our knowledge. After synthesis, the materials were characterized to extract their physical and chemical properties using various techniques, including confocal microscopy, ellipsometry, microhardness testing, density measurement, differential scanning calorimetry (DSC), X-ray diffraction (XRD), and laser-induced breakdown spectroscopy.

Keywords: synthesis, characterization, glasses, microwave

Lista de Figuras

3.1	Estrutura atômica do SiO_2 : a) Organizada; b) Aleatória. Fonte: (SCHOLZE, 2012)	6
3.2	Representação gráfica da Entalpia x Tempo. Fonte: (ZANOTTO; MAURO, 2017) modificado pela autora.	7
3.3	Representação gráfica da Entalpia x Tempo, adicionando o conceito de temperatura fictícia. Fonte: (LANCELOTTI et al., 2023) modificado pela autora.	8
3.4	Esquema de um dipolo sob efeito de um campo elétrico. Fonte: A autora, baseado em (MATVEYEV, 1966).	11
3.5	Esquematização do forno micro-ondas. Fonte: (BARBOZA et al., 2001)	13
3.6	Propagação da luz no eixo x para $t = 0$. Fonte: (FUJIWARA, 2007)	15
3.7	Representação da propagação de uma luz linearmente polarizada no plano xy. Fonte: (FUJIWARA, 2007)	17
3.8	Representação da propagação de uma luz circularmente polarizada para a direita no plano xy. Fonte: (FUJIWARA, 2007)	18
3.9	Representação da propagação de uma luz elipticamente polarizada no plano xy. Fonte: (FUJIWARA, 2007)	19
3.10	Variação dos estados de polarização para a diferença de fase entre 0 e 2π , para esta figura as amplitudes dos campos elétricos x e y são iguais. Fonte: (FUJIWARA, 2007)	19
3.11	Refração de dois meios diferentes com diferentes índices de refração. Onde θ_1 é o ângulo refletido, θ_2 é o ângulo refratado, n_1 é o índice de refração e v_1 a velocidade da luz do ambiente 1 e n_2 é o índice de refração e v_2 a velocidade da luz do ambiente 2. Fonte: A autora.	20
3.12	Reflexão de dois meios diferentes com índices de refração diferentes. Onde E_i é o campo elétrico incidente, E_{ip} e E_{is} são o campo elétrico incidente paralelo e perpendicular respectivamente, E_{rp} e E_{rs} são o campo elétrico refletido paralelo e perpendicular respectivamente. Fonte: A autora	21
3.13	Esquematização do funcionamento da elipsometria. Fonte: (PASCU; DINESCU, 2012) modificado pela autora	22
3.14	Esquematização do equipamento elipsômetro. Fonte: A autora	22
3.15	Análise de difração de raios-X de vidro para a primeira imagem, vitro-cerâmica para 970°C a 1120°C, onde o G em preto é gehlenita (JPCDF 2–823) e o G em vermelho é gehlenita (JPCDF 1–982) Fonte:(DIAS et al.,) modificado pela autora.	25
3.16	Geometria de Bragg-Brentano. Fonte: (BUNACIU; UDRIȘTIOIU; ABOULENEIN, 2015)	26
3.17	Marca da indentação Vickers na superfície de um material. Fonte: (TIER, 1998)	28

3.18	Esquematização da análise de dureza. Fonte: A Autora, baseada em (SHI-MADZU, 2012)	29
3.19	Esquematização para o Princípio de Arquimedes. Fonte: A autora baseado em (NUSSENZVEIG, 2014)	30
3.20	Perfil da superfície. Fonte: (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2002)	31
3.21	Perfil de uma superfície rugosa com base na linha média. Fonte: (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2002)	31
3.22	Esquematização de uma análise por LIBS. Fonte: (COSTA et al., 2019)	33
3.23	Esquematização da Calorimetria Exploratória Diferencial baseada na compensação de potência e fluxo de calor. Fonte: (ZHENG et al., 2019)-(MIRANDA, 2023)	35
4.1	Luvras de alta temperatura, tenaz, cadinho de cerâmica, reagentes químicos e béquer. Fonte: A autora	37
4.2	Balança Semi-Analítica MARTE modelo AD340. Fonte: A autora	38
4.3	Forno micro-ondas da marca Electrolux modelo ME36B. Fonte: A autora	38
4.4	Microscópio Confocal Interferométrico Leica DCM 3D. Fonte: A autora	39
4.5	Kit hidrostático da marca MARTE. Fonte: A autora	39
4.6	Balança Semi-Analítica MARTE modelo AD340 com o Kit hidrostático MARTE. Fonte: A autora	40
4.7	Elipsômetro J.A. Woollam, modelo M-200. Fonte:(J.A. Woollam Co., Inc., 2025)	40
4.8	Ultramicrodurômetro DUH-211s. Fonte: A autora	41
4.9	Analizador Térmico Netzsch STA 409 PC Luxx. Fonte: A autora	41
4.11	Aparato usado na técnica usada para a medição de LIBS.	42
4.10	Sistema Gerador/Difratômetro X'Pert Pro da marca Philips, Panalytical.	42
4.12	Resultado do primeiro teste realizado, onde se pode perceber que os compostos estavam começando a fundir e no fundo, dentro do micro-ondas, percebe-se também a tampa quebrada do cadinho. Fonte: A Autora.	43
4.13	Visão lateral do esquema dos cadinhos com a nova tampa. Fonte: A Autora	44
4.14	Visão elevada do esquema dos cadinhos com a nova tampa; Fonte: A Autora	44
4.15	Resultado do segundo teste, onde percebe-se que o cadinho de cerâmica quebrou. Fonte: A autora	44
4.16	Resultado final da síntese no terceiro teste, mostrando a possibilidade de obtenção das amostras via micro-ondas. Fonte: A Autora	45
4.17	Etapas para a síntese e preparação das amostras: a) Pesagem; b) Fundição; c) Verter; d) Lixar e Polir. Fonte: A autora	47
4.18	Medidas realizadas pela autora: a) microdureza Vickers; b) Topografia e rugosidade pelo microscópio confocal; c) Densidade. Fonte: A autora	48
5.1	Amostras obtidas. Fonte: A autora	49
5.2	Amostra 3 após ter quebrado. Fonte: A autora	50
5.3	Imagem topográfica da amostra 3, lado A. Fonte: A autora	51
5.4	Imagem microscópica da amostra 3, lado A. Fonte: A autora	51
5.5	Imagem topográfica da amostra 3, lado B. Fonte: A autora	51
5.6	Imagem microscópica da amostra 3, lado B. Fonte: A autora	51
5.7	Imagem topográfica da amostra 4, lado A. Fonte: A autora	52
5.8	Imagem microscópica da amostra 4, lado A. Fonte: A autora	52

5.9	Imagem topográfica da amostra 4, lado B. Fonte: A autora	52
5.10	Imagem microscópica da amostra 4, lado B. Fonte: A autora	52
5.11	Imagem topográfica da amostra 5, lado A. Fonte: A autora	53
5.12	Imagem microscópica da amostra 5, lado A. Fonte: A autora	53
5.13	Imagem topográfica da amostra 5, lado B. Fonte: A autora	53
5.14	Imagem microscópica da amostra 5, lado B. Fonte: A autora	53
5.15	Imagem topográfica da amostra 6, lado A. Fonte: A autora	53
5.16	Imagem microscópica da amostra 6, lado A. Fonte: A autora	53
5.17	Imagem topográfica da amostra 6, lado B. Fonte: A autora	54
5.18	Imagem microscópica da amostra 6, lado B. Fonte: A autora	54
5.19	Imagem topográfica da amostra 7, lado A. Fonte: A autora	54
5.20	Imagem microscópica da amostra 7, lado A. Fonte: A autora	54
5.21	Imagem topográfica da amostra 7, lado B. Fonte: A autora	55
5.22	Imagem microscópica da amostra 7, lado B. Fonte: A autora	55
5.23	Índice de Refração da amostra A.3. Fonte: A autora	56
5.24	Coeficiente de Extinção da amostra A.3. Fonte: A autora	57
5.25	Índice de Refração da amostra A.4. Fonte: A autora	58
5.26	Coeficiente de Extinção da amostra A.4. Fonte: A autora	58
5.27	Índice de Refração da amostra A.5. Fonte: A autora	59
5.28	Coeficiente de Extinção da amostra amostra A.5. Fonte: A autora	59
5.29	Índice de Refração da amostra A.6. Fonte: A autora	60
5.30	Coeficiente de Extinção da amostra A.6. Fonte: A autora	61
5.31	Índice de Refração da amostra A.7. Fonte: A autora	62
5.32	Coeficiente de Extinção da amostra A.7. Fonte: A autora	62
5.33	Gráfico de difração de raios-X da amostra 3. Fonte: A autora	65
5.34	Gráfico de difração de raios-X da amostra 4. Fonte: A autora	65
5.35	Gráfico de difração de raios-X da amostra 5. Fonte: A autora	66
5.36	Gráfico de difração de raios-X da amostra 6. Fonte: A autora	66
5.37	Gráfico de difração de raios-X da amostra 7. Fonte: A autora	67
5.38	Gráfico de difração de raios-X da amostra 8. Fonte: A autora	67
5.39	Fráfico de difração de raios-X da amostra 9. Fonte: A autora	68
5.40	Análise térmica da amostra 3. Fonte: A autora.	69
5.41	Análise térmica da amostra 4. Fonte: A autora.	69
5.42	Análise térmica da amostra 5. Fonte: A autora.	70
5.43	Análise térmica da amostra 6. Fonte: A autora.	71
5.44	Análise térmica da amostra 7. Fonte: A autora.	71
5.45	Análise térmica da amostra 8. Fonte: A autora.	72
5.46	Análise térmica da amostra 9. Fonte: A autora.	73
5.47	Espectros do LIBS para a amostra 6. Fonte: A autora	74

Lista de Tabelas

3.1	Top 10 países que mais produziram aço no ano de 2024. Fonte: (World Steel Association, 2025a)	10
3.2	Tabela de dureza em Mohs de alguns materiais. Fonte: (TABOR, 2000)	27
3.3	Valores de cut-off para as medidas da rugosidade média. Fonte: (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2008)	32
3.4	Transições atômicas de todos os elementos químicos encontrados nas amostras. Fonte: A autora	34
4.1	Fração molar normalizada dos componentes da escória de alto-forno.	46
4.2	Porcentagem molar dos componentes da escória de alto-forno.	46
4.3	Porcentagem molar dos componentes das amostras de 2 a 9.	46
5.1	Densidade das amostras. Fonte: A autora	50
5.2	Rugosidade média, R_a , e desvio padrão dos dois lados de cada amostra. Fonte: A autora	55
5.3	Comparação dos índices de refração das amostras com outros vidros nos comprimentos de onda: Raman (473 nm), Laser verde (532 nm) e Laser He-Ne (632 nm). Fonte: (POLYANSKIY, 2024).	63
5.4	Tabela de Dureza Dinâmica (DUH) e módulo de elasticidade (EIT) das amostras com seus respectivos desvios padrão. Fonte: A autora	64
5.5	Temperatura de transição vítrea e cristalização resumida das amostras. Fonte: A autora	73
5.6	Elementos presentes em cada amostra. Fonte: A autora	75

Sumário

1	Introdução	1
2	Objetivo	4
3	Fundamentação Teórica	5
3.1	História, Formação e Propriedades dos Vidros	5
3.2	Coproduto Siderúrgico	9
3.3	Dielétricos	10
3.3.1	Forno de Micro-ondas e seu Funcionamento	13
3.4	A Luz e Algumas Propriedades	14
3.4.1	Polarização da Luz	15
3.4.2	Índice de Refração e Coeficiente de Extinção	20
3.4.3	Elipsometria	21
3.5	Difração de Raios-X	23
3.6	Dureza e Módulo de Elasticidade	26
3.6.1	Ultramicrodurômetro	28
3.7	Densidade	29
3.7.1	Princípio de Arquimedes	29
3.8	Microscopia Confocal	31
3.9	Espectroscopia de Emissão Óptica com Plasma Induzido por <i>Laser</i> (LIBS)	32
3.10	Calorimetria Exploratória Diferencial	34
4	Material e Métodos	37
4.1	Material	37
4.2	Metodologia	43
5	Resultados e Discussão	49
5.1	Amostras	49
5.2	Densidade	50
5.3	Topografia e Rugosidade	51
5.4	Índice de Refração e Coeficiente de Extinção	56
5.5	Ultramicrodureza	64
5.6	Difração de Raios-X	64
5.7	Análise da Temperatura de Transição Vítreia (T_g)	68
5.8	LIBS	74

Capítulo 1

Introdução

A produção do aço aumentou consideravelmente depois dos anos 2000, sendo que entre o ano 2000 e 2014, a produção de aço bruto dos países emergentes aumentou 54,37%, podendo haver flutuações entre os anos (PANDIA et al., 2016). A maior concentração de produção e demanda do aço está concentrada na Ásia (PANDIA et al., 2016), sendo que em 2024 o maior produtor de aço foi a China, produzindo um pouco mais de um bilhão de toneladas de aço (World Steel Association, 2025a). A grande procura pelo aço, o que faz com que cada vez mais haja o crescimento de sua produção, é a importância deste material no dia a dia, presente significativamente nos setores de construção e automotivo (PANDIA et al., 2016).

No Brasil, a indústria siderúrgica vem se fortalecendo no mercado, gerando empregos e contribuindo com o Produto Interno Bruto (PIB). Acredita-se que no ano de 2020 a produção de aço bruto no Brasil atingiu 31,1 milhões de toneladas, sendo que este valor representa 1,7% da produção mundial, deixando o país no nono lugar em questões de produção mundial (NOGUEIRA; MADUREIRA, 2022). No entanto, a produção de aço está intrinsecamente interligada a questões ambientais, pois tal indústria é um dos maiores consumidores de energia no mundo, além da geração de resíduos durante a produção do aço (NOGUEIRA; MADUREIRA, 2022).

Um desses resíduos é a escória, que é um co-produto gerado durante a formação do aço. Em 2010, a China, a maior produtora de aço mundialmente, gerou 90 milhões de toneladas de escória, sendo que a utilização dessa escória foi apenas de 22% (YI et al., 2012). Por mais que haja utilizações designadas para as escórias produzidas, como na produção de cimento, na construção de ruas e até mesmo como fertilizante, em muitos países essa designação para a escória não é suficiente (YI et al., 2012).

Essa falta de reutilização faz com que se acumulem montanhas dessas escórias. Esse coproduto é, em sua grande maioria, descartado em pátios abertos, tendo contato com o ecossistema, sendo que as escórias, dependendo da matéria-prima utilizada para a fabricação do aço, podem conter metais pesados. De qualquer forma, tais rejeitos acabam poluindo o solo, água, lençóis freáticos (CHEN; YANG; OUYANG, 2011) e o ar, devido ao transporte do pó pelo vento.

A problemática em torno deste material é uma discussão global, os países que têm a metalurgia como uma das suas maiores indústrias relatam problemas em torno deste coproduto, como por exemplo, a China, que vem discutindo há anos uma forma de reduzir a geração de coproduto e seu descarte (YANG; DAI; LI, 2013). No Brasil, uma forma encontrada para enfrentar este problema foi a implementação da Lei 12.305, sancionada em 2010, que visa aumentar a reutilização, reciclagem e o despacho devido de coprodutos

sólidos (BRASIL, 2010).

A proposta de incorporar a escória na produção de vidro surge da intenção de aproveitar um material de baixa reciclagem em algo com alta versatilidade de uso. A escória, em sua maioria, apresenta uma quantidade significativa de sílica em sua composição (SHI, 2004), sendo esse um dos principais formadores da estrutura vítrea.

O vidro é um material importante e bastante presente no nosso dia a dia, aparecendo em construções, residências, celulares, projetos artísticos (LOPES et al., 2014), entre outros. No entanto, sua versatilidade vai muito além dessas aplicações mais comuns. Há estudos que exploram o uso do vidro na medicina, como na regeneração óssea (HENCH; ROKI; FENN, 2014), além da possibilidade de ele atuar como carreador de fármacos durante o processo de bioregeneração (VALLET-REGÍ; RAGEL; SALINAS, 2003). Outra aplicação interessante é o uso do vidro como material de bloqueio de materiais radioativos (GHUSSN, 2005; KARPUZ, 2023; HUSSEIN; MADBOULY, 2024; SUTRISNO et al., 2025). A versatilidade da utilização do vidro em diversas áreas se deve às suas propriedades, tais como o índice de refração, dureza e, em alguns casos, a bioatividade (LOPES et al., 2014).

O método mais comum para o preparo do vidro é a fusão por meio do forno elétrico (LOPES et al., 2014), onde aquecem-se os compostos químicos em alta temperatura, no entanto, há outras técnicas que podem ser realizadas, como o sol-gel (LOPES et al., 2019), que é uma síntese química em baixas temperaturas.

Já o uso de fornos de micro-ondas para síntese de vidros vem sendo um fator de pesquisa, já que há economia de energia, comparado ao uso de fornos industriais tradicionais e não poluentes se comparado a um forno a gás (WANG; JENG; NI, 2009). O uso do forno micro-ondas é diverso, podendo ser utilizado para sínteses, refinamento e tratamento térmico, secagem, etc. (WANG; JENG; NI, 2009), além de que o tempo é reduzido ao se utilizar este forno em vez dos fornos tradicionais (WANG; JENG; NI, 2009). Porém, é preciso observar os reagentes que estão sendo utilizados, pois a capacidade da radiação micro-ondas de se transformar em calor é determinada pela constante dielétrica do reagente (GŁOWNIAK et al., 2021).

O forno micro-ondas pode ser utilizado em diversas áreas para sínteses, como na produção de drogas (KAPPE; DALLINGER, 2006), de cerâmicos, compósitos (MANDAL; SEN, 2017), etc. Acredita-se que com o uso do micro-ondas, pode-se formar novos materiais, já que o aquecimento é rápido e de forma homogênea.

Dito isto, nesta dissertação, a proposta é utilizar esta forma não convencional de produzir vidros, utilizando o forno micro-ondas que garante menos consumo de energia, sem a liberação de gases poluentes, com a perspectiva de menos tempo necessário para fundição e de forma homogênea. Junto a isso, pretende-se acrescentar escórias de alto-forno na composição dos vidros. Desta forma, pretende-se apresentar uma forma de atribuir um novo uso à escória e com um processo de produção econômico se comparado ao tradicional. Até onde sabemos, é a primeira vez que se sintetizam vidros com escórias usando radiação de micro-ondas.

Selecionou-se como composição para a produção das amostras o Hexametáfosfato de Sódio ($Na_6P_6O_{36}$), o pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) e o hidróxido de potássio (KOH), além da escória de alto-forno, sendo que o hexametáfosfato de sódio é o formador e o pentóxido de nióbio é o fundente.

Para a síntese, utilizou-se um forno micro-ondas em vez de um forno elétrico tradicional térmico.

Para a caracterização, foram realizadas as medidas de topografia e rugosidade, do

índice de refração e coeficiente de extinção, difração de raios-X, calorimetria exploratória diferencial, densidade, microdureza dinâmica e espectroscopia de emissão óptica com plasma induzido por *laser*.

Neste trabalho serão apresentados conceitos teóricos necessários para o entendimento experimental no capítulo 3, os materiais e a metodologia utilizada para os procedimentos no capítulo 4, os resultados obtidos através da síntese e caracterização das amostras no capítulo 5, e o que se conclui com o que foi obtido e a proposta oferecida no capítulo 6.

Capítulo 2

Objetivo

Para este trabalho, é possível distinguir entre o objetivo principal e os objetivos secundários. Embora os objetivos secundários sejam complementares, todos são fundamentais para o desenvolvimento da pesquisa. Assim, tem-se:

Objetivo principal

- Sintetizar vidros a partir de escória de alto-forno realizando uma fusão por meio do forno micro-ondas e caracterizá-los.

Objetivos secundários

- Avaliar a quantidade de escória passível de uso na síntese;
- Caracterizar a rugosidade e a topografia das amostras obtidas;
- Determinar a temperatura de transição vítrea (T_g) das amostras;
- Verificar a amorficidade das amostras;
- Obter o índice de refração n e o coeficiente de extinção k das amostras;
- Determinar a dureza e o módulo de elasticidade das amostras.

Capítulo 3

Fundamentação Teórica

3.1 História, Formação e Propriedades dos Vidros

Os vidros são materiais fascinantes, tanto por sua ampla aplicação quanto pelo mistério em torno de sua classificação, que será abordada mais adiante, além de sua longa história de uso.

Acredita-se que os primeiros vidros conhecidos eram os chamados vidros naturais, formados a partir da fusão de rochas em altas temperaturas ([ALVES; GIMENEZ; MAZALI, 2001](#)). Um exemplo notável é a obsidiana, gerada a partir do resfriamento rápido da lava vulcânica.

O autor romano Plínio, em sua enciclopédia *Naturalis Historia* ([VIEJO, 2003](#)), atribuiu a descoberta do vidro aos fenícios, por volta de 7000 a.C. Segundo seu relato, ao desembarcarem na região da atual Síria, os fenícios construíram uma espécie de fogão utilizando blocos de salitre sobre a areia. Com o calor do fogo, observaram um líquido escorrendo que, ao se resfriar, solidificava-se rapidamente ([ALVES; GIMENEZ; MAZALI, 2001](#)). A partir disso, passaram-se anos tentando reproduzir o fenômeno. Posteriormente, a arte de fabricar vidro se espalhou pelo Egito e Mesopotâmia, tornando-se comum em diversos continentes ([ALVES; GIMENEZ; MAZALI, 2001](#)).

Hoje, o vidro está cada vez mais presente no cotidiano, tanto em utensílios domésticos, decoração e, sobretudo, nas áreas de tecnologia. Além disso, o material vem ganhando destaque na ciência, com pesquisas que exploram seu uso na medicina ([MIOLA et al., 2019](#)), no armazenamento de resíduos radioativos ([SILVA, 2020](#)), entre outras aplicações. Reconhecendo sua relevância, a ONU declarou 2022 como o Ano Internacional do Vidro, destacando sua importância em diferentes áreas do conhecimento e da vida moderna ([GLASS, 2022](#)).

Por mais que a produção e o uso do vidro já estivessem conectados ao cotidiano, o entendimento de suas propriedades e a definição precisa do que é vidro surgiram muito tempo depois. Em 1932, o físico Zachariasen investigava sua estrutura atômica e concluiu que, apesar de semelhante aos cristais, o vidro não apresentava a periodicidade e simetria características dessas estruturas ([ZACHARIASEN, 1932](#)). Já em 1934, o biofísico Randall sugeriu que o vidro continha pequenos cristais de cristobalita ([RANDALL, 1934](#)), hipótese que foi refutada por Warren em 1940. Utilizando difração de raios X, Warren confirmou a proposta de Zachariasen, reforçando que o vidro é estruturalmente amorfo ([WARREN, 1940](#)).

Como Zachariasen notou ([ZACHARIASEN, 1932](#)) o vidro tem uma estrutura muito similar à de um cristal, no entanto, a estrutura é desorganizada, como é possível observar

na figura 3.1

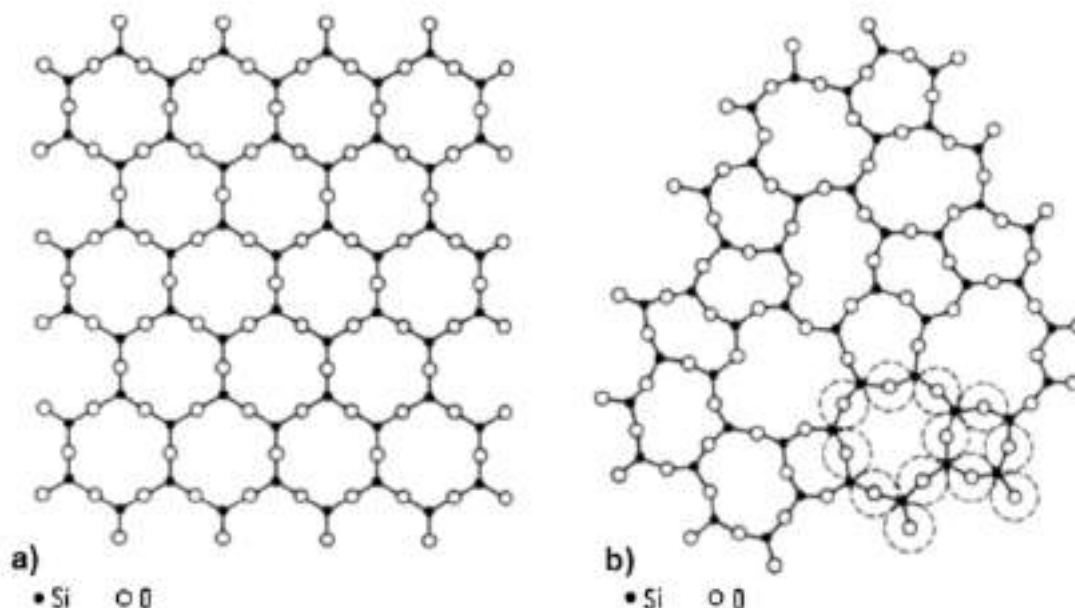


Figura 3.1: Estrutura atômica do SiO_2 : a) Organizada; b) Aleatória. Fonte: (SCHOLZE, 2012)

Compreender a estrutura atômica de um material é fundamental para sua classificação, mas o vidro continuava a desafiar os modelos tradicionais. Sua estrutura amorfa, embora semelhante à de um líquido super-resfriado, não se encaixava nas categorias clássicas de sólido ou líquido. Há um contínuo e atual estudo sobre o que é o vidro (ZACHARIASEN, 1932; VARSHNEYA, 2013).

Em 1993, o químico russo Gustav Tammann descreveu o vidro como um material fundido, solidificado e sub-resfriado (ZANOTTO; MAURO, 2017). Em 1995, Iwan S. Gutzow e Schmelzer propuseram uma definição mais elaborada:

Sólidos amorfos, cineticamente estabilizados, que se encontram em estado de não equilíbrio termodinâmico, nos quais a desordem molecular e as propriedades termodinâmicas correspondem ao estado de uma substância fundida e super-resfriada, congelada em uma temperatura T^* , sendo T^* diferente da temperatura real T . (GUTZOW; SCHMELZER, 2013)

Já em 2003, Arun K. Varshneya definiu o vidro como um sólido de estrutura não cristalina, que pode ser continuamente convertido em líquido com o aumento da temperatura (VARSHNEYA, 2013).

A definição mais abrangente e amplamente aceita até hoje foi proposta em 2017 pelos pesquisadores Edgar D. Zanotto e John C. Mauro. Segundo eles, o vidro é:

Um estado da matéria condensada, não cristalino e fora do equilíbrio termodinâmico, que apresenta transição vítrea. Sua estrutura se assemelha à de líquidos super-resfriados, em inglês *Supercooled Liquid* (SLC), e ele tende, espontaneamente, a relaxar até alcançar o estado de menor energia. Seu destino final, em tempo infinito, é a cristalização (ZANOTTO; MAURO, 2017).

Apesar dos avanços, novas definições e entendimentos sobre o vidro continuam sendo buscados, dada a complexidade e singularidade desse material extraordinário.

Com a discussão do Zanotto e Mauro (ZANOTTO; MAURO, 2017) e a do Zachariasen (ZACHARIASEN, 1932) chega-se à conclusão de que, para a formação do material vítreo, é necessário que, ao fundir o material, atinja uma certa viscosidade, resfrie rapidamente e apresente a temperatura de transição vítrea, mais conhecida como T_g , e que, ao olhar a difração de raios-X, apresente a característica de um material amorfo, diferentemente do cristal, onde há presença de picos característicos. O processo de formação do vidro pode ser representado pelo gráfico 3.2 de entalpia por tempo abaixo.

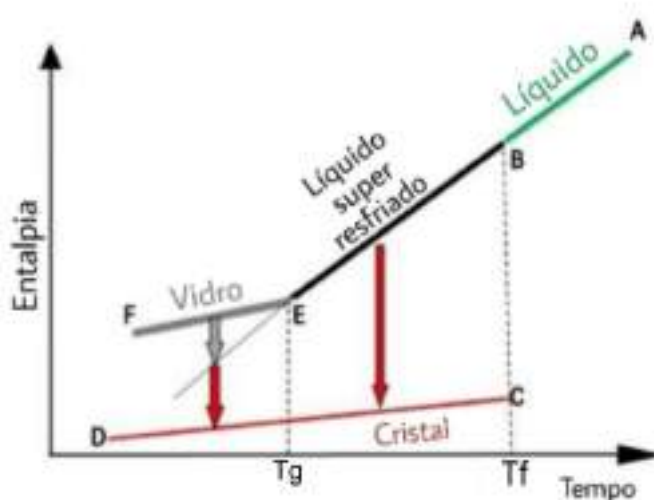


Figura 3.2: Representação gráfica da Entalpia x Tempo. Fonte: (ZANOTTO; MAURO, 2017) modificado pela autora.

No ponto A da figura 3.2 é o ponto inicial, onde o líquido está estável e está resfriando aos poucos. Ao chegar no ponto B, onde tem a presença da temperatura de fusão (T_f), há uma diminuição considerável do volume, o que faz com que haja um aumento da densidade e é onde as moléculas começam a se organizar (AKERMAN, 2000).

No ponto C é quando o material está em processo de cristalização; isto ocorre caso as moléculas consigam se organizar. Neste ponto, o volume ainda continua a diminuir conforme o líquido vai esfriando (AKERMAN, 2000).

Para evitar que o líquido cristalize é preciso que no ponto B, seja necessário que o mesmo resfrie rápido o suficiente para ser considerado um tipo de líquido super resfriado; no entanto, neste ponto entre B e E ainda há a possibilidade de cristalização. Portanto, além do estado de líquido super resfriado, espera-se que haja um aumento na viscosidade, pois isso irá dificultar com que as moléculas se organizem como um cristal (AKERMAN, 2000).

Caso as duas condições sejam atendidas, o líquido entrará no ponto E indicado na figura 3.2, onde entre o ponto E e F há o ponto da temperatura de transição vítrea, T_g , e, portanto, o vidro é formado. Nesse ponto, o líquido se tornou um vidro (AKERMAN, 2000), porém, como foi dito na definição de Zanotto e Mauro, em um tempo não definido, este vidro irá cristalizar (ZANOTTO; MAURO, 2017).

Há uma representação mais recente, oferecida pelo Lancelotti (LANCELOTTI et al., 2023), adicionando a temperatura fictícia (TOOL, 1945), essa representação está disposta

na figura 3.3 abaixo:

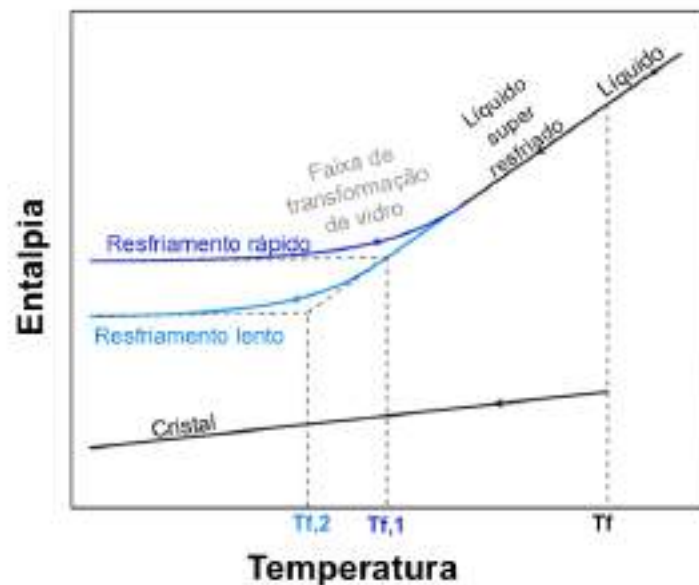


Figura 3.3: Representação gráfica da Entalpia x Tempo, adicionando o conceito de temperatura fictícia. Fonte: (LANCELOTTI et al., 2023) modificado pela autora.

Neste caso, o processo é similar ao apresentado anteriormente, no entanto, ao entrar no estado de líquido super resfriado, é dito que há uma região onde tem um processo cinético que é caracterizado pela temperatura de transição vítrea, T_g , onde o líquido fundido se comporta como um material viscoelástico ao ser aquecido (LANCELOTTI et al., 2023).

A vitrificação se forma em uma faixa finita de tempo, como é mostrado na figura 3.3, no entanto, neste caso, há a presença da temperatura fictícia apresentada por Tool (TOOL, 1945), onde é considerada uma temperatura em que o líquido super resfriado se torna vidro (LANCELOTTI et al., 2023).

Se há uma extrapolação entre as linhas do líquido super resfriado e do vidro, elas irão ter uma interseção na temperatura fictícia T_f , onde terão a mesma estrutura. Caso o vidro tenha sido produzido em um resfriamento rápido ($T_{f,1}$), implicará que há menos tempo do arranjo dos átomos, resultando em uma estrutura atômica mais compacta, diferentemente se for produzido em um resfriamento lento ($T_{f,2}$) (LANCELOTTI et al., 2023).

Até agora foi visto sobre a história e formação do vidro, vamos entrar sobre as propriedades. O que dita sobre as propriedades dos vidros são os componentes químicos que serão utilizados para sua fabricação. Estes componentes são separados em cinco categorias: formador, fundente, modificador, corante e agente de refino. Vale ressaltar que um componente pode ser de várias categorias diferentes.

De acordo com James E. Shelby (SHELBY, 2020), os principais formadores normalmente são compostos por óxidos, sendo que o exemplo principal é a sílica (SiO_2), onde os vidros feitos a partir da sílica são chamados de silicatos.

Os fundentes têm como função reduzir a temperatura de fusão, sendo que os fundentes mais comuns são o óxido de sódio (Na_2O) e o monóxido de chumbo (PbO). No entanto, vale ressaltar que o uso de fundentes por óxidos alcalinos pode degradar algumas propriedades do material, como por exemplo a durabilidade química.

Os modificadores irão auxiliar a diminuir esta degradação causada pelos fundentes, normalmente são compostos por metais alcalinoterrosos e óxidos de metais de transição, tendo o óxido de alumínio (Al_2O_3) como exemplo.

Os corantes têm a função de modificar a cor do vidro. Normalmente, ao se pensar em vidros, normalmente vem à mente os vidros transparentes, no entanto, a sua cor pode ser modificada pelos corantes, sendo que a maioria é composta por óxido de ferro, porém, os óxidos de ouro, prata e cobre também podem ser utilizados como corantes.

Para completar, têm-se que os agentes de refino são utilizados para remover possíveis bolhas que surgem no processo de fundição e, para esse caso, são utilizados o trióxido de antimônio (Sb_2O_3) e o trióxido de arsênio (As_2O_3).

3.2 Coproduto Siderúrgico

Os coprodutos siderúrgicos são gerados durante o processo de produção do aço, portanto, antes de abordá-los, é fundamental compreender o produto principal.

O aço é formado por uma liga de ferro e carbono, utilizando-se óxido de ferro e misturando-se com areia fina e carvão, podendo ser tanto mineral como vegetal (BRANDÃO, 2024). Todo o processo possui três fases: redução, refino e laminação; sendo que há usinas que passam por todo esse processo, sendo conhecidas como usinas integradas e outras usinas que operam apenas duas fases: refino e laminação; onde recebem o ferro gusa de outras usinas e as transformam em aço. Essas usinas são conhecidas como usinas semi-integradas (Instituto Aço Brasil, 2025).

A fase de redução é responsável pela produção do ferro gusa, em que comumente se utiliza carvão vegetal como combustível para altos-fornos para que ocorra a redução do minério (Instituto Aço Brasil, 2025).

Na fase de refino, o gusa líquido ou sólido, ou até mesmo sucata de ferro e aço, em indústrias que usam material reciclado, é transformado em aço líquido por meio de aciarias elétricas ou por jato de oxigênio (SANTOS, 2022). Nesta fase, também ocorre a remoção do carbono contido no gusa e a remoção de outras impurezas. O produto formado é solidificado em lingotes, onde se produzem semiacabados ou blocos (Instituto Aço Brasil, 2025).

A laminação separa os produtos formados na fase de refino e os processa por equipamentos conhecidos como laminadores. e os transforma em diversos produtos feitos de aço, onde sua nomenclatura pode variar dependendo da sua composição química ou forma (Instituto Aço Brasil, 2025).

A maioria dos coprodutos que são formados durante todo o processo são escória, entre 90% em massa, pó e lodo. Sendo que a formação de uma tonelada de aço forma 200 kg de coprodutos, utilizando o forno elétrico e 400 kg para o forno de oxigênio (World Steel Association, 2025b).

O Brasil está entre os 10 países que mais produziram aço no ano de 2024, como é possível verificar na tabela 3.1 abaixo.

Posição	País	mil toneladas
01	China	1.005.090
02	Índia	149.421
03	Japão	84.009
04	Estados Unidos	79.457
05	Rússia	71.007
06	Coréia do Sul	63.611
07	Alemanha	37.234
08	Turquia	36.893
09	Brasil	33.751
10	Irã	31.357

Tabela 3.1: Top 10 países que mais produziram aço no ano de 2024. Fonte: ([World Steel Association, 2025a](#))

Então, isso significa que se durante a formação for utilizado apenas o forno elétrico, o Brasil gerou cerca de 6.750.200 toneladas de coproduto, no entanto, se utilizar apenas o forno de oxigênio, tem-se que o Brasil teria gerado cerca de 13.500.400 toneladas de coproduto, gerando uma média de 10.125.300.

A escória utilizada neste trabalho foi a escória de alto-forno que é obtida durante a primeira parte do processo de formação do aço, ou seja, no processo de redução. Ela é formada a partir da fusão das impurezas do minério de ferro com a adição de fundentes e as cinzas do coque ([ArcelorMittal Brasil, 2025](#)).

3.3 Dielétricos

Para iniciar-se o discurso sobre materiais dielétricos, é necessário abordar os dielétricos na eletroestática e entender melhor seus conceitos.

Iniciando com o conceito de momento de dipolo. O momento dipolo é essencial para descrever as propriedades elétricas de um composto polar. ([MATVEYEV, 1966](#)). O dipolo pode ser explicado usando como modelo um par de cargas pontuais com a carga elétrica de mesmo valor, mas com sinais diferentes. O dipolo elétrico é um vetor \vec{p} que aponta da carga negativa para a carga positiva do par. Sua magnitude é igual ao produto da distância entre as cargas pelo valor da carga comum. A figura 3.4 ilustra as cargas e o cálculo do potencial do dipolo no ponto E. ([MATVEYEV, 1966](#)):

$$\vec{p} = q\vec{l} \tag{3.1}$$

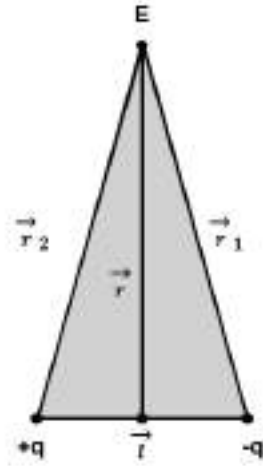


Figura 3.4: Esquema de um dipolo sob efeito de um campo elétrico. Fonte: A autora, baseado em (MATVEYEV, 1966).

Considere um campo elétrico em uma distância r muito maior do que a distância entre as duas cargas. O potencial ϕ no ponto E poderá ser escrito como o somatório dos potenciais do dipolo.

$$\phi = \frac{q}{4\pi\epsilon} \left(\frac{1}{|r_2|} - \frac{1}{|r_1|} \right) = \frac{q}{4\pi\epsilon} \frac{|r_1| - |r_2|}{r_1 r_2}. \quad (3.2)$$

Considerando a origem como a metade da distância entre as duas cargas, temos que

$$\vec{r}_1 = \vec{r} + \frac{\vec{l}}{2} \quad \vec{r}_2 = \vec{r} - \frac{\vec{l}}{2}, \quad (3.3)$$

elevando os dois termos ao quadrado

$$\begin{aligned} r_1^2 &= \left(\vec{r} + \frac{\vec{l}}{2} \right)^2 = r^2 + \vec{r} \cdot \vec{l} + \frac{1}{4}l^2 \\ r_2^2 &= \left(\vec{r} - \frac{\vec{l}}{2} \right)^2 = r^2 - \vec{r} \cdot \vec{l} + \frac{1}{4}l^2, \end{aligned} \quad (3.4)$$

desconsiderando os termos de l^2 , temos a seguinte aproximação:

$$\begin{aligned} r_1^2 &\approx r^2 + \vec{r} \cdot \vec{l} \\ r_2^2 &\approx r^2 - \vec{r} \cdot \vec{l}. \end{aligned} \quad (3.5)$$

Com isso, podemos reescrever que

$$\begin{aligned}
r_1^2 - r_2^2 &= (|r_1| + |r_2|)(|r_1| - |r_2|) \\
&= \left(\vec{r} + \frac{\vec{l}}{2} + \vec{r} - \frac{\vec{l}}{2} \right) \cdot \left(\vec{r} + \frac{\vec{l}}{2} - \vec{r} + \frac{\vec{l}}{2} \right) \\
&= (2\vec{r}) \cdot (\vec{l}) \\
&= 2\vec{r} \cdot \vec{l},
\end{aligned} \tag{3.6}$$

onde essa equação é válida para os termos de l^2 e então, a partir da equação 3.6, obtém-se

$$\begin{aligned}
(|r_1| + |r_2|)(|r_1| - |r_2|) &= 2\vec{r} \cdot \vec{l} \\
|r_1| - |r_2| &= \frac{2}{|r_1| + |r_2|} \vec{r} \cdot \vec{l},
\end{aligned} \tag{3.7}$$

desta forma, a equação do potencial (3.2) poderá ser escrita em função do momento dipolo, para isso estabelece-se que para um $\vec{r} \gg \vec{l}$ tem-se que

$$\begin{aligned}
r_1 \cdot r_2 &= \left(\vec{r} + \frac{\vec{l}}{2} \right) \cdot \left(\vec{r} - \frac{\vec{l}}{2} \right) \\
&= r^2 - \frac{l^2}{4} \\
&\approx r^2
\end{aligned} \tag{3.8}$$

também tem que ser considerado que

$$\begin{aligned}
r_1 + r_2 &= \vec{r} + \frac{\vec{l}}{2} + \vec{r} - \frac{\vec{l}}{2} \\
&= 2\vec{r},
\end{aligned} \tag{3.9}$$

logo,

$$|r_1| + |r_2| = 2|r|. \tag{3.10}$$

Portanto, o potencial em função do momento dipolo é dado por:

$$\begin{aligned}
\phi &= \frac{q}{4\pi\epsilon} \frac{2}{r_1 + r_2} \frac{1}{r_1 r_2} \vec{r} \cdot \vec{l} \\
&= \frac{1}{4\pi\epsilon} \frac{2}{2r \cdot r^2} \vec{p} \cdot \vec{r} \\
&= \frac{1}{4\pi\epsilon} \frac{\vec{p} \cdot \vec{r}}{r^3}.
\end{aligned} \tag{3.11}$$

Com o que foi debatido pode-se discutir sobre a polarização de dielétricos. Quando um dielétrico é colocado em um campo elétrico, ocorre essa polarização, ou seja, ele acaba adquirindo uma distribuição de momento dipolo (MATVEYEV, 1966). A intensidade dessa polarização é descrita pelo vetor de polarização \vec{P} que é definido como um momento de dipolo por unidade de volume (MATVEYEV, 1966), então,

$$d\vec{p} = \vec{P}dV. \tag{3.12}$$

A magnitude deste vetor de polarização é proporcional ao campo elétrico em um dado ponto (MATVEYEV, 1966), podendo ser escrita da seguinte forma:

$$\vec{P} = \kappa \epsilon_0 \vec{E}, \quad (3.13)$$

sendo que κ é a susceptibilidade elétrica, responsável por descrever a capacidade de um dielétrico de ser polarizado (MATVEYEV, 1966).

A suscetibilidade de um bom dielétrico (sólido ou líquido) está entre 1 e 10, já a maioria dos gases tem sua suscetibilidade na ordem de 0,0001 podendo, na maioria das vezes, ser ignorada (MATVEYEV, 1966).

3.3.1 Forno de Micro-ondas e seu Funcionamento

Antes de abordar o funcionamento do forno micro-ondas, é essencial compreender sua origem. O engenheiro americano Albert Wallace Hull foi o responsável pela invenção do diodo magnetron em 1921 (WILLSHAW, 1985; SOUZA et al., 2020). A partir dessa invenção, um campo magnético axial era capaz de controlar a corrente que passava por um diodo coaxial cilíndrico de furo liso, desviando os elétrons para fora do ânodo (WILLSHAW, 1985). Inicialmente desenvolvido para amplificador de áudio e fonte de radiofrequência, no entanto, por falta de necessidade, o seu desenvolvimento foi interrompido (WILLSHAW, 1985; SOUZA et al., 2020). No entanto, outras aplicações foram posteriormente exploradas.

O magnetron é o componente central responsável pela geração de ondas eletromagnéticas na faixa de micro-ondas e, após ser aperfeiçoado, tornou-se o núcleo do forno micro-ondas. No funcionamento do aparelho, as micro-ondas são emitidas por uma antena conectada ao ânodo do magnetron e são guiadas até a cavidade onde se encontra o objeto a ser aquecido. Parte da energia é absorvida pelo material, enquanto outra parte é refletida pelas paredes da cavidade, havendo ainda dissipação de energia, conforme ilustrado na Figura 3.5 (BARBOZA et al., 2001).

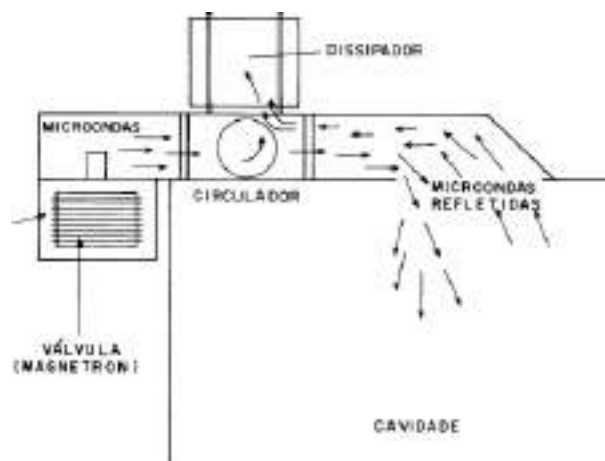


Figura 3.5: Esquemática do forno micro-ondas. Fonte: (BARBOZA et al., 2001)

Uma explicação clássica para o aquecimento promovido pela radiação de micro-ondas pode ser feita por analogia com o comportamento das moléculas polares sob a ação de um campo elétrico (BARBOZA et al., 2001). Moléculas que possuem momento de dipolo tendem a se alinhar ao campo elétrico quando este é aplicado. Se o campo oscila, as

moléculas oscilam devido à interação com o campo. Ao ser desligado o campo, as moléculas retornam ao seu estado original, liberando energia na forma de calor (BARBOZA et al., 2001).

Considerando a faixa de frequência das micro-ondas (entre 1000 e 10000 MHz), a polarização espacial das moléculas do material leva ao seu aquecimento devido à interação com o campo elétrico oscilante da radiação que causa um torque nas moléculas. Em materiais na fase condensada, o tempo de relaxamento das moléculas, ou seja, o tempo necessário para que elas retornem ao estado inicial após desligar o campo, depende da barreira de energia que precisa ser superada (BARBOZA et al., 2001). Como essas barreiras podem apresentar diferentes magnitudes, é possível considerar uma distribuição de tempos de relaxamento (BARBOZA et al., 2001).

3.4 A Luz e Algumas Propriedades

Isaac Newton e Christian Huygens foram grandes nomes para a pesquisa sobre a natureza da luz, porém, enquanto Newton defendia a natureza corpuscular da luz, Huygens defendia as propriedades ondulatórias da mesma (NUSSENZVEIG, 2014).

Em 1655, foi publicado um estudo de Grimaldi onde foi observado o efeito de difração de luz, no entanto, seus estudos não foram repercutidos devido à popularização das pesquisas de Newton (NUSSENZVEIG, 2014).

A teoria ondulatória foi reintroduzida por Thomas Young no século XIX, em que foram observados padrões de interferência da luz em decorrência de propriedades ondulatórias. Esse experimento foi o responsável por derrubar as ideias newtonianas (SILVA; MARTINS, 2010).

No século XIX, Maxwell reuniu as ideias da teoria do eletromagnetismo e a teoria óptica ao dizer que a luz é uma onda eletromagnética, ampliando a teoria inicial de que a luz se comportava como uma onda (CHESMAN, 2003).

Max Planck acreditava que a energia eletromagnética irradiada se espalhava de forma similar a uma onda se espalhando na água. No entanto, Einstein propôs que a energia radiante está quantizada em pacotes concentrados, o que depois passou a ser conhecido como fótons. (EISBERG; RESNICK, 1979). É importante também destacar que Einstein focou na característica corpuscular da luz, em como ela é emitida e absorvida e, devido a isso, ele propôs que a energia do fóton está relacionada com sua frequência ν (EISBERG; RESNICK, 1979).

Mais tarde, Louis de Broglie fez o raciocínio inverso, ou seja, se a luz, que originalmente era descrita como uma onda, podia exibir um comportamento corpuscular, então partículas materiais, tal como os elétrons, também deveriam exibir propriedades ondulatórias. Em sua tese de 1924, ele propôs que uma partícula com momento linear p está relacionada com o comprimento de onda $\lambda = h/p$, sendo que h é a constante de Planck (BROGLIE; NISHIMURA, 2021). Essa hipótese, confirmada experimentalmente em 1927 por Davisson e Germer com a difração de elétrons, estabeleceu a natureza dual universal para toda a matéria e radiação, tornando-se um pilar da mecânica quântica (EISBERG; RESNICK, 1979).

Devido a isso, foi possível demonstrar que a luz pode apresentar comportamento de uma partícula ao interagir com a matéria, podendo envolver as propriedades de absorção ou espalhamento. Com isso, desenvolveu-se a ideia do comportamento dual da luz, ora partícula, ora onda.

3.4.1 Polarização da Luz

A polarização da luz é um fenômeno que se dá quando os campos elétricos da luz (onda eletromagnética) estão orientados em certas direções. Se a direção de oscilação da luz é aleatória, pode-se dizer que a luz não está polarizada (FUJIWARA, 2007). Agora, quando as ondas de luz propagam na mesma direção, a polarização de luz é uma sobreposição dos campos elétricos, neste caso, o que irá ditar em qual estado a luz está polarizada é a diferença de fase (FUJIWARA, 2007). A luz pode ser linearmente, circularmente e elipticamente polarizada.

Considere que a luz se propaga no eixo x da seguinte forma, equação 3.14:

$$E = E_0 \exp [i (\omega t - Kx + \delta)] \quad (3.14)$$

ao relembrar a fórmula de Euler e utilizando apenas a parte real, a equação 3.14 se transforma na equação 3.15

$$E = E_0 \cos (\omega t - Kx + \delta). \quad (3.15)$$

Para exemplificar, a figura 3.6 mostra a propagação da luz no eixo x, em $t = 0$, para $\delta = 0$ e $\delta = \pi/2$.

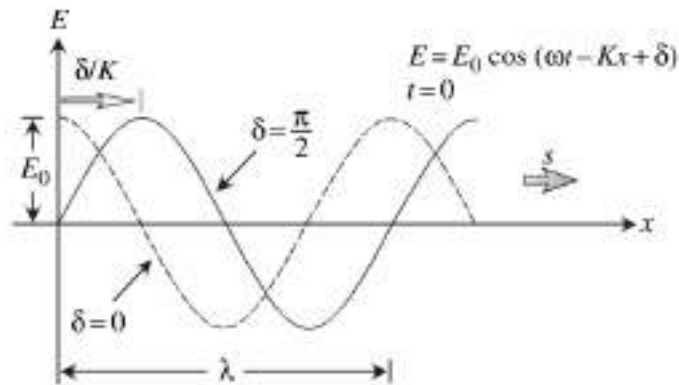


Figura 3.6: Propagação da luz no eixo x para $t = 0$. Fonte: (FUJIWARA, 2007)

Buscando compreender a função da fase, considere que δ é acrescido de $\pi/2$. Neste caso, tem-se que

$$t = 0 \implies \omega t = 0. \quad (3.16)$$

Com isso, o zero da função de onda se dá quando

$$-Kx + \delta = 0, \quad (3.17)$$

ou seja, nesse caso, a função irá transladar δ/K .

Agora, será tratada a polarização e como a mudança de fase a afeta. Considere agora uma onda eletromagnética se propagando no eixo z, neste caso, o campo elétrico pode ser descrito como uma sobreposição de campos elétricos nos eixos x e y, como mostra na equação 3.18:

$$\begin{aligned}\vec{E}(z, t) &= \vec{E}_x(z, t) + \vec{E}_y(z, t) \\ &= \left\{ E_{x0} \exp [i (\omega t - Kz + \delta_x)] \right\} \vec{x} + \left\{ E_{y0} \exp [i (\omega t - Kz + \delta_y)] \right\} \vec{y},\end{aligned}\quad (3.18)$$

onde E_{x0} e E_{y0} são as amplitudes do campo elétrico do eixo x e y , respectivamente, e δ_x e δ_y são as fases para seus respectivos eixos.

Para este caso, as fases separadas, ou seja, δ_x ou δ_y não são as responsáveis por ditar qual a polarização, mas sim a diferença entre elas, ou seja, $\delta_y - \delta_x$ ou $\delta_x - \delta_y$ (FUJIWARA, 2007). Reescrevendo a equação 3.18 separando as componentes x e y ,

$$\begin{aligned}\vec{E}_x(z, t) &= E_{x0} e^{i(\omega t - Kz + \delta_x)} \\ \vec{E}_y(z, t) &= E_{y0} e^{i(\omega t - Kz + \delta_y)}.\end{aligned}\quad (3.19)$$

A diferença de fase, como já foi dito, é dada por $\delta = \delta_y - \delta_x$, se considerarmos um $\delta_x = 0$ e que $\beta = \omega t - Kz$, a equação 3.19, considerando apenas a parte real, pode ser escrita da forma:

$$\begin{aligned}\vec{E}_x &= E_{x0} \cos \beta \\ \vec{E}_y &= E_{y0} \cos(\beta + \delta),\end{aligned}\quad (3.20)$$

considerando um plano fixo, por exemplo $z = 0$, e realizando algumas manipulações algébricas na equação 3.20, obtém-se a equação da elipse.

$$\left(\frac{E_y}{E_{y0}} \right)^2 - 2 \left(\frac{E_y}{E_{y0}} \right) \left(\frac{E_x}{E_{x0}} \right) + \left(\frac{E_x}{E_{x0}} \right)^2 = \sin^2 \delta, \quad (3.21)$$

sendo que esta equação pode ser utilizada para o caso geral, onde $\delta_x \neq 0$. Dito isso, é possível verificar o que a diferença de fase e a amplitude do campo elétrico podem proporcionar à luz.

Linearmente Polarizada

Quando não há diferença de fase, ou seja, $\delta_y - \delta_x = 0$, entre os campos elétricos E_y e E_x . Sendo $E_y = E_x$, a orientação do vetor $(\vec{E}_x + \vec{E}_y)$ é sempre 45° no plano xy , ou seja, uma onda eletromagnética orientada a 45° pode ser decomposta por duas ondas eletromagnéticas paralelas aos eixos x e y . Na figura 3.7, pode-se observar a propagação da luz linearmente polarizada no plano xy . Porém, se a amplitude do vetor $(E_x + E_y)$ for $\sqrt{2}$ vezes maior que a amplitude de E_x ou E_y , ($E_x = E_y$) (FUJIWARA, 2007).

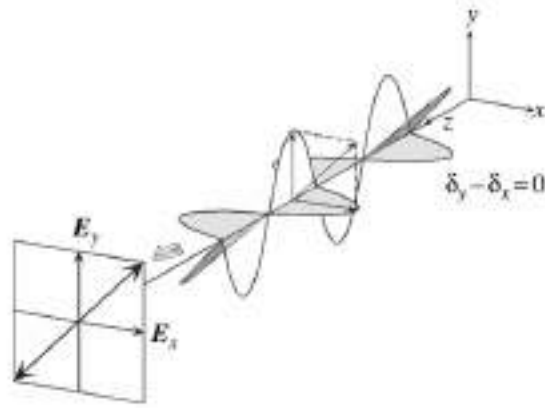


Figura 3.7: Representação da propagação de uma luz linearmente polarizada no plano xy. Fonte: (FUJIWARA, 2007)

Circularmente Polarizada

Quando a diferença de fase é 90° , ou seja, $\delta_y - \delta_x = \frac{\pi}{2}$, o vetor $(\vec{E}_x + \vec{E}_y)$ rotaciona durante sua propagação no plano xy. Essa rotação indica que a luz é circularmente polarizada (FUJIWARA, 2007).

Ao escolher um ponto qualquer no eixo z, o vetor gira para a direita, no sentido horário, neste ponto ao longo do tempo, essa polarização é conhecida como polarização circular para a direita (FUJIWARA, 2007).

Para melhor compreensão do que foi dito, na figura 3.8 é possível verificar a propagação da luz circularmente polarizada a direita no plano xy.

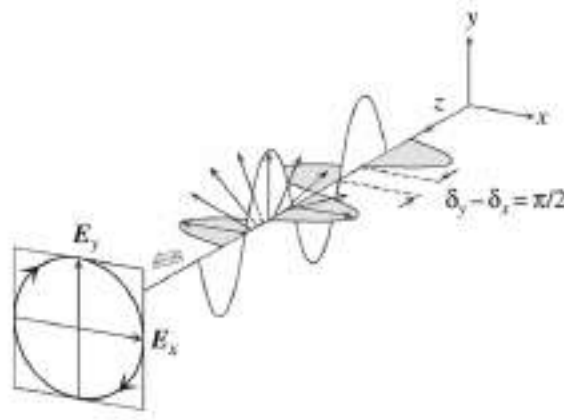


Figura 3.8: Representação da propagação de uma luz circularmente polarizada para a direita no plano xy. Fonte: (FUJIWARA, 2007)

Elípticamente Polarizada

A luz elípticamente polarizada é o caso mais geral. Para este evento, se as amplitudes dos campos elétricos no eixo x e y forem diferentes, ou seja, se $E_x \neq E_y$, para qualquer diferença de fase, inclusive para $\delta_y - \delta_x = \frac{\pi}{2}$, a luz estará elípticamente polarizada (FUJIWARA, 2007). No entanto, as amplitudes ainda podem ser iguais e a polarização continuar sendo elíptica.

Para melhor entendimento de uma luz elípticamente polarizada, na figura 3.9 abaixo é possível verificar a propagação da luz elípticamente polarizada no plano xy.

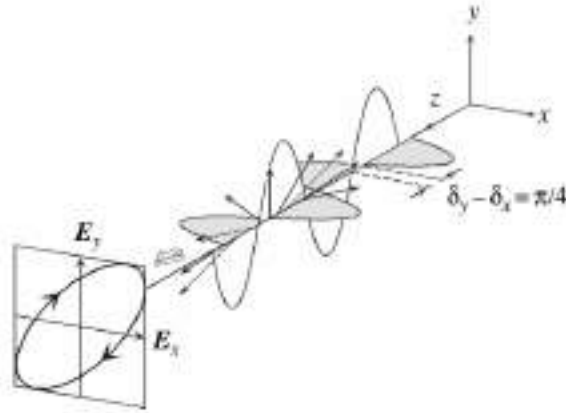


Figura 3.9: Representação da propagação de uma luz elipticamente polarizada no plano xy. Fonte: (FUJIWARA, 2007)

Para finalizar, na figura 3.10 é possível verificar as variações nas polarizações quando a diferença de fase, $\delta_y - \delta_x$, varia entre 0 a 2π .

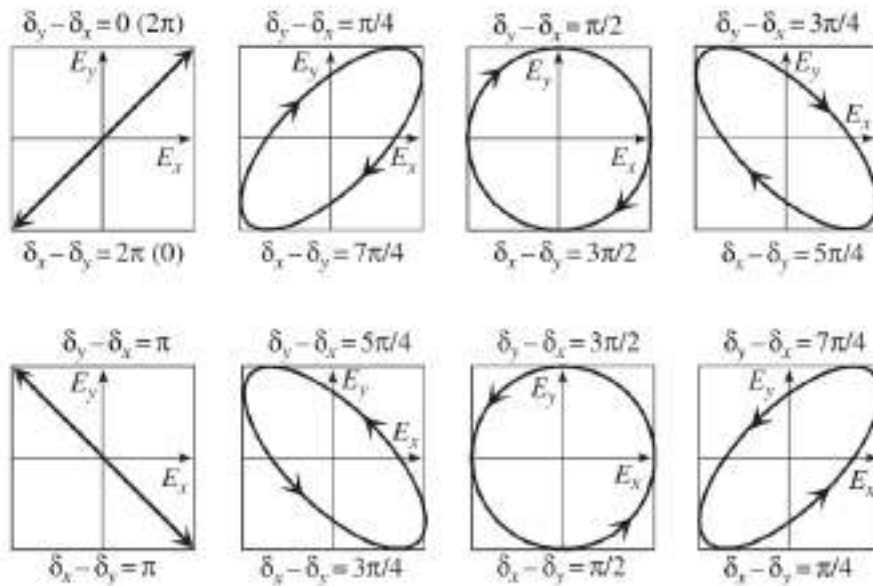


Figura 3.10: Variação dos estados de polarização para a diferença de fase entre 0 e 2π , para esta figura as amplitudes dos campos elétricos x e y são iguais. Fonte: (FUJIWARA, 2007)

3.4.2 Índice de Refração e Coeficiente de Extinção

O índice de refração é uma propriedade do material que descreve a forma como uma onda eletromagnética se propaga através dele, já o coeficiente de extinção está relacionado com a absorção da onda em um determinado comprimento de onda. Ambas as propriedades são obtidas a partir do índice de refração complexo $N(n,k)$.

Para se obter o índice de refração complexo considera-se, inicialmente, um feixe de luz monocromático em um meio de refração (figura 3.11), ou seja, passando entre dois meios diferentes, considerando a Lei de Snell o produto do seno com a parte real da refração permanece constante, sendo dado como a equação (3.22)

$$n_1 \sin \theta_1 = n_2 \sin \theta_2. \quad (3.22)$$

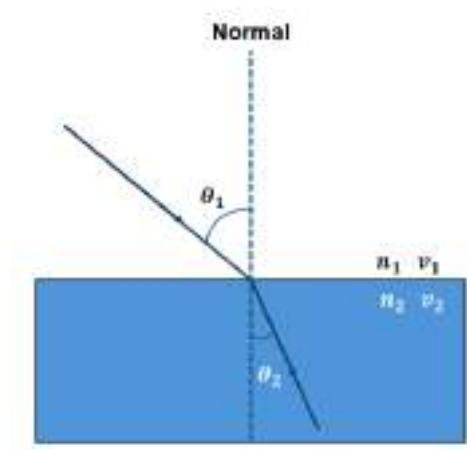


Figura 3.11: Refração de dois meios diferentes com diferentes índices de refração. Onde θ_1 é o ângulo refletido, θ_2 é o ângulo refratado, n_1 é o índice de refração e v_1 a velocidade da luz do ambiente 1 e n_2 é o índice de refração e v_2 a velocidade da luz do ambiente 2. Fonte: A autora.

Ao considerar o feixe de luz monocromático como linearmente polarizado, tem-se que o campo elétrico do plano de incidência (LOSURDO; HINGERL, 2013) é dado pela equação (3.23)

$$E_i = \left(E_{ip}^2 + E_{is}^2 \right)^{1/2}, \quad (3.23)$$

sendo que E_{ip} é o campo elétrico paralelo e E_{is} é o campo elétrico perpendicular.

Mudando a situação de refração para reflexão (figura 3.12), ou seja, o feixe de luz é refletido ao incidir em um material, ocorrerá uma mudança na polarização do feixe de luz, havendo uma modificação na amplitude. Os coeficientes de reflexão de Fresnel que está relacionado com o campo elétrico e com a Lei de Snell será descrito pela equação (3.24)

$$r_p = \frac{E_{rp}}{E_{ip}} = \frac{N_2 \cos \theta_1 - N_1 \cos \theta_2}{N_2 \cos \theta_1 + N_1 \cos \theta_2}, \quad (3.24)$$

$$r_s = \frac{E_{rs}}{E_{is}} = \frac{N_1 \cos \theta_1 - N_2 \cos \theta_2}{N_1 \cos \theta_1 + N_2 \cos \theta_2},$$

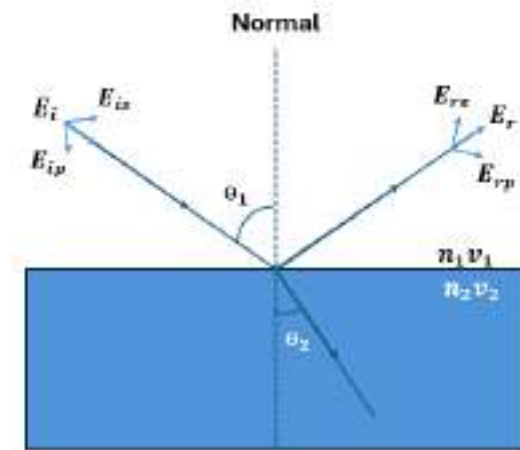


Figura 3.12: Reflexão de dois meios diferentes com índices de refração diferentes. Onde E_i é o campo elétrico incidente, E_{ip} e E_{is} são o campo elétrico incidente paralelo e perpendicular respectivamente, E_{rp} e E_{rs} são o campo elétrico refletido paralelo e perpendicular respectivamente. Fonte: A autora

sendo que N_i é o índice de refração complexo que, de modo geral, pode ser escrito como na equação 3.25

$$N = n + ik, \quad (3.25)$$

desta forma, temos a parte real do índice de refração (n) e o coeficiente de extinção (k).

Já foi dito anteriormente no começo desta seção que o coeficiente de extinção está relacionado com a absorção do material e esta relação se dá pela equação 3.26

$$\alpha = \frac{4\pi k}{\lambda_0}, \quad (3.26)$$

onde α é a constante de absorção e λ_0 é o comprimento de onda.

3.4.3 Elipsometria

Entre os séculos 19 e 20, os conhecimentos fundamentais na área da óptica trouxeram consigo numerosas dúvidas sobre a polarização da luz e como seria possível descrevê-la, com essa curiosidade ocorreu a invenção da elipsometria (ROSSOW, 2019).

A técnica em si foi criada para estudar os conceitos que envolvem a polarização, ou seja, entender o que é esse fenômeno e como ele acontece (ROSSOW, 2019). Ela consiste em aplicar um feixe de luz polarizada na superfície do material a ser analisado e, então, detectar a mudança na polarização que ocorre após a reflexão do feixe, identificando assim as propriedades ópticas daquele material (FUJIWARA, 2007).

O nome desta técnica é dado devido ao fato de que a luz, após ser refletida, na maioria das vezes, se torna elipticamente polarizada (FUJIWARA, 2007). Para a análise de propriedades ópticas, pode-se utilizar a técnica de elipsometria, onde é possível realizar análise de camadas finas, superfícies, etc. (ROSSOW, 2019; FUJIWARA, 2007).

A elipsometria é uma medida indireta e não destrutiva, ou seja, os resultados obtidos por meio desta técnica precisam ser modelados de forma que há uma designação de

camadas, composições e leis que se referem àquele tipo de material, e é considerada não destrutiva pelo fato de que a medida apenas utiliza a mudança da polarização da luz, não afetando a amostra quimicamente e superficialmente. Para as amostras analisadas neste trabalho, modelaram-se os resultados considerando-os como *bulk*, ou seja, não há camadas sob a superfície da amostra.

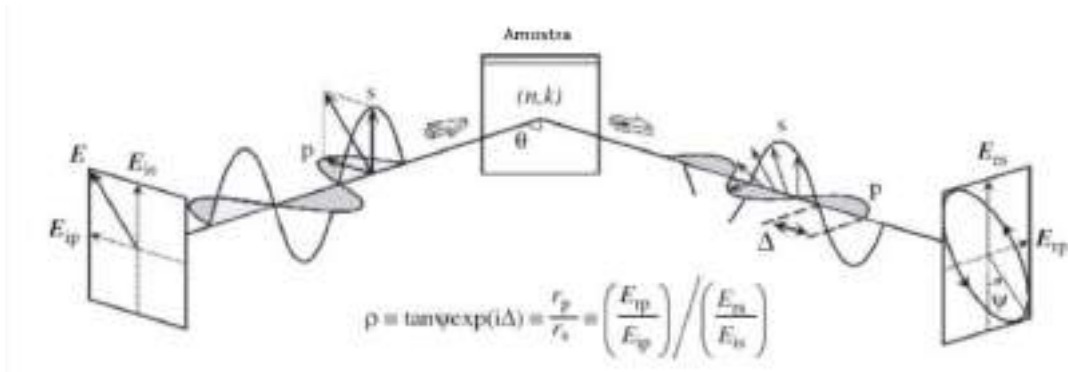


Figura 3.13: Esquemática do funcionamento da elipsometria. Fonte: (PASCU; DINESCU, 2012) modificado pela autora

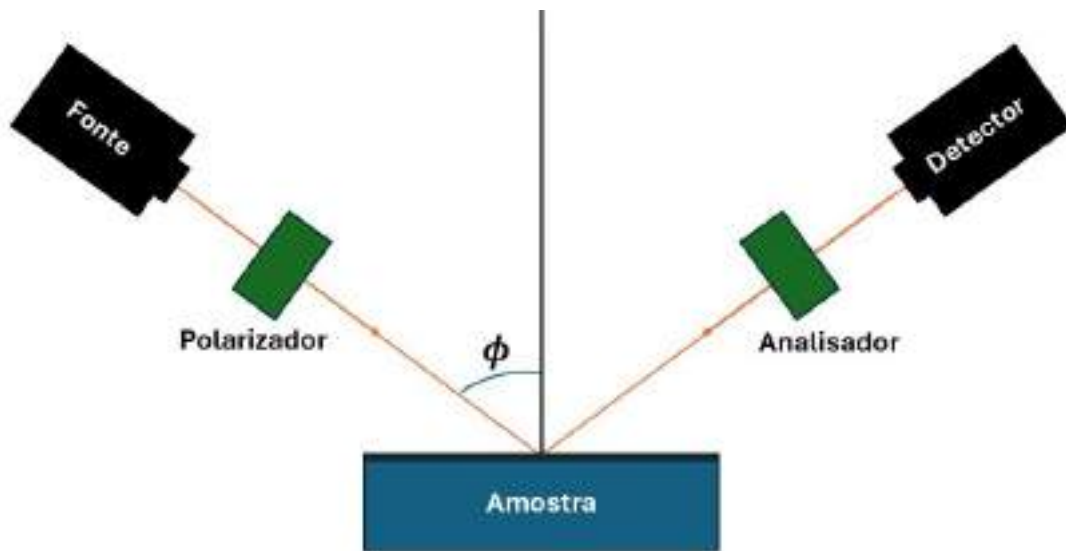


Figura 3.14: Esquemática do equipamento elipsômetro. Fonte: A autora

As figuras 3.13 e 3.14 representam o que foi dito anteriormente, onde um feixe de luz polarizado, neste caso linearmente polarizado, é direcionado até a superfície da amostra, onde reage com o material e é refletido, ocorrendo a mudança de polarização, sendo que muitas vezes o feixe retorna como elipticamente polarizado, dando origem ao nome da técnica.

Os dados coletados durante a medida são o Δ e o Ψ , onde o Δ é a diferença de fase entre os planos paralelo e perpendicular ao plano de incidência e Ψ é a razão dos coeficientes de Fresnel r_p e r_s das ondas de luz polarizadas (PASCU; DINESCU, 2012).

Afim de compreensão sobre o funcionamento do elipsômetro, considere o seguinte campo elétrico da onda eletromagnética:

$$\vec{E} = \vec{E}_p + \vec{E}_s, \quad (3.27)$$

onde, novamente, \vec{E}_p é a componente paralela e \vec{E}_s é a componente perpendicular do campo elétrico. Podemos reescrever a equação acima da seguinte forma:

$$\vec{E} = E_{0p}e^{i(kz-wt)}e^{i\delta_p}\hat{p} + E_{0s}e^{i(kz-wt)}e^{i\delta_s}\hat{s}, \quad (3.28)$$

sendo que E_{0x} é a amplitude máxima. Para simplificar, considere $\beta = kz - wt$, e escrevendo, agora, o campo elétrico em relação ao feixe incidente (i) e refletido (r), tem-se que

$$\begin{aligned} \vec{E}_i &= \vec{E}_{ip}e^{i(\beta+\delta_{ip})} + \vec{E}_{is}e^{i(\beta+\delta_{is})}, \\ \vec{E}_r &= \vec{E}_{rp}e^{i(\beta+\delta_{rp})} + \vec{E}_{rs}e^{i(\beta+\delta_{rs})}, \end{aligned} \quad (3.29)$$

Note que a diferença de fase nesse caso é diferente, pois está relacionada com o eixo incidente e o eixo refletido. Se escrevermos a taxa do campo elétrico paralelo e perpendicular,

$$\begin{aligned} r_p &= \frac{\vec{E}_{rp}e^{i(\beta+\delta_{rp})}}{\vec{E}_{ip}e^{i(\beta+\delta_{ip})}} = \frac{\vec{E}_{rp}}{\vec{E}_{ip}}e^{(i\beta+i\delta_{rp}-i\beta-i\delta_{ip})} = \frac{\vec{E}_{rp}}{\vec{E}_{ip}}e^{i\Delta_p}, \\ r_s &= \frac{\vec{E}_{rs}e^{i(\beta+\delta_{rs})}}{\vec{E}_{is}e^{i(\beta+\delta_{is})}} = \frac{\vec{E}_{rs}}{\vec{E}_{is}}e^{(i\beta+i\delta_{rs}-i\beta-i\delta_{is})} = \frac{\vec{E}_{rs}}{\vec{E}_{is}}e^{i\Delta_s}, \end{aligned} \quad (3.30)$$

onde Δ é a variação da diferença de fase. Ao dividir as taxas do campo paralelo e perpendicular têm-se:

$$\frac{r_p}{r_s} = \frac{\frac{\vec{E}_{rp}}{\vec{E}_{ip}}e^{i\Delta_p}}{\frac{\vec{E}_{rs}}{\vec{E}_{is}}e^{i\Delta_s}} = \frac{\vec{E}_{rp}}{\vec{E}_{ip}}e^{i\Delta_p} \frac{\vec{E}_{rs}}{\vec{E}_{is}}e^{i\Delta_s} = \frac{\vec{E}_{rp}}{\vec{E}_{ip}} \frac{\vec{E}_{rs}}{\vec{E}_{is}}e^{i\Delta}. \quad (3.31)$$

No ângulo de 45° há uma particularidade, onde E_{is} e E_{ir} são iguais, assim a equação 3.31 pode ser reescrito como:

$$\rho = \frac{r_p}{r_s} = \tan(\Psi)e^{i\Delta}, \quad (3.32)$$

a equação 3.32 é conhecida como a equação fundamental da elipsometria (PASCU; DINESCU, 2012), no entanto, só é possível medir a parte real da equação, para isso é apenas reescrever a equação 3.32 abrindo a exponencial a partir da Fórmula de Euler,

$$|\rho| = \frac{|r_p|}{|r_s|} = \tan(\Psi) \cos(\Delta). \quad (3.33)$$

A partir da elipsometria é possível obter o índice de refração e coeficiente de extinção, camadas de filmes finos, função dielétrica etc. (GONÇALVES; IRENE, 2002).

3.5 Difração de Raios-X

Os raios-X foram descobertos em 1895 pelo físico Wilhelm Conrad Röntgen, da Universidade de Würzburg, na Alemanha (HESSENBRUCH, 2002). A descoberta ocorreu durante experimentos com tubos de vácuo recém-desenvolvidos, nos quais Röntgen investigava os efeitos da aplicação de descargas de alta voltagem (NASCIMENTO, 2014). Ao gerar raios catódicos no interior do tubo, ele observou que uma tela revestida com

platinocianeto de bário começava a fluorescer (NASCIMENTO, 2014). Esse fenômeno era, até então, desconhecido. Röntgen suspeitou que o brilho fosse causado por um novo tipo de radiação, à qual deu o nome de "raios-X" (NASCIMENTO, 2014).

Atualmente, os raios-X são utilizados em diversas áreas, desde a medicina até a pesquisa científica. Uma das principais aplicações científicas é a difratometria de raios-X, uma técnica empregada para investigar a estrutura cristalina dos materiais e determinar os espaçamentos atômicos entre planos cristalinos (BUNACIU; UDRIȘTIOIU; ABOUL-ENEIN, 2015). Essa técnica se baseia na difração e na interferência construtiva de raios-X monocromáticos.

A análise difratométrica fundamenta-se na Lei de Bragg:

$$n\lambda = 2d \sin \theta, \quad (3.34)$$

onde n é um número inteiro, λ é o comprimento de onda, d representa a distância interplanar responsável pela difração e θ é o ângulo de incidência/difração (BUNACIU; UDRIȘTIOIU; ABOUL-ENEIN, 2015).

Quando a condição expressa pela equação de Bragg é satisfeita, ocorre interferência construtiva, que se manifesta como picos no difratograma. A partir desses picos, é possível calcular as distâncias interplanares e, assim, identificar os compostos químicos presentes na amostra, uma vez que cada substância possui um conjunto característico de distâncias interplanares (BUNACIU; UDRIȘTIOIU; ABOUL-ENEIN, 2015).

Entretanto, em materiais amorfos, como o vidro, não se observa a formação de picos nítidos. Isso ocorre porque, diferentemente dos cristais, materiais amorfos não possuem uma estrutura ordenada a longo alcance. Assim, a Lei de Bragg não é rigorosamente satisfeita, resultando na formação de halos difusos em vez de picos, impossibilitando a identificação clara de compostos cristalinos. Na figura 3.15 é possível observar um gráfico da análise de vidros e vitro-cerâmicos, possibilitando uma explicação mais visual sobre a análise de difração de raios-X e o que se espera. Neste caso, tem-se o amorfo sem a presença de picos definidos, porém, ao se ter o vitro-cerâmico, foi observada a presença de picos junto aos halos, mostrando um comportamento vítreo com fases cristalinas e, conforme foi aumentando a temperatura de tratamento térmico, obteve-se um material completamente cristalino (DIAS et al.,).

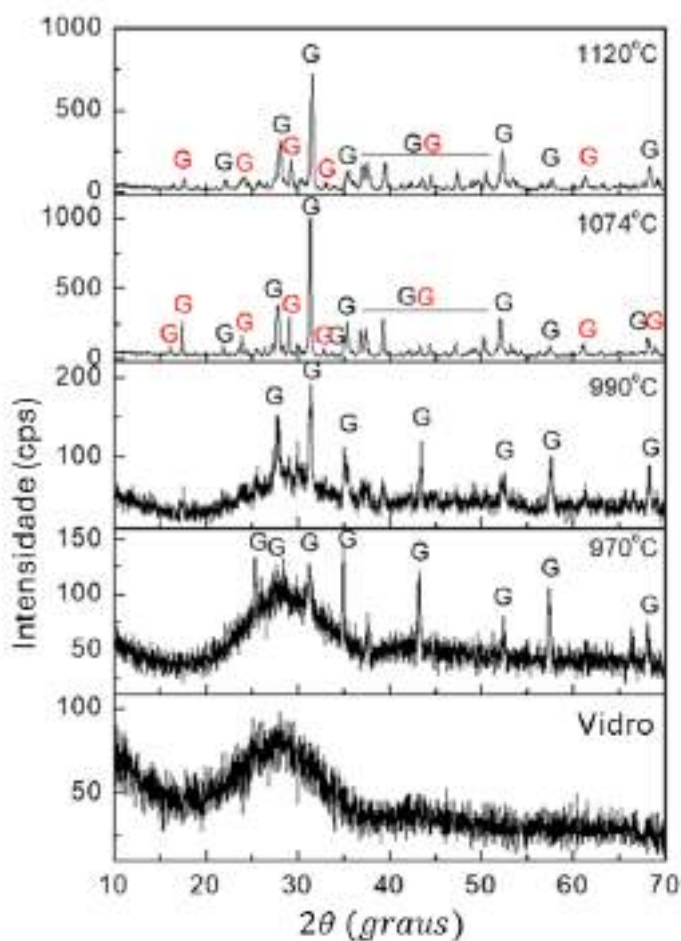


Figura 3.15: Análise de difração de raios-X de vidro para a primeira imagem, vitro-cerâmica para 970°C a 1120°C, onde o G em preto é gehlenita (JPCDF 2-823) e o G em vermelho é gehlenita (JPCDF 1-982) Fonte:([DIAS et al.](#),) modificado pela autora.

Outro fator importante de se destacar sobre essa técnica é o fato de que a largura dos picos obtidos durante esta análise refere-se ao tamanho do cristalito, ou seja, a dimensão da região coerente de espalhamento dentro de um grão, para materiais nanocristalinos ou sem muitos defeitos internos, o tamanho do cristalito frequentemente se aproxima do tamanho do grão ([CULLITY; STOCK, 2001](#)).

Já Figura 3.16, observa-se a geometria de Bragg-Brentano, comumente utilizada na difração de raios-X:

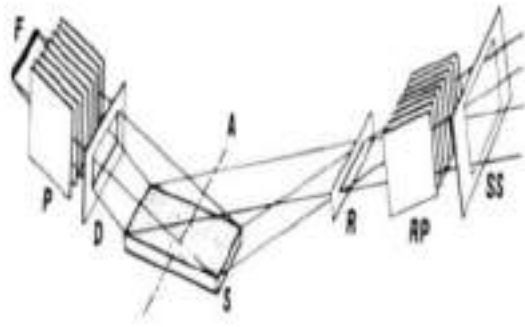


Figura 3.16: Geometria de Bragg-Brentano. Fonte: (BUNACIU; UDRIȘTIOIU; ABOUL-ENEIN, 2015)

Nessa configuração: F representa a fonte de raios-X, P e RP são as fendas Soler, S é a amostra, D é a fenda de divergência, R é a fenda receptora e A é o eixo do goniômetro.

A fenda Soler é responsável por controlar a divergência axial do feixe de raios-X, ou seja, faz com que os raios do feixe viagem de forma paralela em relação ao plano de medição. Já a fenda de divergência tem como função controlar a divergência horizontal e a largura do feixe, com isso a fenda de divergência consegue controlar a resolução angular e a intensidade do feixe. Por fim, a fenda receptora tem como função definir a largura angular do feixe difratado que será aceito e contado pelo detector.

A geometria de Bragg-Brentano é uma configuração de parafoagem, na qual o feixe divergente, originado em F, é direcionado até a amostra S e, após ser difratado, atravessa a fenda receptora R até atingir o detector. A fenda de divergência D, em conjunto com a largura focal efetiva, determina a quantidade de divergência angular permitida no sistema (BUNACIU; UDRIȘTIOIU; ABOUL-ENEIN, 2015).

3.6 Dureza e Módulo de Elasticidade

Um conceito que parece difícil de ser explicado é a dureza de um material, um conceito tão intrínseco que muitas das vezes não parece ter uma descrição própria, no entanto, a dureza está relacionada com a resistência à deformação (TABOR, 2000). Levando esse conceito em sua parte literal, tem-se que o metal, em seu estado sólido, é mais duro que uma borracha, no entanto, se for considerado que a dureza é a capacidade de resistir a uma deformação constante, então a borracha poderia ser considerada mais dura que outros metais, isso se deve ao fato de que a elasticidade da borracha é maior do que a elasticidade desses metais (TABOR, 2000).

Desta forma, conclui-se que a dureza de um material está também ligada ao seu módulo de elasticidade, visto que o módulo de elasticidade quantifica a rigidez do material, ou seja, é a capacidade deste material resistir a uma deformação elástica (TABOR, 2000).

A medida de dureza pode ser realizada de três formas distintas: dureza do risco, dureza por indentação estática, dureza dinâmica.

- **Dureza de risco**

Esta é a forma mais antiga de se realizar o teste de dureza, em que verifica a capacidade de um sólido riscar ou ser riscado por outro sólido (TABOR, 2000).

Este método tem valores semi-quantitativos que foi ditado por Mohs (1822), sendo alguns destes valores descrito na tabela 3.2 abaixo:

Minerais	Dureza (Mohs)	Metais	Dureza (Mohs)	Diversos	Dureza (Mohs)
Talco	1	Chumbo	1,5	$Mg(OH)_2$	1,5
Gesso	2	Estanho, Cádmio	2	Unha	2 - 2,5
Calcário	3	Alumínio	2,3 - 2,5	Cu_2O	3,5 - 4
Fluorita	4	Ouro, Magnésio, Zinco	2,5	ZnO	4 - 4,5
Apatita	5	Prata	2,7	Mn_3O_4	5 - 5,5
Ortoclase	6	Antimônio	3	Fe_2O_3	5,5 - 6
Quartzo	7	Cobre	3	MgO	6
Topácio	8	Ferro	3,5 - 4,5	Mn_2O_3	6,5
Coríndon	9	Níquel	3,5 - 5	SnO_2	6,5 - 7
Diamante	10	Cromo (macio)	4,5	Martensita	7
		Cobalto	5	MoC	7 - 8
		Ródio	6	V_2C_3	8
		Osmio,	7	TiC	8 - 9
		Tântalo,	7	Al_2O_3 (Safira)	9
		Tungstênio,	7	Mo_2C, SiC, VC	9 - 10
		Silício	7	W_2C, WC	9 - 10
		Manganês	7	Diamante de Boro	10+
		Cromo (duro eletro depositado)	8		
		Aço endurecido por tratamento térmico	8		

Tabela 3.2: Tabela de dureza em Mohs de alguns materiais. Fonte: (TABOR, 2000)

A escala de dureza em Mohs é comumente utilizada pelos minerologistas e lapidários, no entanto, utilizá-la em metais pode não ser uma melhor escolha, visto que os intervalos da dureza na faixa mais alta não estão bem espaçados, sendo que entre os metais mais duros a dureza de Mohs é de 4 a 8 (TABOR, 2000).

• Dureza por indentação estática

Este é o método mais comum utilizado para determinar a dureza de um metal. Essa técnica irá analisar a formação de uma indentação na superfície do material que será analisado, a dureza irá ser identificado pelo tamanho da marca feita na superfície e pelo seu formato (TABOR, 2000).

No teste de Brinell, o indentador era uma esfera de aço, podendo ser também de carboneto de tungstênio ou até mesmo de diamante, dependendo do metal que será analisado (TABOR, 2000), afinal a dureza do indentador tem que ser maior que o metal a ser analisado, pois caso o contrário o indentador pode quebrar e não será concluído a análise de dureza.

Há outro tipo de indentação que é realizado após o teste de Ludwik e Vickers, em que a forma do indentador é piramidal e comumente é feita de diamante. As características da dureza são diferentes do que obtido pelo indentador em forma esférica, afinal, como foi dito anteriormente, a forma da indentação é essencial para esse tipo de análise. Vale ressaltar que esses dois indentadores são os mais utilizados, porém, há também outras formas de indentação (TABOR, 2000).

• Dureza dinâmica

Essa técnica irá depender da deformação dinâmica ou indentação na superfície do metal a ser analisado. Essa análise irá acontecer de forma que a indentação será aplicada à superfície e a dureza será descrita pela energia do impacto e a indentação restante. Em geral, a dureza dinâmica irá depender das propriedades plásticas e elásticas do material analisado (TABOR, 2000).

Tendo sido abordadas as questões relacionadas à dureza de um material, é possível prosseguir com a discussão sobre o módulo de elasticidade. Este parâmetro é normalmente definido como a razão entre a tensão aplicada sobre uma superfície e a deformação resultante, conforme descrito pela Lei de Hooke (Eq. 3.35) (GOULARTE, 2014).

$$E = \frac{\delta}{\varepsilon_{long}} \quad (3.35)$$

onde E é o módulo de elasticidade, δ é a tensão aplicada e ε_{long} é a deformação elástica longitudinal.

3.6.1 Ultramicrodurômetro

A análise de ultramicrodureza foi realizada de forma dinâmica, por meio de ciclos de carga e descarga. Ou seja, a força selecionada foi gradualmente aplicada à superfície pelo penetrador. Após atingir o valor máximo da força, o indentador deixou de aplicá-la, iniciando o processo de descarga.

A indentação utilizada para esta análise é a indentação Vickers, figura 3.17, onde para a dureza dinâmica utiliza-se a equação 3.36 abaixo (SHIMADZU, 2012).

$$DHV = 3,8584 \times \frac{F}{h^2} \quad (3.36)$$

Sendo DHV é a sigla para *Dynamic Hardness Vickers*, ou seja, Dureza Dinâmica Vickers, F é a força escolhida e h é a profundidade necessária para a força aplicada.

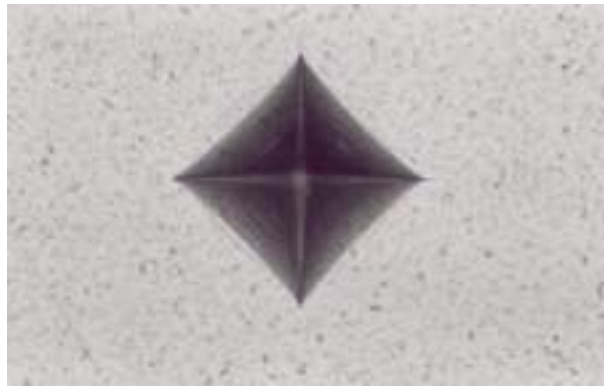


Figura 3.17: Marca da indentação Vickers na superfície de um material. Fonte: (TIER, 1998)

Na imagem 3.18 abaixo, mostra-se o esquema da análise de dureza (SHIMADZU, 2012).

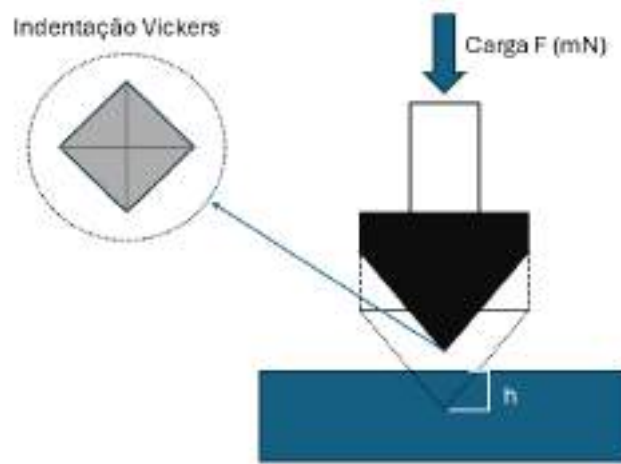


Figura 3.18: Esquematização da análise de dureza. Fonte: A Autora, baseada em (SHI-MADZU, 2012)

3.7 Densidade

A densidade está relacionada com a quantidade de uma certa massa em um dado volume, sendo considerada uma característica intrínseca da matéria. A densidade é dada pela equação 3.37 abaixo:

$$\rho = \frac{m}{v}, \quad (3.37)$$

sendo que a unidade de medida no SI (Sistema Internacional) é dada por kg/m^3 , porém comumente expressa em g/cm^3 .

Há diversas formas de determinar a densidade de um material, por exemplo, determinando a massa e o volume do objeto ou então o deslocamento de líquido e também pelo Princípio de Arquimedes, onde a densidade é determinada pelo empuxo. Para esta análise, a forma utilizada para se obter os valores de densidade foi a partir do Princípio de Arquimedes, portanto, será necessário abordar este assunto.

3.7.1 Princípio de Arquimedes

Considere a situação da imagem 3.19 abaixo, onde há um sólido com base A e altura h imerso num fluido com densidade ρ .

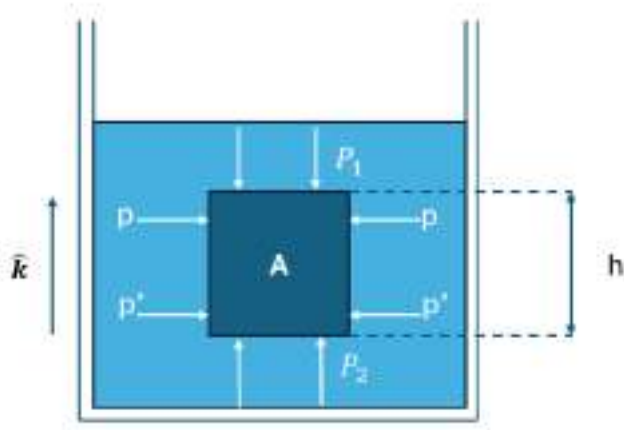


Figura 3.19: Esquematização para o Princípio de Arquimedes. Fonte: A autora baseado em (NUSSENZVEIG, 2014)

O sólido está envolvido por duas pressões responsáveis pelo equilíbrio ($[p, p]$ ou então $[p', p']$), mas também há outras duas pressões onde P_2 é maior do que P_1 , já que o objeto está flutuando e essa pressão é dada por (NUSSENZVEIG, 2014):

$$P_2 - P_1 = \rho gh. \quad (3.38)$$

Com isso, é possível obter a resultante das forças superficiais que agem sob o cilindro, uma força que age na direção de \hat{k} e é descrita como $\vec{E} = E\hat{k}$, então tem-se que E é dada por (NUSSENZVEIG, 2014):

$$E = P_2 A - P_1 A, \quad (3.39)$$

substituindo o resultado da equação 3.38 na equação 3.39 acima, obtém-se (NUSSENZVEIG, 2014):

$$E = \rho ghA \quad (3.40)$$

Considerando que $V = hA$ o volume do cilindro, $m = \rho V$ é massa do fluido que foi deslocada pelo cilindro, a equação 3.40 fica como (NUSSENZVEIG, 2014):

$$E = \rho Vg = mg \quad (3.41)$$

Portanto, a força resultante que também é conhecida como empuxo é dada por (NUSSENZVEIG, 2014) :

$$\vec{E} = mg\hat{k} = -\vec{P}_f \quad (3.42)$$

Sendo que \vec{P}_f é o peso do fluido deslocado (NUSSENZVEIG, 2014). Portanto, o teorema de Arquimedes diz que:

Quando um corpo está parcial ou completamente imerso em um fluido, este exerce sobre o corpo uma força de baixo para cima igual ao peso do volume do fluido deslocado pelo corpo. (YOUNG; FREEDMAN, 2016)

3.8 Microscopia Confocal

Marvin Minsky foi o responsável pela criação e patenteamento do que é conhecido hoje como microscopia confocal no ano de 1995 (NWANESHIUDU et al., 2012). As pessoas responsáveis por popularizar o termo 'confocal' foram Brakenhoff et al., em 1979 (AMOS; WHITE, 2003), ao utilizá-lo para designar um tipo de microscópio cuja iluminação é confinada a um ponto focal específico. Nesse sistema, a detecção é igualmente limitada ao ponto focal iluminado, graças a uma abertura (*pinhole*) posicionada no plano conjugado ao foco da amostra, que bloqueia a luz fora de foco antes de atingir o detector (AMOS; WHITE, 2003).

A principal característica do microscópio confocal é obter, em uma fração de ($< 1\mu m$) de foco, uma seção óptica fina do plano, conseguindo criar imagens com uma definição superior à de um microscópio convencional, tendo a possibilidade de gerar imagens topográficas tridimensionais, sendo que essas são a reconstrução de diversas seções ópticas variando a profundidade (SMITH, 2011). Essa técnica é rápida, com um baixo índice de erro e uma imagem de ótima resolução, além de ser não destrutiva.

O parâmetro de rugosidade utilizado foi a rugosidade média, também conhecida como R_a . Ao realizar a imagem topográfica, o software indica a rugosidade média a partir da topografia obtida. Essa rugosidade é obtida a partir do perfil de superfície, uma resultante da interseção da superfície (CAMPOS, 2022), figura 3.20.

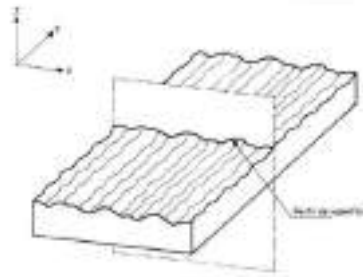


Figura 3.20: Perfil da superfície. Fonte: (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2002)

A partir da interseção da superfície, traça-se uma linha horizontal, conhecida como linha média, e avalia-se a variação dos picos com essa linha. Os valores demarcados como Z_{pi} são os picos acima da linha média e Z_{vi} são os vales abaixo da linha média (CAMPOS, 2022), figura 3.21.

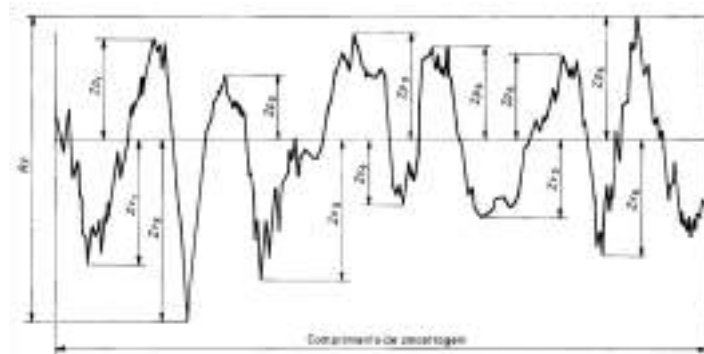


Figura 3.21: Perfil de uma superfície rugosa com base na linha média. Fonte: (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2002)

A partir dessa linha média que o *software* calcula a rugosidade média a partir da equação 3.43

$$R_a = \frac{1}{L} \int_0^L |Z(x)| dx \quad (3.43)$$

Para a análise de rugosidade fora utilizando a norma DIN 4768 (DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG, 1990), onde pela norma obtém-se a rugosidade de cinco linhas com um comprimento definido pela norma, ditado pela rugosidade inicial da superfície e indicado pelo *cutoff*, e então registra a rugosidade média de cada linha e realiza a média e o desvio padrão, indicados pelas equações 3.44 e 3.45 respectivamente:

$$R_{norma} = \frac{\sum_{n=1}^5 r_n}{5}, \quad (3.44)$$

onde r_n é a rugosidade média de cada linha. E, por fim,

$$Dp = \sqrt{\frac{\sum_i (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}, \quad (3.45)$$

sendo que x_i é o valor individual, \bar{x} é a média de todos os valores da rugosidade e n é a quantidade de valores.

Como já foi mencionado, o comprimento das cinco linhas é definido pelo *cutoff*, para mais entendimento, na tabela 3.3 têm esses valores. Sendo que ao avaliar a rugosidade obtida durante a medida de topografia, geralmente analisada no meio da amostra, verifica-se qual é o *cutoff* a ser utilizado em relação àquela rugosidade média. Com o *cutoff* selecionado, calcula-se o comprimento multiplicando o valor do *cutoff* por sete. Esse procedimento é realizado para igualar-se ao procedimento utilizado pelo rugosímetro de contato, onde são utilizados sete segmentos, mas apenas cinco são efetivamente usados no cálculo. O primeiro e o último são descartados devido à aceleração e à frenagem do apalpador.

Rugosidade Média (R_a) (μm)	<i>Cut-off</i> (mm)
$0,006 < R_a \leq 0,02$	0,08
$0,02 < R_a \leq 0,1$	0,25
$0,1 < R_a \leq 2$	0,8
$2 < R_a \leq 10$	2,5
$10 < R_a \leq 80$	8

Tabela 3.3: Valores de cut-off para as medidas da rugosidade média. Fonte: (Associação Brasileira de Normas Técnicas, 2008)

3.9 Espectroscopia de Emissão Óptica com Plasma Induzido por *Laser* (LIBS)

Espectroscopia de emissão óptica com plasma induzido por *laser*, ou então, *Laser Induced Breakdown Spectroscopy* (LIBS), é uma técnica usada para medir elementos em matérias sólidas. A descoberta do *laser* veio a partir da ideia de um *maser*, que é a amplificação de micro-ondas estimulada por emissão de radiação que foi criada em 1954 (RADZIEMSKI, 2002). Porém, em 1958 houve uma pesquisa sobre utilizar o *maser* em

frequências ópticas, realizada por Shawlow e Townes ([RADZIEMSKI, 2002](#)). Gordon Gould realizou pesquisas sobre os fundamentos do *laser* e em 1970 recebeu duas patentes envolvendo sua pesquisa. Outros pesquisadores a serem destacados na invenção do *laser* foram os russos Basov e Prokhorov, sendo que eles e Townes receberam o prêmio Nobel de Física no ano de 1964 pelos trabalhos envolvendo os *lasers* e *masers* ([RADZIEMSKI, 2002](#)).

Enquanto a pesquisa sobre o *laser* avançava, em conjunto havia a pesquisa sobre a utilização do mesmo para a excitação cruzada. Em 1962 houve a publicação de Brech e Cross sobre o assunto, já em 1963, Debrás-Guédon e Liodec publicaram sobre a análise espectroscópica de superfícies ([RADZIEMSKI, 2002](#)). Runge, Minck e Bryan, em 1964, comentaram sobre o uso do *laser* de rubi para a excitação por centelha elétrica em metais ([RADZIEMSKI, 2002](#)).

O LIBS se baseia na espectroscopia da emissão óptica, onde com a ajuda de *lasers* e lentes focalizadoras, pulsos de altas energias são emitidos nas amostras, o tempo dessa emissão pode variar entre nano, pico ou femto segundos, fazendo com que a amostra passe pelos processos de aquecimento, derretimento se forem sólidas e o resfriamento em um intervalo de tempo muito curto ([COSTA et al., 2019](#)).

Quando o fóton é emitido devido a uma transição atômica, o seu comprimento de onda é único, no entanto, há a possibilidade de incertezas, e isso faz com que seja possível identificar o elemento químico, assim como o elétron, que está envolvido na transição e os níveis de energia transitados por este elétron ([FARIAS; BORGES; CAVALCANTI, 2016](#)).

Na figura 3.22, há uma esquematização padrão de uma análise por LIBS.

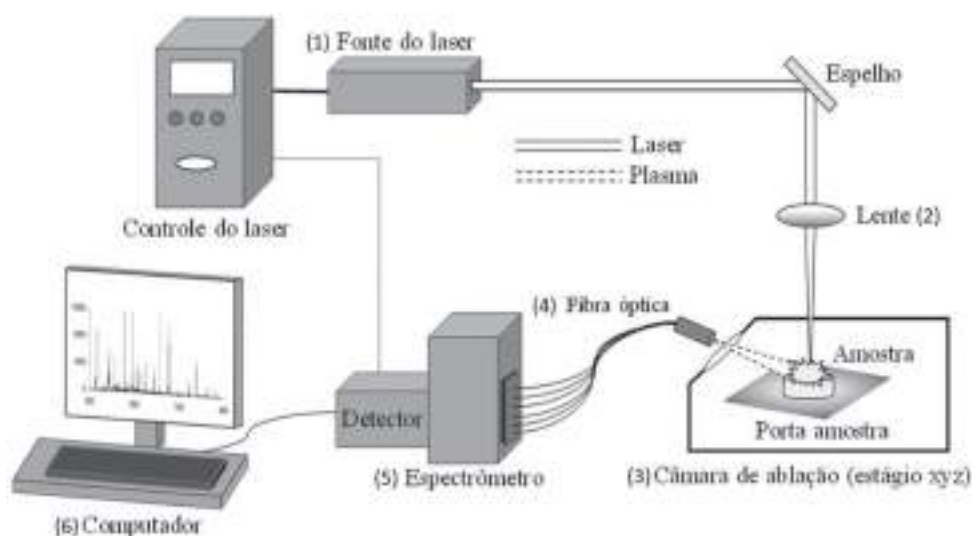


Figura 3.22: Esquematização de uma análise por LIBS. Fonte: ([COSTA et al., 2019](#))

Os componentes dessa análise são: (1) a fonte de energia, (2) a lente que irá focalizar o *laser* na amostra a ser analisada, (3) o suporte da amostra, podendo ser uma câmara de ablação, como é mostrado na figura 3.22, (4) a fibra óptica que irá coletar a radiação causada pelo plasma, (5) o espectrômetro que irá detectar os sinais obtidos pela fibra óptica e (6) o computador que irá ter um controle preciso dos eventos temporais, tais como o disparo do pulso de *laser* e registrar o espectro ([COSTA et al., 2019](#)).

Esta técnica pode ser utilizada para a área de materiais, mas também é utilizada em aplicações geológicas, arqueológicas, industriais e forenses, como também para a área de astrofísica ([FARIAS; BORGES; CAVALCANTI, 2016](#)), onde o estudo é para identificar

as composições presentes nos diferentes tipos de amostras, assim como poder determinar a temperatura da superfícies de astros (FARIAS; BORGES; CAVALCANTI, 2016).

Como essa técnica se baseia na detecção da luz emitida pelo plasma, a análise consiste na interpretação do espectro de emissão gerado. Nesse espectro, buscam-se identificar as linhas de emissão características de cada elemento, uma vez que cada um possui um conjunto único de níveis de energia. Dessa forma, as transições entre esses níveis e os correspondentes comprimentos de onda emitidos atuam como uma impressão digital de cada elemento (CREMERS; RADZIEMSKI, 2013).

Para ilustrar, a Tabela 3.4 lista os elementos químicos identificados nas amostras analisadas neste trabalho, suas classificações (átomo neutro ou íon) e os comprimentos de onda (λ) de suas principais transições atômicas observadas. A identificação foi possível pela correlação entre os picos de intensidade no espectro emitido pelo plasma e estes comprimentos de onda de referência (National Institute of Standards and Technology, 2024).

Elemento	Classificação	Transições atômicas - λ (nm)
Alumínio	Al I	308,22; 309,30; 394,40 e 396,15
Cálcio	Ca I	422,67
	Ca II	393,37 e 396,85
Ferro	Fe I	248,32; 248,81; 372,00; 373,52; 373,72; 374,55 e 385,99
	Fe II	238,19; 239,56; 240,50; 258,58; 259,84; 259,95 e 260,71; 273,95; 274,93 e 275,57
Fósforo	P I	213,55; 213,62; 214,91; 215,29; 215,41; 253,40; 253,56; 255,32 e 255,50
Nióbio	Nb I	405,89; 407,97; 410,09; 412,38; 415,26; 416,37; 416,47 e 416,81
	Nb II	292,78; 294,15; 295,09; 309,42; 312,75; 313,08; 316,34 e 319,50
Magnésio	Mg I	285,17 e 275,21
	Mg II	279,08; 279,55; 279,80 e 280,27
Sódio	Na I	588,99 e 589,59
Óxigênio	O I	777,19; 777,42 e 777,54 (não resolvido pelo critério de Rayleigh)
Potássio	K I	766,49 e 769,90
Silício	Si I	250,69; 251,44; 251,61; 251,93; 252,41; 252,85 e 288,17

Tabela 3.4: Transições atômicas de todos os elementos químicos encontrados nas amostras. Fonte: A autora

3.10 Calorimetria Exploratória Diferencial

Para uma análise térmica é muito recorrente a utilização da técnica conhecida como Calorimetria Exploratória Diferencial, ou então pela sigla DSC, do inglês *Differential Scanning Calorimetry*. Nessa técnica, a amostra será analisada, havendo um monitoramento do fluxo de calor da amostra e da referência, obtendo-se assim uma função do tempo em relação à temperatura. (ZHENG et al., 2019).

A Calorimetria Exploratória Diferencial pode ser realizada de duas formas distintas, sendo por fluxo de calor e compensação de potência. O DSC, por meio da compensação de potência, utiliza dois fornos, onde um tem a referência e o outro a amostra, e a potência do aquecimento é controlada para que ambos os fornos tenham a mesma temperatura (ZHENG et al., 2019). O sinal de saída do calorímetro será proporcional à quantidade de calor que é transferida para a amostra ou então removida dela para manter essa igualdade de temperatura. Para este trabalho, a calorimetria exploratória diferencial foi realizada por meio de fluxo de calor, cuja esquematização está disponível na figura 3.23

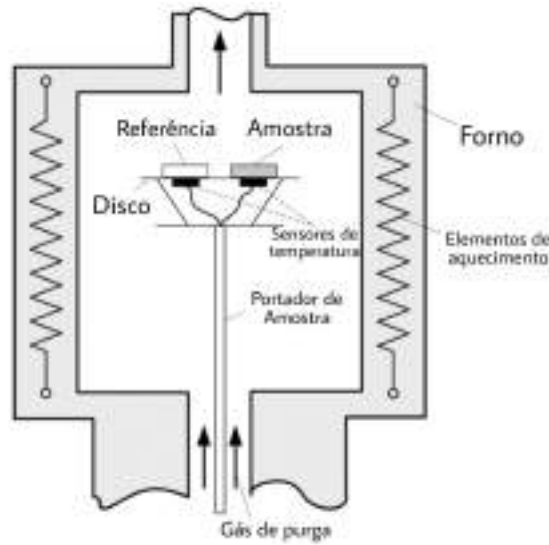


Figura 3.23: Esquematização da Calorimetria Exploratória Diferencial baseada na compensação de potência e fluxo de calor. Fonte: (ZHENG et al., 2019)- (MIRANDA, 2023)

Para essa medida é comum utilizar dois cadinhos de platina, já que este material é conhecido pela sua resistência a altas temperaturas e baixa reação com as amostras. Um dos cadinhos conterá a amostra e o outro estará vazio, sendo este último a referência da medida. Tais cadinhos estão sobrepostos em um disco metálico no interior do forno do equipamento. Ao aumentar a temperatura do forno, os sensores térmicos calcularão a diferença de calor do cadinho entre a amostra e o cadinho de referência (ZHENG et al., 2019). Caso ocorra alguma mudança de fase da amostra, haverá um sinal diferencial que é proporcional à diferença de calor entre os cadinhos, essa sinalização é obtida a partir da equação de Fourier (eq. 3.46) abaixo:

$$\Phi = \Phi_S - \Phi_R = \frac{T_S - T_R}{R_{th}} = \frac{\Delta T}{R_{th}}, \quad (3.46)$$

sendo que Φ é o sinal obtido pela análise de DSC, Φ_S e Φ_R são os fluxos de calor da amostra e referência, respectivamente, T_S e T_R são as temperaturas da amostra e da referência, respectivamente, enquanto R_{th} é a resistência dos sensores térmicos.

Da equação 3.46 pode-se obter a equação 3.47 abaixo, e a partir de sua derivada, considerando a Lei de resfriamento de Newton, obtém-se a equação 3.47 que é uma relação entre a taxa de resfriamento de um corpo e a diferença de calor entre o corpo e o ambiente,

$$-\frac{dT}{dt} = K(T - T_v), \quad (3.47)$$

sendo que K é a condutividade térmica, T é a temperatura em relação ao tempo e T_v é a temperatura do disco metálico (MENCZEL et al., 2008).

Para este trabalho, a técnica de Calorimetria Exploratória Diferencial teve o propósito de identificar a temperatura de transição vítrea (T_g) das amostras, afinal, como foi visto ainda neste capítulo, para comprovar que as amostras estão no estado vítreo, é necessário apresentar uma temperatura de transição vítrea T_g (ZANOTTO; MAURO, 2017). E para executar a análise, realizou-se uma derivação em relação ao tempo no sinal obtido pela medida de calorimetria exploratória diferencial, obtendo, portanto, o fluxo de calor. Com isso, realizou-se uma normalização da curva para que fosse possível observar e traçar uma

linha base no 0 do fluxo de calor, podendo observar com mais clareza os eventos endotérmicos e exotérmicos, onde a temperatura de transição vítrea será marcada pelo primeiro evento endotérmico mais evidente, caso perceba-se um primeiro evento exotérmico mais evidente irá ser tratado como temperatura de cristalização.

Capítulo 4

Material e Métodos

4.1 Material

Para essa pesquisa foram utilizados os reagentes: Hexametáfosfato de Sódio ($Na_6P_6O_{18}$) como o formador, Pentóxido de Nióbio (Nb_2O_5) como o fundente e, por fim, o Hidróxido de Potássio (KOH), além da escória de alto-forno disponibilizada pela empresa Arcelor-Mittal, cuja composição está na tabela 4.1. Os materiais utilizados para a síntese estão apresentados na figura 4.1.



Figura 4.1: Luvas de alta temperatura, tenaz, cadinho de cerâmica, reagentes químicos e béquer. Fonte: A autora

Os componentes foram pesados em uma balança semi-analítica MARTE, modelo AD340 de precisão 0,001g (figura 4.2), e despejados em um béquer onde foram misturados para haver uma boa homogeneização. A mistura foi, então, despejada em um cadinho de cerâmica e levada ao forno micro-ondas, modelo ME36B da Electrolux (figura 4.3). O líquido fundido foi vertido em um molde de aço inox e em uma placa de metal para separar amostras para medidas destrutivas.



Figura 4.2: Balança Semi-Analítica MARTE modelo AD340. Fonte: A autora



Figura 4.3: Forno micro-ondas da marca Electrolux modelo ME36B. Fonte: A autora

Para a caracterização das amostras foram utilizados o Microscópio Confocal Interferométrico Leica DCM 3D (figura 4.4), a Balança Semi-Analítica MARTE modelo AD340 novamente com o Kit hidrostático MARTE (figura 4.5), próprio para o modelo de balança utilizado (figura 4.6) para a análise de densidade, Elipsômetro J.A. Woollam, modelo M-200 (figura meramente ilustrativa 4.7), Ultramicrodurômetro DUH-211S (figura 4.8). Para a análise de DSC foi utilizado o analisador térmico Netzsch STA 409 PC LXXX (figura 4.9). Sistema Gerador/Difratômetro X'Pert Pro da marca Philips, Panalytical (figura 4.10). Para a análise de LIBS foi utilizado um Laser de Nd-YAG pulsado modelo Brilhante B da Quantel, uma câmara de amostra para a análise qualitativa, o LIBSpector que está ligado ao espectrômetro de Aryelle-Butterfly equipado com um ICCD, sigla em inglês para *Intensified Charge-Coupled Device*, que é um intensificador de imagem acoplado a um sensor CCD, *Charge-Couple Device* que amplifica os sinais luminosos extremamente fracos, modelo ISTAR DH334T-18F-03-27 4.11.



Figura 4.4: Microscópio Confocal Interferométrico Leica DCM 3D. Fonte: A autora



Figura 4.5: Kit hidrostático da marca MARTE. Fonte: A autora



Figura 4.6: Balança Semi-Analítica MARTE modelo AD340 com o Kit hidrostático MARTE. Fonte: A autora



Figura 4.7: Elipsômetro J.A. Woollam, modelo M-200. Fonte:([J.A. Woollam Co., Inc., 2025](#))



Figura 4.8: Ultramicrodurômetro DUH-211s. Fonte: A autora



Figura 4.9: Analisador Térmico Netzsch STA 409 PC Luxx. Fonte: A autora

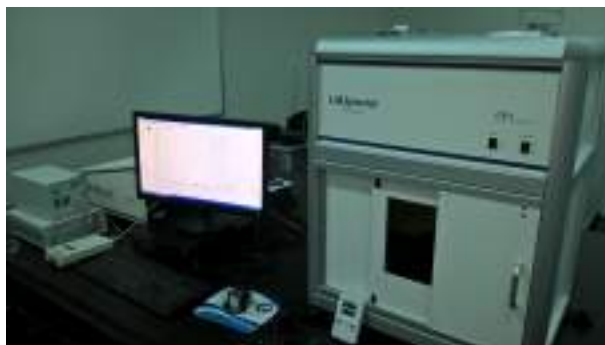


Figura 4.11: Aparato usado na técnica usada para a medição de LIBS.



Figura 4.10: Sistema Gerador/Difratômetro X'Pert Pro da marca Philips, Panalytical.

O forno de micro-ondas e os equipamentos microscópio confocal interferométrico Leica DCM 3D e o ultramicrodurômetro DUH-211s estão presentes no Laboratório Multiusuário de Caracterização de Materiais (LMCM), a balança semi-analítica MARTE modelo AD340 está presente no Laboratório de Analítica e Físico-Química (LAFiQ), ambos os Laboratórios estão localizados no Instituto de Ciências Exatas da Universidade Federal Fluminense no polo campus Atterrado em Volta Redonda. O analisador térmico Netzsch STA 409 PC Luxx está presente na Universidade Federal Fluminense na Escola Industrial Metalúrgica de Volta Redonda (EEIMVR) em Volta Redonda . Já o Sistema Gerador/-Difratômetro X'Pert Pro da marca Philips, Panalytical está presente no Laboratório de Raios-X (RX) presente no Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, por fim, o aparato necessário para a análise LIBS está presente no Laboratório de Plasma e Espectroscopia Atômica presente na Universidade Federal de Roraima.

4.2 Metodologia

Inicialmente prepararam-se as composições para a fundição, como a síntese seria realizada com um novo método, o micro-ondas, era necessário realizar testes para entender o funcionamento de tal método. Analisou-se a quantidade necessária de cada componente para que fosse possível uma fundição utilizando o micro-ondas.

Como o forno de micro-ondas usado tem uma potência elevada, fazendo com que gere calor mais rápido, foi necessário planejar maneiras de distribuir o calor gerado nos compostos homogenizados. Portanto, utilizou-se como base a ideia proposta pela doutora Luciana Ghussn em sua Tese ([GHUSSN, 2005](#)), que utilizou uma estrutura com cadinhos de cerâmica, fibra de vidro, além de béqueres com água, composto que absorve bem micro-ondas na faixa de comprimento de onda do forno usado.

Tendo isso em vista, foi realizado o primeiro teste com o objetivo de compreender o funcionamento e a organização do processo de síntese. Esse teste inicial contou com o acompanhamento da doutora Luciana Ghussn.

Neste primeiro teste, utilizou-se o tempo de uma hora para a síntese sem sucesso. Depois da retirada do béquer, notou-se que houve fusão, mas a tampa do cadinho quebrou (figura 4.12), fazendo com que parássemos com o primeiro teste.



Figura 4.12: Resultado do primeiro teste realizado, onde se pode perceber que os compostos estavam começando a fundir e no fundo, dentro do micro-ondas, percebe-se também a tampa quebrada do cadinho. Fonte: A Autora.

Como houve o problema com a tampa, conversando com a doutora Luciana, mudou-se a estrutura usando dois cadinhos, a manta e uma nova tampa foram encomendadas para a montagem. Nas figuras 4.13-4.14 abaixo, é possível observar a montagem com a nova tampa e o segundo teste foi realizado desta forma.



Figura 4.13: Visão lateral do esquema dos cadinhos com a nova tampa. Fonte: A Autora



Figura 4.14: Visão elevada do esquema dos cadinhos com a nova tampa; Fonte: A Autora

O segundo teste foi realizado sem a presença da doutora Luciana Ghussn, modificando-se a quantidade de béquers com água. Também houve fusão do conteúdo em 30 minutos. Faltando apenas 30 minutos para terminar o processo, o cadinho quebrou, porém, percebeu-se que o conteúdo havia fundido, ou seja, trinta minutos dentro do micro-ondas era o suficiente para realizar a síntese.



Figura 4.15: Resultado do segundo teste, onde percebe-se que o cadinho de cerâmica quebrou. Fonte: A autora

Tendo este resultado, realizou-se novamente uma síntese, agora com apenas trinta minutos, com sucesso.

Neste terceiro teste obteve-se sucesso em relação à síntese, como é visto na figura 4.16 abaixo, demonstrando que foi possível obter uma amostra base com apenas trinta minutos no micro-ondas. Com isso, percebeu-se como seria a configuração para a síntese de vidros no forno micro-ondas, portanto, agora o próximo passo é o acréscimo de escória na composição inicial das amostras.



Figura 4.16: Resultado final da síntese no terceiro teste, mostrando a possibilidade de obtenção das amostras via micro-ondas. Fonte: A Autora

O acréscimo de escória foi feito de forma lenta e controlada, para entender qual seria o máximo de escória que seria sintetizado junto aos outros componentes. Portanto, iniciou-se apenas com uma porcentagem de 2% em peso para este teste.

O teste com o pequeno acréscimo de escória foi bem-sucedido, portanto, decidiu-se aumentar a quantidade de 2% para 8% em peso. Notou-se mais um sucesso com a síntese, portanto, aumentou-se novamente a porcentagem, indo agora para 10%.

Foram dois testes realizados com 10% de escória, o motivo foi que a primeira síntese estava com um aspecto leitoso; no entanto, o problema se repetiu novamente, mas considerou-se um sucesso devido ao fato do aspecto geral estar similar aos outros, portanto, decidiu-se aumentar a quantidade de escória para 15%.

Foram realizados dois testes com 15% de escória. Isso ocorreu devido ao fato de que o primeiro teste deu errado, acreditou-se que poderia ser a falta de aquecimento do molde; portanto, repetiu-se o teste aquecendo-o, no entanto, a síntese não foi bem-sucedida. As amostras com 15% em peso de escória ficaram em um tom bem mais escuro e com manchas brancas.

Nas tabelas 4.1, 4.2 e 4.3 abaixo é possível verificar a composição da escória e a quantidade de reagente nas amostras, respectivamente. Para a análise em mols, foi utilizado a equação 4.1 abaixo:

$$n_i = \frac{m_i}{M_i}, \quad (4.1)$$

onde n_i é o número de moles do componente i , m_i é a massa do componente i em gramas e M_i é a massa molar do componente i (g/mol). Para normalizar depois, utiliza-se a equação 4.2,

$$x_i = \frac{n_i}{n_{total}}, \quad (4.2)$$

onde x_i é a fração molar de cada componente i , n_i é a quantidade de moles de cada componente i , e n_{total} é a soma da quantidade de moles.

Componente	Fração molar
CaO	0,448
MgO	0,097
SiO ₂	0,362
Al ₂ O ₃	0,061
TiO	0,005
FeO	0,004
Mn	0,003
S	0,020

Tabela 4.1: Fração molar normalizada dos componentes da escória de alto-forno.

Ou em porcentagem molar:

Componente	Porcentagem molar (%)
CaO	44,8 %
MgO	9,7 %
SiO ₂	36,2 %
Al ₂ O ₃	6,1 %
TiO	0,5 %
FeO	0,4 %
Mn	0,3 %
S	2,0 %

Tabela 4.2: Porcentagem molar dos componentes da escória de alto-forno.

Amostra	NaPO ₃	KOH	Nb ₂ O ₅	CaO	MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO	FeO	Mn	S
2	57,68	34,94	7,38	—	—	—	—	—	—	—	—
3	57,68	34,94	7,38	—	—	—	—	—	—	—	—
4	56,14	34,00	6,46	1,52	0,46	1,15	0,11	0,01	0,01	0,01	0,12
5	51,95	31,47	3,99	5,64	1,70	4,26	0,42	0,06	0,04	0,04	0,44
6	50,69	30,71	3,24	6,88	2,07	5,19	0,52	0,07	0,05	0,05	0,54
7	50,69	30,71	3,24	6,88	2,07	5,19	0,52	0,07	0,05	0,05	0,54
8	47,80	28,95	1,53	9,73	2,93	7,34	0,73	0,10	0,07	0,07	0,76
9	47,80	28,95	1,53	9,73	2,93	7,34	0,73	0,10	0,07	0,07	0,76

Tabela 4.3: Porcentagem molar dos componentes das amostras de 2 a 9.

Após a obtenção das amostras, foi necessário prepará-las para as análises de caracterização; para isso, lixaram-se e poliram-se as amostras. Inicialmente, as amostras apresentavam uma rebarba mais avantajada que o resto do "corpo"; portanto, utilizaram-se lixas de granulometrias mais baixas (a partir de 100) para facilitar a retirada desta rebarba, as granulometrias das lixas foram aumentando gradativamente até chegar a 2000. Esse processo fora realizado para as duas superfícies das amostras. Tanto o lixamento quanto o polimento foram realizados manualmente, seguindo a metodologia adequada para o polimento, com o objetivo de evitar a formação de ranhuras, como as deixadas pelas linhas de lixamento. Para isso, a amostra era movimentada sobre a lixa em forma de 'oito', garantindo uma superfície mais uniforme. Após o processo de lixar, era necessário polir as amostras, então utilizaram-se as pastas de diamante de 3μ , 1μ e $1/4\mu$ respectivamente, onde para cada superfície realizava-se o movimento de 'oito' por cinco minutos para cada pasta.

Todo o processo de preparação de amostras foi repetido diversas vezes, pois as lixas com granulometria alta estavam arranhando as amostras. Então, ao trocar as lixas, o resultado obtido foi satisfatório. Na figura 4.17 é possível verificar todo o procedimento desde a pesagem dos reagentes até a preparação das amostras.

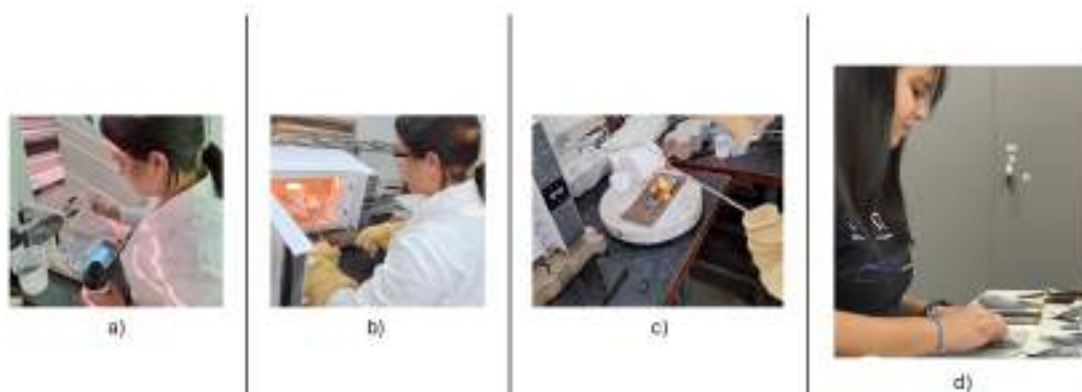


Figura 4.17: Etapas para a síntese e preparação das amostras: a) Pesagem; b) Fundição; c) Verter; d) Lixar e Polir. Fonte: A autora

Como o procedimento de lixar e polir foi realizado diversas vezes, a tensão na superfície das amostras estava alta, portanto, uma das amostras (amostra 3) não aguentou a tensão e acabou quebrando no meio, dificultando a medida de elipsometria; no entanto, foi possível prosseguir com outras medidas. Já amostra 2, como já estava em cacos, realizaram-se apenas as medidas que necessitavam de que as amostras estivessem em pó.

Considerando a caracterização das amostras, foram realizadas as análises de densidade, topografia e rugosidade por meio do microscópio confocal, obtenção do índice de refração e coeficiente de extinção por meio da elipsometria, microdureza Vickers por meio do ultramicrodurômetro, difração de raios-x, análise da temperatura de transição vítrea por meio da calorimetria exploratória diferencial e da composição química presente após a fundição por meio do LIBS.

As medidas de densidade, topografia e rugosidade e microdureza Vickers foram realizadas pela autora, como é possível ver na figura 4.18 abaixo; já a medida de elipsometria foi realizada pela Amanda Rodrigues, funcionária de uma empresa reconhecida na região. A medida de difração de raios-X foi realizada pela doutoranda Munique Eva Paiva de Araujo Monteiro de Barros no CBPF, a medida da temperatura de transição vítrea foi realizada pelo técnico de laboratório Bonifácio Fialho na EEIMVR-UFF e a medida e análise do LIBS foram realizadas pelo Doutor Eliel Eleuterio Farias na UFRR.



Figura 4.18: Medidas realizadas pela autora: a) microdureza Vickers; b) Topografia e rugosidade pelo microscópio confocal; c) Densidade. Fonte: A autora

Capítulo 5

Resultados e Discussão

5.1 Amostras

As amostras obtidas estão dispostas na figura 5.1.



Figura 5.1: Amostras obtidas. Fonte: A autora

A amostra A.2 foi o resultado do segundo teste realizado para a composição base, no entanto, não saiu inteira e acabou quebrando. Já a amostra A.3 permaneceu inteira, mas durante o processo de preparação, como já foi mencionado, a amostra acabou quebrando, figura 5.2. A amostra A.4 já começa a conter uma pequena quantidade de escória na composição, notando a presença de uma coloração amarela que foi aumentando conforme aumenta-se a quantidade de escória. As amostras A.6 e A.7 têm a mesma quantidade de escória, repetiu-se a síntese devido à aparência da A.6 com aspecto leitoso, no entanto, a A.7 continuou com o mesmo aspecto. Já as amostras A.8 e A.9, ao verter, pareciam estar com a cor âmbar e foram escurecendo até chegar a esse aspecto de queimado; apenas as análises de difração de raios-X e calorimetria exploratória diferencial foram realizadas para essas amostras.

Após sintetizar e realizar o lixamento e polimento das amostras, o próximo passo é a caracterização.



Figura 5.2: Amostra 3 após ter quebrado. Fonte: A autora

5.2 Densidade

Para determinar as densidades das amostras, utilizaram-se a balança MARTE e o kit hidrostático para aplicar uma função direta da balança que determina a densidade por meio do princípio de Arquimedes.

Com o valor da densidade, é possível determinar a pureza de um material, visto que a densidade de um metal puro ou de suas ligas é diferente da densidade de um metal misto, pois a densidade é uma função da sua composição (CÉSAR; PAOLI; ANDRADE, 2004). Na tabela 5.1 abaixo é possível observar as densidades das amostras obtidas.

Amostra	Densidade $\pm 0,001$ (g/cm^3)
3	2,758
4	2,751
5	2,698
6	2,708
7	2,699
8	2,704
9	2,625

Tabela 5.1: Densidade das amostras. Fonte: A autora

Não foi realizada a medida de densidade da amostra 2 devido ao fato de que tal amostra se quebrou em pequenas partes e isso dificultava o processo de obtenção da densidade. Nota-se que a densidade varia entre aproximadamente $2,62 g/cm^3$ e $2,76 g/cm^3$. Ao comparar-se com as densidades de um vidro de Sílica Fundida que é $2.211 g/cm^3$ (OMNI CALCULATOR, 2025) e com o vidro de SodaCal com densidade de $2.486 g/cm^3$ (OMNI CALCULATOR, 2025), nota-se que os valores de densidade das amostras estão mais altos; este valor é próximo do valor de densidade de um vidro aluminossilicato que é $2.640 g/cm^3$ (OMNI CALCULATOR, 2025), um vidro comumente utilizado na produção do *Corning Gorilla Glass*[®] (XIANG et al., 2013). Para vidros nióbio-fosfatos, pode variar o valor conforme o aumento do Nb_2O_5 , sendo que, quando maior a quantidade de pentóxido de

nióbio, maior será a densidade, podendo variar de $2,99\text{ g/cm}^3$ até $3,91\text{ g/cm}^3$ (SILVA et al., 2024), como se adicionou pouca quantidade de nióbio, os valores não chegam a ser próximos.

5.3 Topografia e Rugosidade

As medidas de topografia e rugosidade foram realizadas no microscópio confocal. Antes de cada medida, a amostra foi limpa com álcool isopropílico e um tecido que não solta nenhum fiapo. As duas medidas foram realizadas nas duas faces das amostras para verificar se a rugosidade da amostra em geral estava baixa, por isso separou-se uma superfície como A e outra superfície como B, sendo ambas da mesma amostra e diferenciadas através de uma pequena marca realizada na superfície A. Para a amostra 3 foram obtidas as imagens de topografia e microscopia como é possível visualizar na figura 5.3-5.6 abaixo:

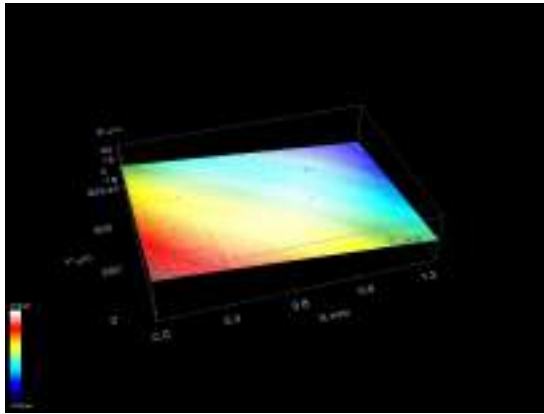


Figura 5.3: Imagem topográfica da amostra 3, lado A. Fonte: A autora



Figura 5.4: Imagem microscópica da amostra 3, lado A. Fonte: A autora

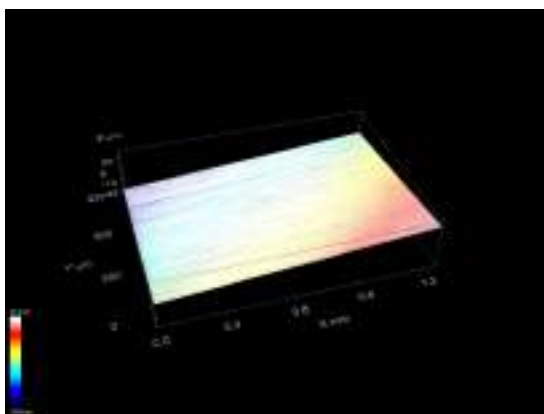


Figura 5.5: Imagem topográfica da amostra 3, lado B. Fonte: A autora



Figura 5.6: Imagem microscópica da amostra 3, lado B. Fonte: A autora

Para a amostra 3 consegue-se perceber que a amostra está lisa, porém com alguns defeitos, principalmente no lado B, percebem-se as linhas de lixamento, mesmo refazendo o processo algumas vezes. Como o processo é totalmente manual, não há como garantir um resultado controlado.

Para a amostra 4, as imagens topográficas e microscópicas estão disponíveis nas figuras 5.7-5.10 abaixo:

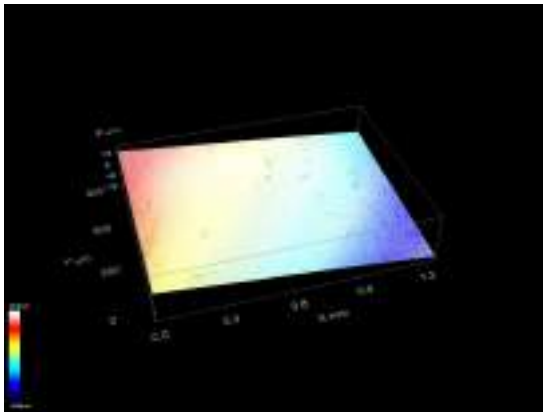


Figura 5.7: Imagem topográfica da amostra 4, lado A. Fonte: A autora



Figura 5.8: Imagem microscópica da amostra 4, lado A. Fonte: A autora

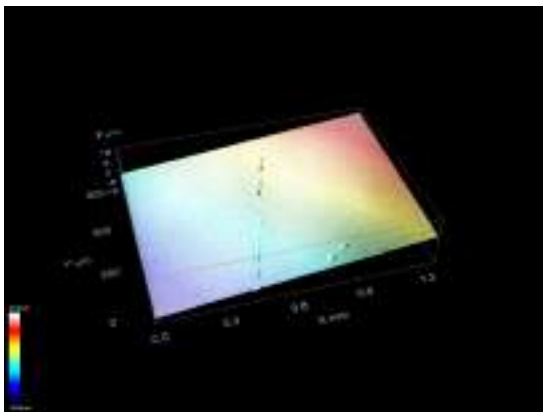


Figura 5.9: Imagem topográfica da amostra 4, lado B. Fonte: A autora



Figura 5.10: Imagem microscópica da amostra 4, lado B. Fonte: A autora

Para a amostra 4, já é notável menos defeito em sua superfície, mas novamente para o lado B há um defeito mais perceptível, um arranhão na sua superfície. Ao comparar as imagens das amostras 3 com as amostras 4, percebe-se que, para cada processo manual, o resultado será diferente.

Para a amostra 5, as imagens topográficas e microscópicas estão disponíveis nas figuras 5.11 - 5.14 abaixo:

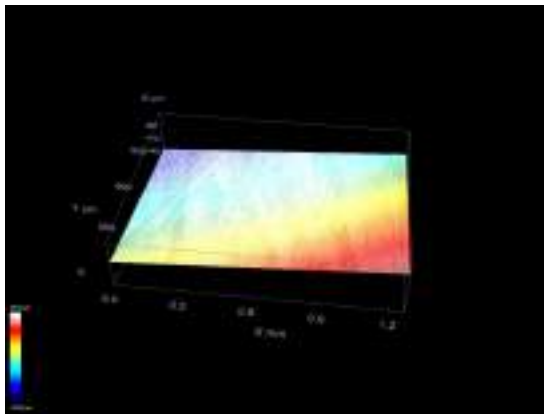


Figura 5.11: Imagem topográfica da amostra 5, lado A. Fonte: A autora



Figura 5.12: Imagem microscópica da amostra 5, lado A. Fonte: A autora

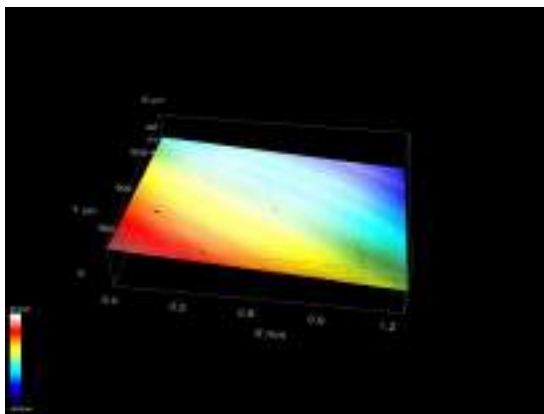


Figura 5.13: Imagem topográfica da amostra 5, lado B. Fonte: A autora



Figura 5.14: Imagem microscópica da amostra 5, lado B. Fonte: A autora

Novamente uma amostra com a superfície lisa, no entanto, percebe-se que agora, para a amostra 5, o lado com defeitos mais perceptíveis está no lado A, tendo em sua superfície as marcações do processo de lixamento, porém, dessa vez, sem um tipo de padrão.

Para a amostra 6, as imagens topográficas e microscópicas estão disponíveis nas figuras 5.15 - 5.18 abaixo:

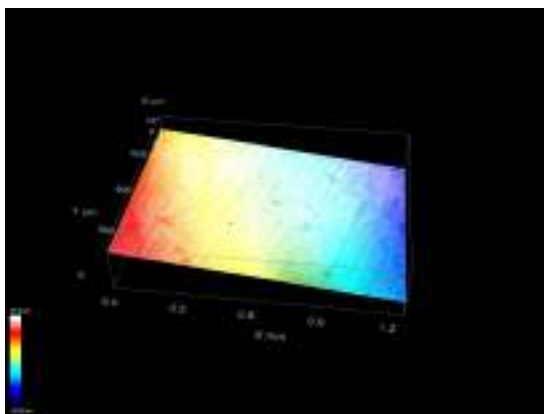


Figura 5.15: Imagem topográfica da amostra 6, lado A. Fonte: A autora



Figura 5.16: Imagem microscópica da amostra 6, lado A. Fonte: A autora

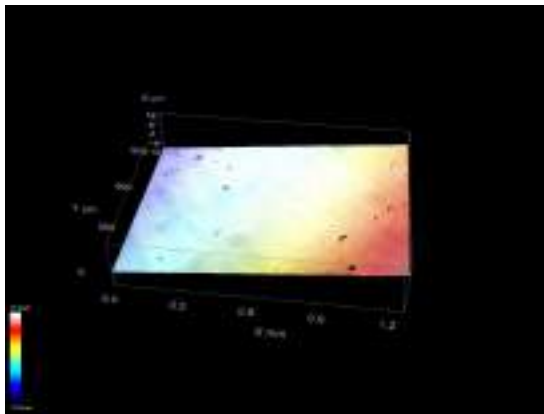


Figura 5.17: Imagem topográfica da amostra 6, lado B. Fonte: A autora



Figura 5.18: Imagem microscópica da amostra 6, lado B. Fonte: A autora

Para essa amostra, percebe-se um tipo de mancha na sua superfície tanto para o lado A quanto para o lado B, acredita-se que esse efeito esteja ligado ao aspecto "leitoso" na superfície da amostra; no entanto, este efeito não afetou a medida de rugosidade que será discutida posteriormente.

Para a amostra 7, as imagens topográficas e microscópicas estão disponíveis nas figuras 5.19 - 5.22 abaixo:

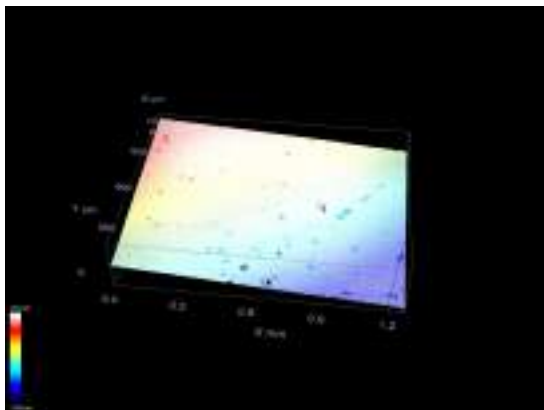


Figura 5.19: Imagem topográfica da amostra 7, lado A. Fonte: A autora



Figura 5.20: Imagem microscópica da amostra 7, lado A. Fonte: A autora

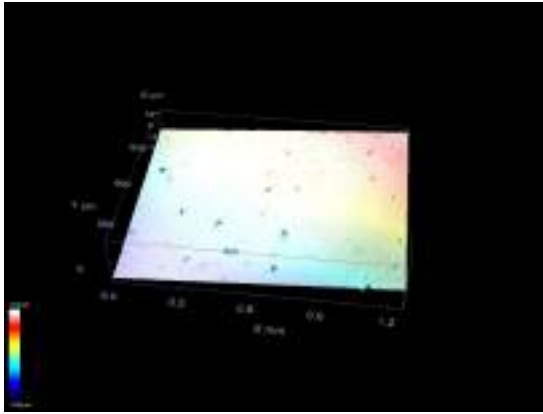


Figura 5.21: Imagem topográfica da amostra 7, lado B. Fonte: A autora



Figura 5.22: Imagem microscópica da amostra 7, lado B. Fonte: A autora

Para a amostra A.7 já não se percebem tanto as manchas que foram vistas na amostra A.6, indicando que talvez a causa não seja o aspecto da amostra, já que a amostra A.7 tem a mesma composição e aspecto.

Por mais que as amostras apresentassem certos defeitos em sua superfície, o que é esperado, pois novamente, o processo de lixar e polir foi feito manualmente, não havendo controle de força e/ou posição, fazendo com que algumas amostras fiquem mais inclinadas que outras. Mesmo com tais defeitos, a rugosidade das amostras foi baixa o suficiente para as medidas de elipsometria, visto que com baixa rugosidade não há tanta dispersão de luz.

Para realizar a medida das rugosidades médias R_a , foi utilizado o *cutoff* de 0,8 mm para cada amostra, de acordo com a norma DIN4768 (DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG, 1990), que prevê o uso de 5 comprimentos iguais ao *cutoff* para a medida. Para fins de eventuais comparações com um rugosímetro manual. As rugosidades das amostras, para ambos os lados e com seus respectivos erros, estão disponíveis na tabela 5.2 abaixo:

Amostra	Rugosidade média R_a (Lado A)	Rugosidade média R_a (Lado B)
3	$0,19 \pm 0,01$	$0,23 \pm 0,02$
4	$0,143 \pm 0,002$	$0,159 \pm 0,003$
5	$0,215 \pm 0,005$	$0,205 \pm 0,003$
6	$0,164 \pm 0,003$	$0,152 \pm 0,005$
7	$0,134 \pm 0,007$	$0,137 \pm 0,009$

Tabela 5.2: Rugosidade média, R_a , e desvio padrão dos dois lados de cada amostra. Fonte: A autora

Observa-se que a amostra 3, apesar de apresentar baixa rugosidade média no lado A, possui um desvio padrão ligeiramente mais elevado em comparação com as demais. Além disso, a rugosidade aumenta no lado B dessa amostra. Já a amostra 5 apresenta uma rugosidade média um pouco maior em relação às outras, embora esse valor ainda seja considerado baixo. De modo geral, todas as amostras analisadas exibiram rugosidade reduzida, com variações igualmente pequenas.

5.4 Índice de Refração e Coeficiente de Extinção

O índice de refração (n) e o coeficiente de extinção (k) estão relacionados com as propriedades ópticas capturadas através das medidas dos parâmetros elipsométricos $\cos \Delta$ e $\tan \Psi$. A partir desses valores, o próprio software da Woollam realizou as transformações desses valores para o índice de refração e coeficiente de extinção utilizando o modelo *bulk* Fugiwara, ou seja, considerando que nas amostras não havia nenhuma camada, já que os valores de rugosidade eram baixos em comparação com a espessura da amostra.

Nas figuras 5.23 - 5.24 é possível observar os gráficos obtidos através da modelagem *bulk* dos valores do índice de refração e coeficiente de extinção da amostra A.3.

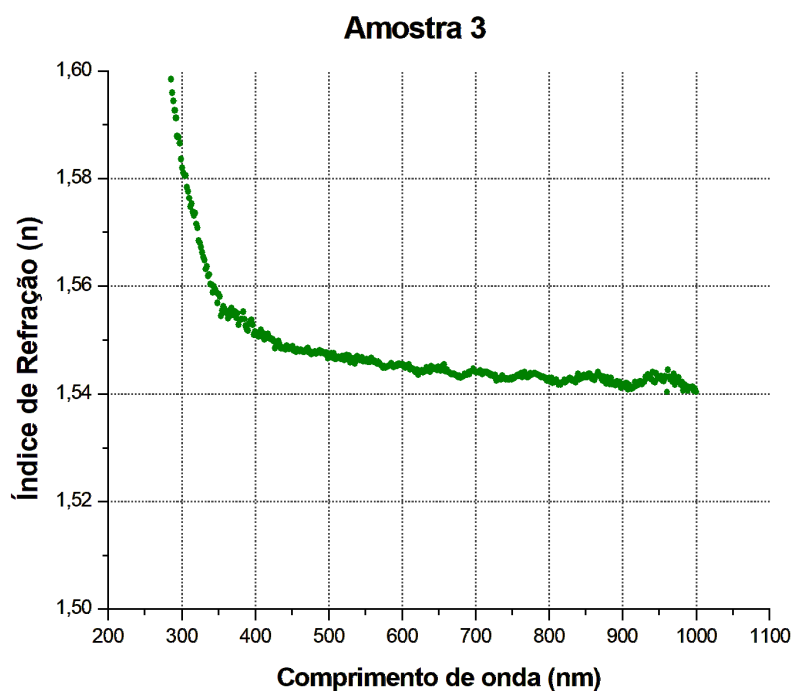


Figura 5.23: Índice de Refração da amostra A.3. Fonte: A autora

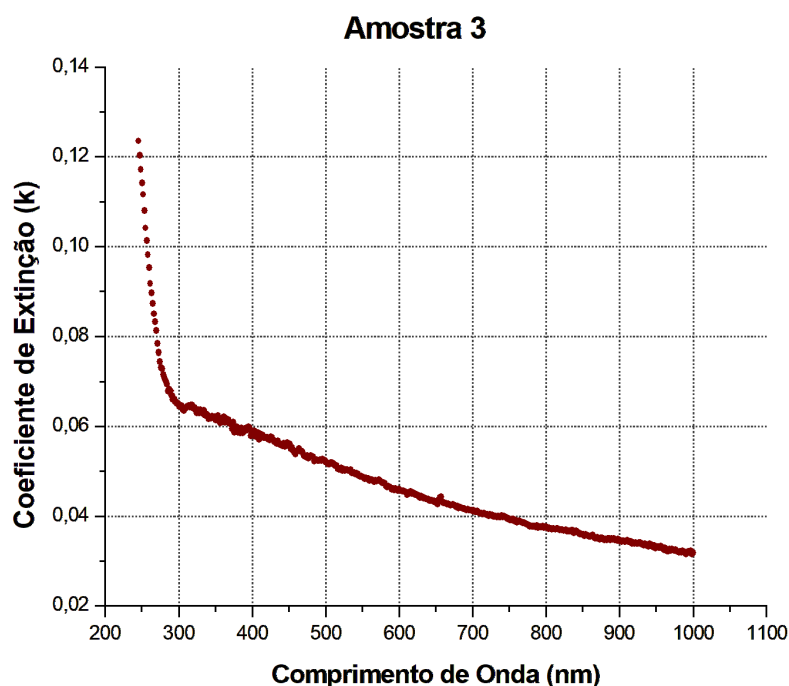


Figura 5.24: Coeficiente de Extinção da amostra A.3. Fonte: A autora

Para o índice de refração desta amostra, percebe-se que o valor no comprimento de onda entre 200 e 300 nm está mais alto, próximo de 1,63, no entanto, neste intervalo de comprimento de onda o valor reduz de forma exponencial tendendo a um valor próximo a 1,54. Já para o coeficiente de extinção, percebe-se que os valores estão baixos no geral, sendo que a partir dos 300 nm do comprimento de onda, este valor tende a reduzir linearmente, ficando próximo de 0,03. Para vidros, espera-se que o coeficiente de extinção fique próximo de 0, como ocorre para esta amostra.

Nas figuras 5.25 - 5.26 é possível observar os gráficos obtidos através da modelagem *bulk* dos valores do índice de refração e coeficiente de extinção da amostra A.4.

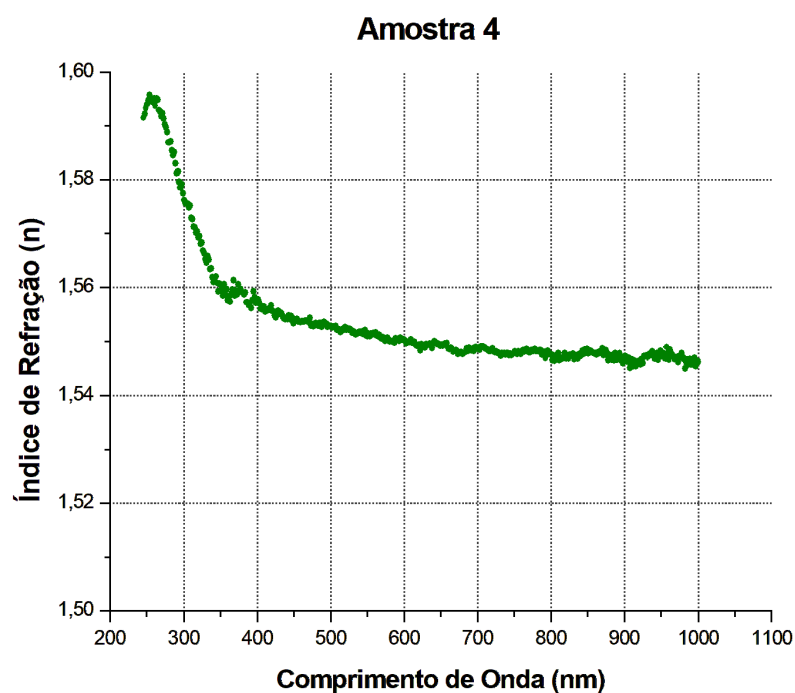


Figura 5.25: Índice de Refração da amostra A.4. Fonte: A autora

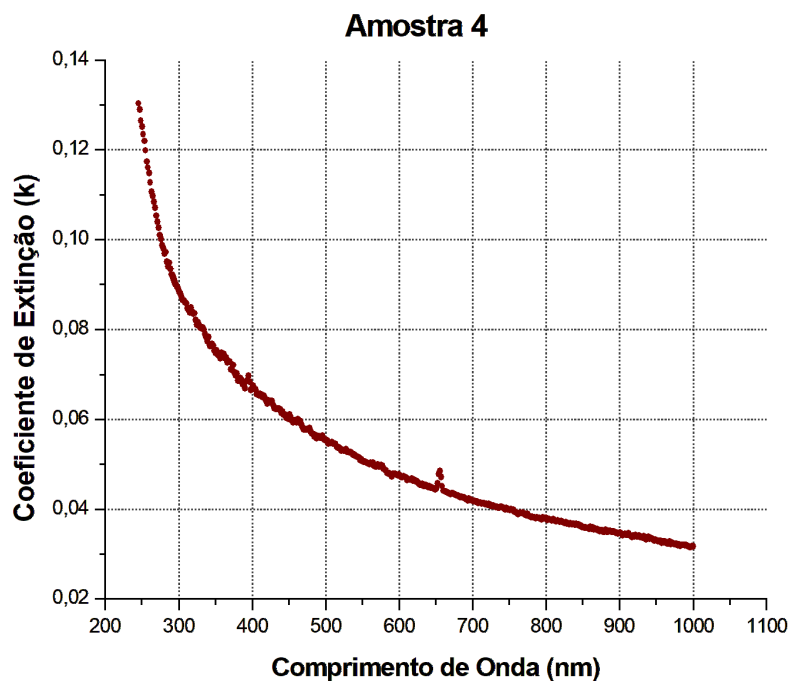


Figura 5.26: Coeficiente de Extinção da amostra A.4. Fonte: A autora

Para a amostra A.4, percebe-se uma certa flutuação, ao comparar com a amostra A.3; no entanto, o comportamento é similar. O maior valor está entre 1,59 e 1,60 na faixa de 200 a 300 do comprimento de onda e vai reduzindo de forma exponencial, em que os

valores parecem tender a algo entre 1,54 e 1,55. Já para o coeficiente de extinção, os valores continuam baixos, reduzindo até a faixa de 0,02 e 0,04.

Nas figuras 5.27 - 5.28 é possível observar os gráficos obtidos através da modelagem *bulk* dos valores do índice de refração e coeficiente de extinção da amostra A.5.

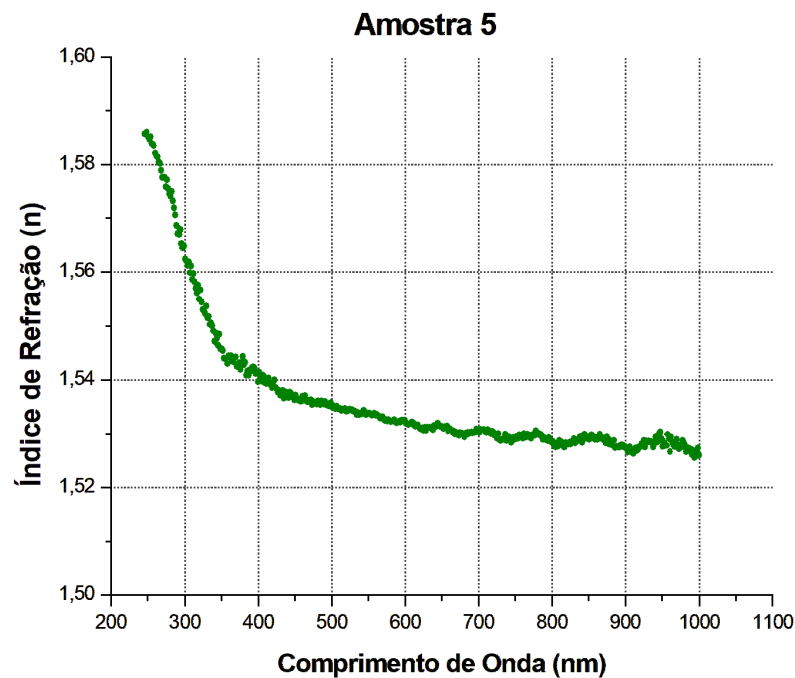


Figura 5.27: Índice de Refração da amostra A.5. Fonte: A autora

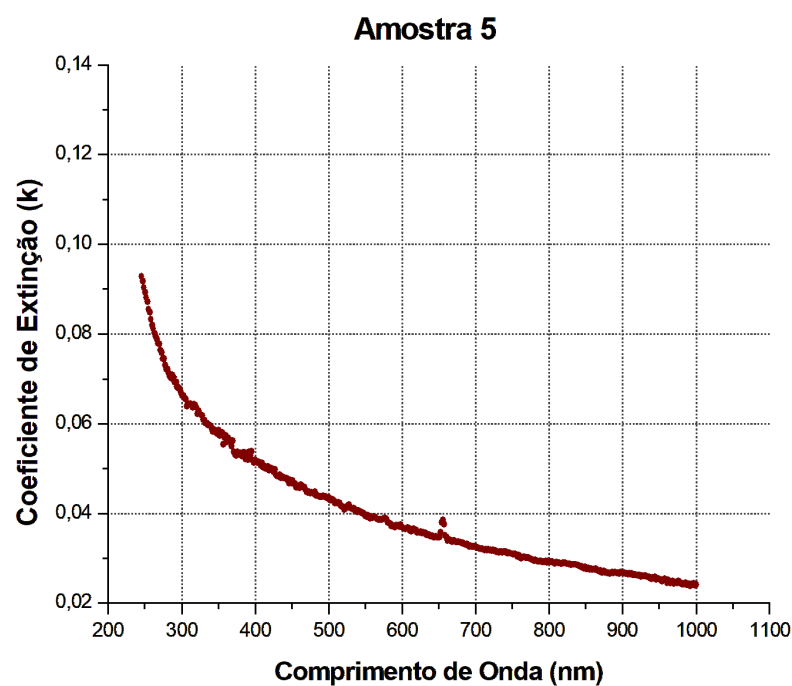


Figura 5.28: Coeficiente de Extinção da amostra amostra A.5. Fonte: A autora

Percebe-se novamente que o comportamento das amostras está similar, começando em um valor entre 1,58 e 1,59 na faixa de comprimento de onda de 200 a 300 nm; esse valor vai reduzindo de forma exponencial, tendendo a estabilizar no valor de 1,54. Para o coeficiente de extinção, os valores estão menores logo no início, próximos de 0,09 e vão reduzindo os valores até a faixa de 0,03 e 0,02.

Nas figuras 5.29 - 5.30 é possível observar os gráficos obtidos através da modelagem *bulk* dos valores do índice de refração e coeficiente de extinção da amostra 6.

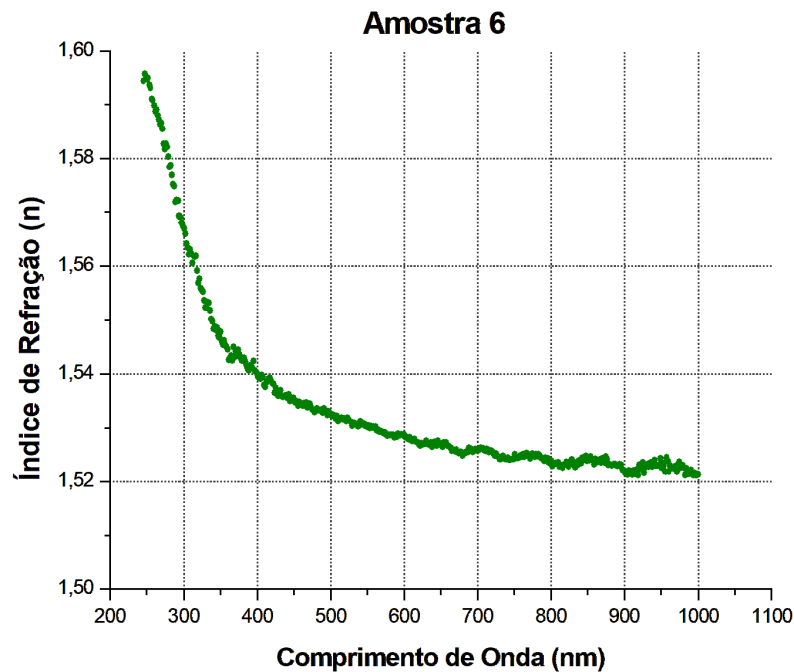


Figura 5.29: Índice de Refração da amostra A.6. Fonte: A autora

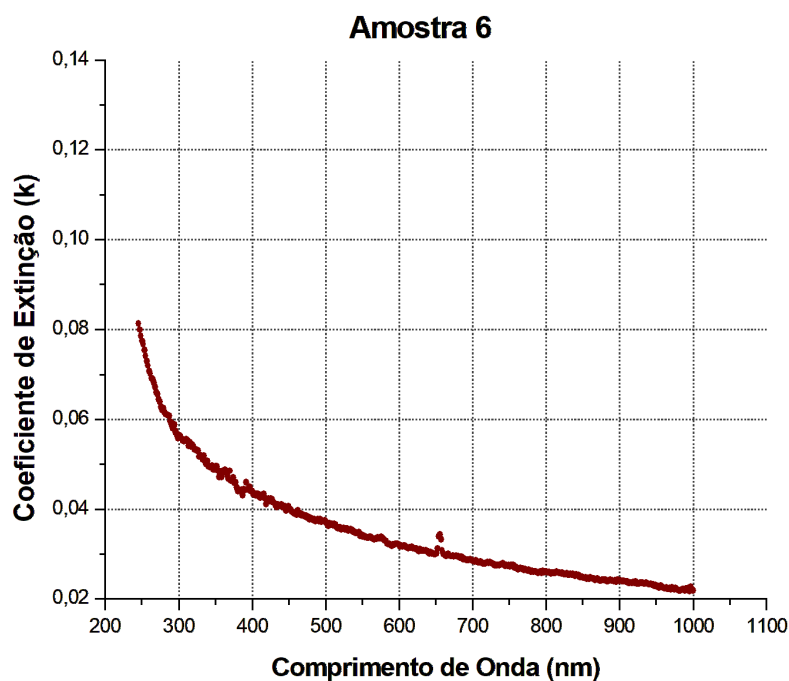


Figura 5.30: Coeficiente de Extinção da amostra A.6. Fonte: A autora

O índice de refração da amostra 6 tem o seu valor entre a faixa de 1,59 e 1,60, reduzindo exponencialmente, no entanto, diferentemente das outras amostras analisadas até então, o seu valor tende a 1,52 em vez de 1,54, ou seja, um pouco menor que as anteriores. Para seu Coeficiente de Extinção, o comportamento fica próximo ao da amostra 5, onde o valor já começa relativamente mais baixo que as outras anteriores e reduz até próximo de 0,02.

Nas figuras 5.31 - 5.32 é possível observar os gráficos obtidos através da modelagem *bulk* dos valores do índice de refração e coeficiente de extinção da amostra A.7.

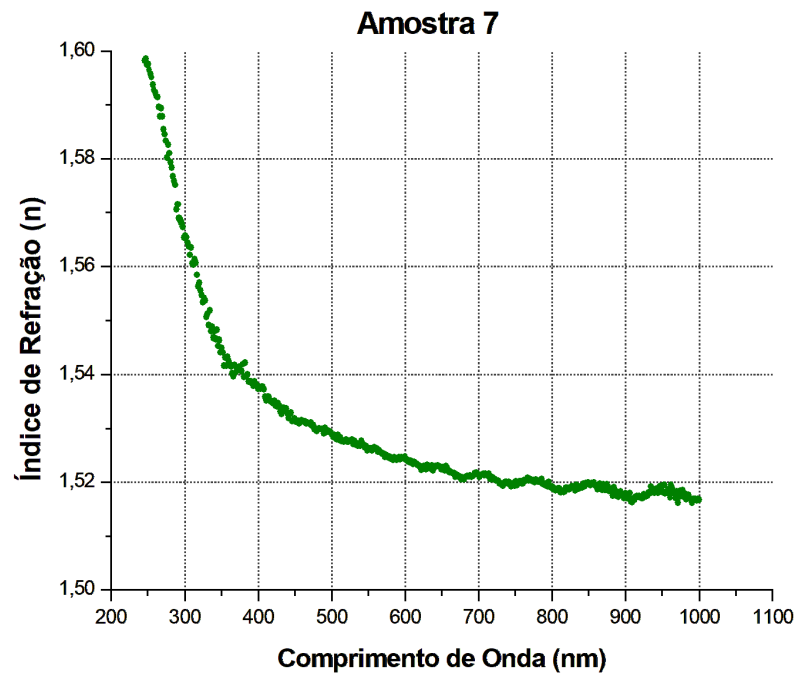


Figura 5.31: Índice de Refração da amostra A.7. Fonte: A autora

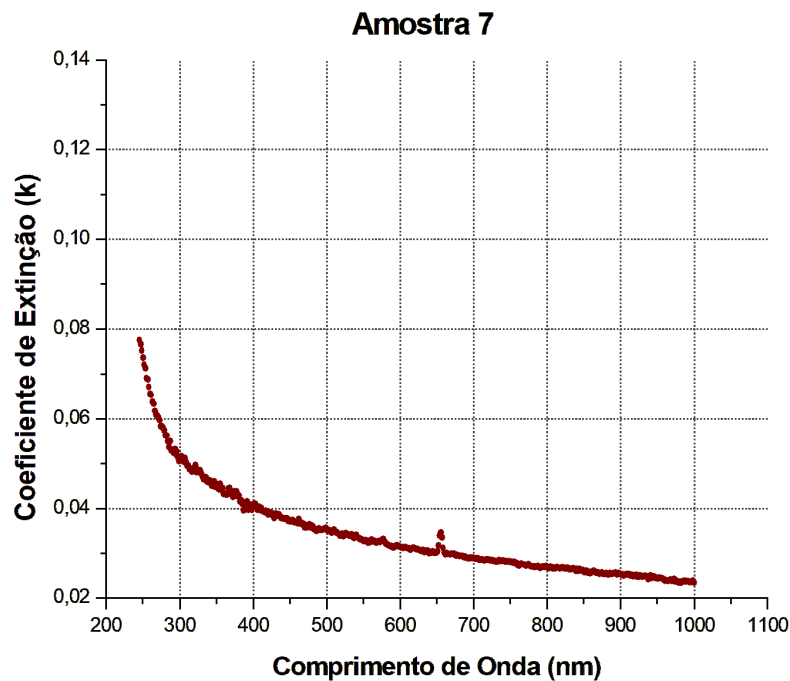


Figura 5.32: Coeficiente de Extinção da amostra A.7. Fonte: A autora

Para a amostra 7, o Índice de Refração está mais próximo de 1,60, novamente reduzindo exponencialmente, até próximo ao valor de 1,52. O Coeficiente de Extinção também permanece tendo o comportamento similar aos outros, tendo o seu valor muito próximo ao 0.

Tendo analisado todas as amostras, percebe-se que o comportamento, tanto para o índice de refração quanto ao coeficiente de extinção, está similar. Os valores do índice de refração das amostras estão bem próximos de si e o coeficiente de extinção está mais próximo de 0.

Na tabela 5.3, poderá observar um comparativo entre o índice de refração de alguns comprimentos de onda das amostras e de vidros industriais.

Amostra	λ (nm)	Amostra (n)	Sílica Fundida (n)	SodaCal (n)	BGG (n)
3	473	1,548	1,463	1,530	1,768
	532	1,546	1,461	1,526	1,758
	632	1,545	1,457	1,521	1,747
4	473	1,553	1,463	1,530	1,768
	532	1,551	1,461	1,526	1,758
	632	1,549	1,457	1,521	1,747
5	473	1,535	1,463	1,530	1,768
	532	1,534	1,461	1,526	1,758
	632	1,531	1,457	1,521	1,747
6	473	1,534	1,463	1,530	1,768
	532	1,530	1,461	1,526	1,758
	632	1,527	1,457	1,521	1,747
7	473	1,530	1,463	1,530	1,768
	532	1,527	1,461	1,526	1,758
	632	1,523	1,457	1,521	1,747

Tabela 5.3: Comparação dos índices de refração das amostras com outros vidros nos comprimentos de onda: Raman (473 nm), Laser verde (532 nm) e Laser He-Ne (632 nm). Fonte: (POLYANSKIY, 2024).

Vale ressaltar que para essa análise, nas medidas experimentais do índice de refração das amostras, os comprimentos de onda tinham variações decimais e para o comprimento de onda 632 nm foi realizada uma média entre o valor para o 631 nm e 633 nm, visto que não havia o comprimento de onda desejado.

A sílica fundida é conhecida pela sua resistência térmica e química e por aguentar altas temperaturas, muito comumente utilizada na área de óptica para fabricação de lentes e prismas (KLEIN, 2009). Já o vidro de sodacal é o mais comum de ser encontrado, podendo ser utilizado em janelas de casas e carros, para células solares etc. (SYNOWICKI; JOHS; MARTIN, 2011). Por fim, o vidro de galogermanato de bário (BGG) é conhecido por ter características únicas, podendo ser utilizado na área de óptica para *lasers* de alta intensidade (BAYYA et al., 2006), por exemplo. Sendo que estes vidros são conhecidos no mercado devido às suas utilizações. Há também a possibilidade de comparar com os vidros nióbios-fosfatos, considerando o comprimento de onda de 632,8 nm onde os valores do índice de refração podem variar entre os valores de 1,600 a 1,900 dependendo da quantidade de pentóxido de nióbio utilizada (SILVA et al., 2024). Como foi pouca a quantidade utilizada, em vista de que na referência (SILVA et al., 2024) o mínimo foi 20%, há a dificuldade de comparação, no entanto, os autores perceberam que conforme aumentava a quantidade de pentóxido de nióbio, aumentava o índice de refração das amostras. No caso deste trabalho, a quantidade de nióbio foi diminuindo conforme aumentava a quantidade de escória. Como os compostos da escória também podem aumentar o índice de refração, as comparações serão feitas apenas com as amostras com escórias e com a

mesma quantidade em grama total. As amostras 4 e 5 foram feitas a partir de 40 g e houve uma diminuição de nióbio entre elas, de 56,14 % em mol, passou-se a ser 51,95 % em mol, com isso, nota-se uma diminuição no índice de refração para os comprimentos de onda disponíveis na tabela 5.3. Já as amostras 6 e 7, ambas foram feitas a partir de 60 g total, sendo que ambas contêm a mesma quantidade de pentóxido de nióbio, em torno de 50,69 %. No entanto, percebe-se que, diferentemente das amostras 4 e 5, que contêm uma variação significativa, a variação para as amostras 6 e 7 é de $\pm 0,004$.

Ao comparar os valores do índice de refração das amostras com os de outros vidros, percebe-se uma proximidade com o vidro de SodaCal; isso pode significar que ambos têm boas propriedades ópticas.

5.5 Ultramicrodureza

Na tabela 5.4 abaixo, é possível visualizar a tabela com os dados da dureza dinâmica e o módulo de elasticidade das amostras.

Amostra	DUH	Desvio Padrão	EIT $\times 10^{-5}$	Desvio Padrão $\times 10^{-5}$
3	800	200	1,4	0,2
4	900	200	1,4	0,2
5	1080	80	1,78	0,07
6	920	60	1,52	0,06
7	900	100	1,6	0,1

Tabela 5.4: Tabela de Dureza Dinâmica (DUH) e módulo de elasticidade (EIT) das amostras com seus respectivos desvios padrão. Fonte: A autora

A intenção inicial era realizar a análise de dureza dinâmica e transformá-la pelo próprio *software* em dureza Vickers, uma dureza comumente utilizada na área de materiais. No entanto, não estava sendo possível encontrar a marca de indentação feita durante a medida, que é necessária para realizar a análise para Vickers, por mais que aumentou-se a força até 30 mN, o que é um alto valor para o material analisado, ainda não foi possível observar a marca da indentação, portanto, a força utilizada foi de 15 mN, ainda considerada alta.

Nota-se que a amostra 5 é a amostra com uma dureza maior, em relação às outras, mas percebe-se também que as amostras com maiores porcentagens de escória têm uma dureza um pouco maior comparadas com as amostras 3 e 4, onde a amostra 3 não há a presença de escória e a amostra 4 há apenas 2% de escória. Já a amostra 5 aumentou-se para 8%. Ainda não há conhecimento para argumentar o fato de que as amostras 6 e 7 têm a dureza dinâmica menor que a amostra 5, mesmo tendo uma quantidade de escória maior.

5.6 Difração de Raios-X

Espera-se ao realizar as análises de difração de raios-X que as amostras tenham um comportamento amorfo, ou seja, que no gráfico haja a presença de halos em vez de picos.

Nas figuras 5.33 - 5.39 serão apresentados os gráficos de difração de raios-X de cada amostra.

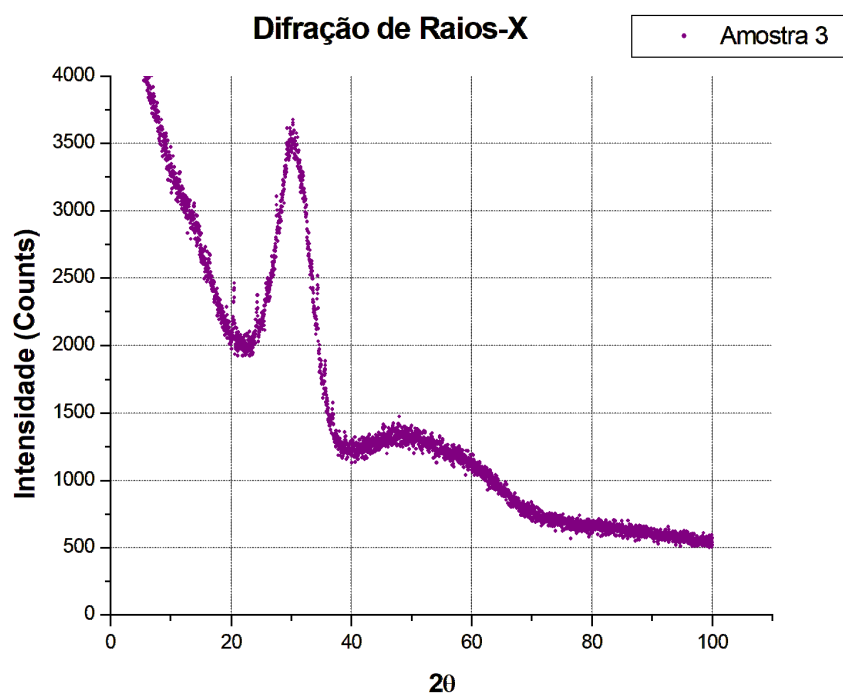


Figura 5.33: Gráfico de difração de raios-X da amostra 3. Fonte: A autora

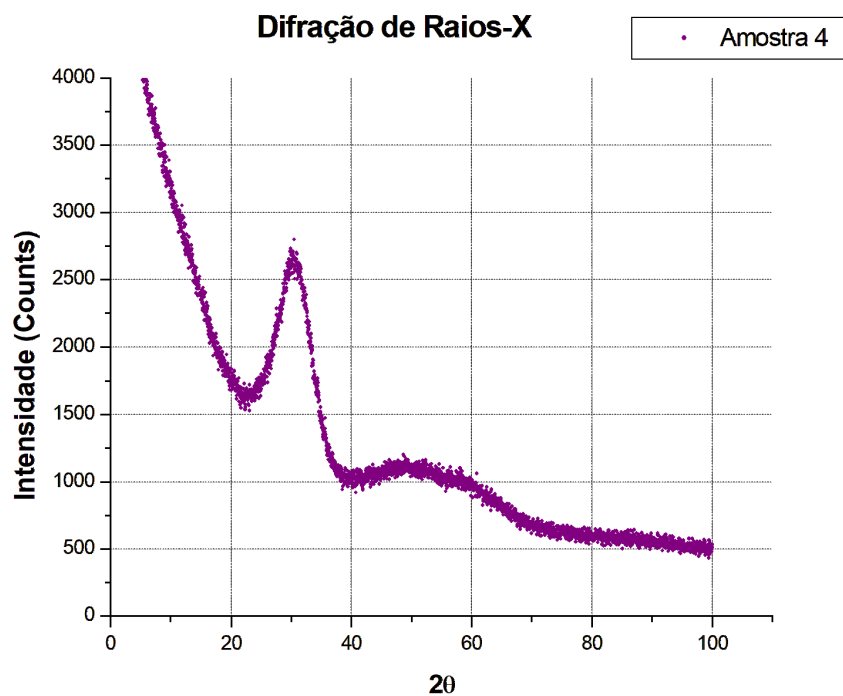


Figura 5.34: Gráfico de difração de raios-X da amostra 4. Fonte: A autora

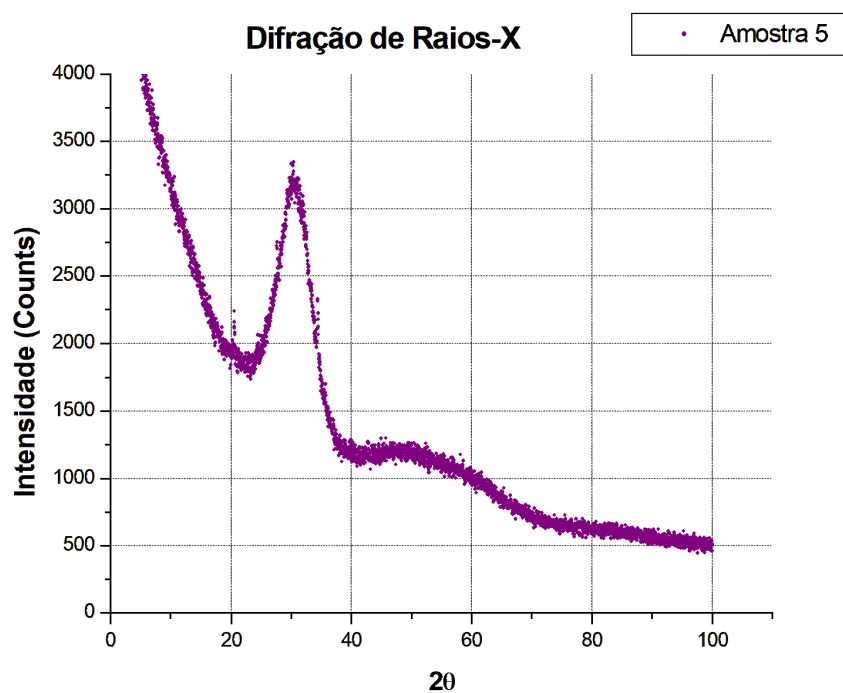


Figura 5.35: Gráfico de difração de raios-X da amostra 5. Fonte: A autora

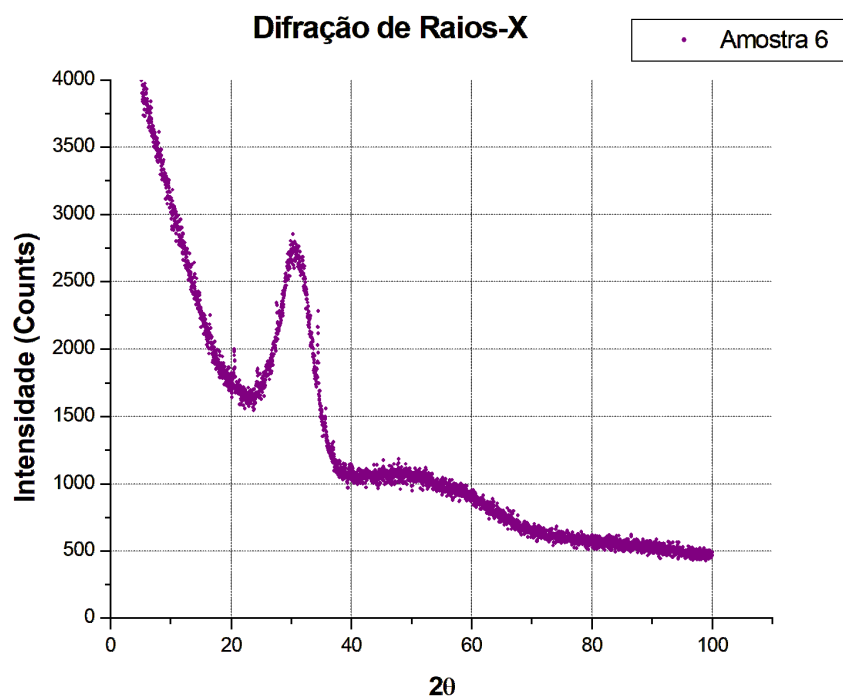


Figura 5.36: Gráfico de difração de raios-X da amostra 6. Fonte: A autora

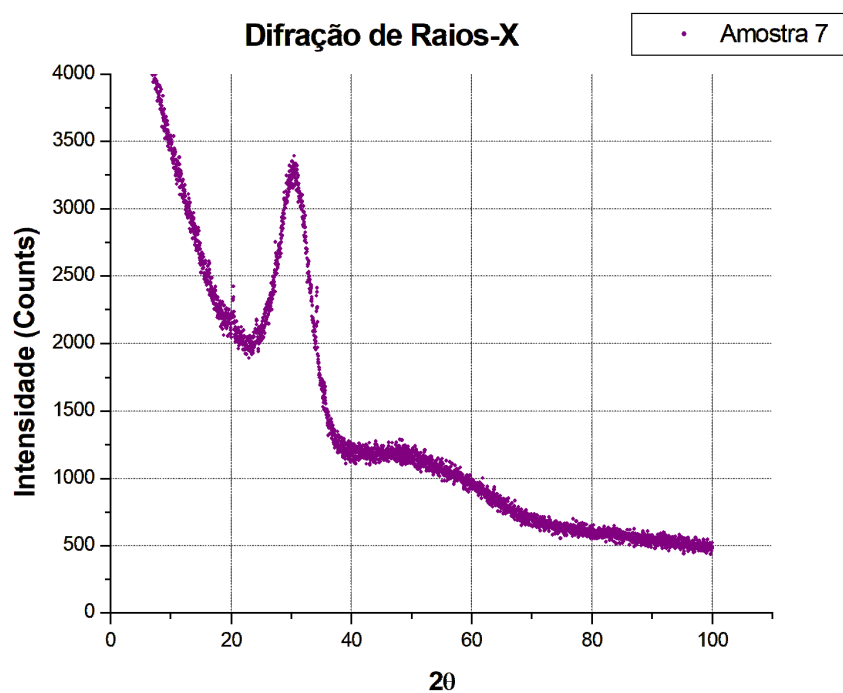


Figura 5.37: Gráfico de difração de raios-X da amostra 7. Fonte: A autora

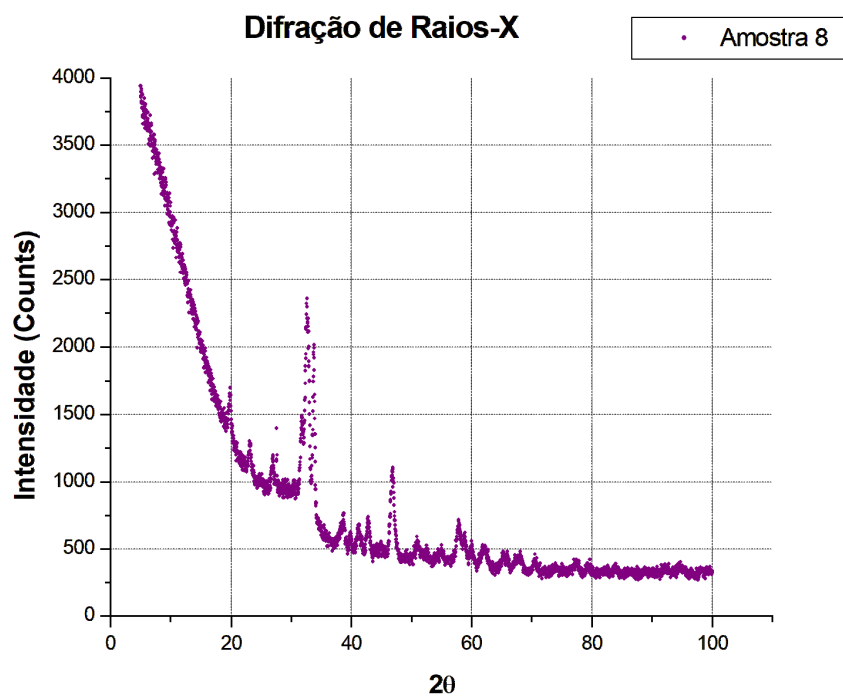


Figura 5.38: Gráfico de difração de raios-X da amostra 8. Fonte: A autora

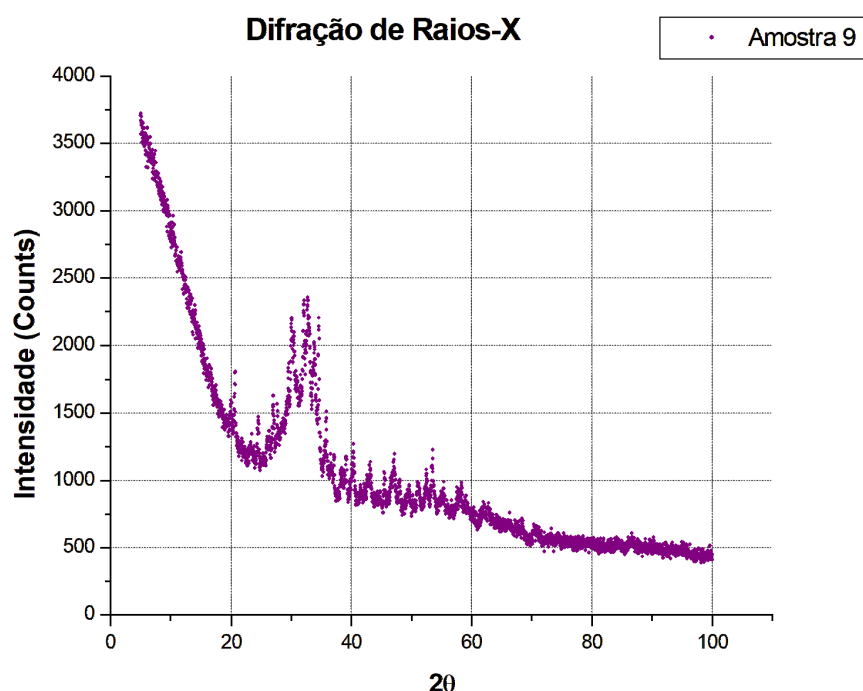


Figura 5.39: Fráfico de difração de raios-X da amostra 9. Fonte: A autora

Ao observar todos os gráficos, percebe-se um comportamento similar entre as amostras, a presença de um aumento na intensidade entre os ângulos de 20 e 40°. No entanto, nas amostras de 3 a 7 há a formação de um halo, às vezes com uma intensidade mais alta ou mais baixa; no entanto, este halo está presente no mesmo intervalo. A presença deste halo indica uma amorficidade do material, ou seja, este material não se comporta como um cristal. Como o intuito deste trabalho é sintetizar vidros a partir do micro-ondas, este halo é um bom indício de que as amostras de 3 a 7 produzidas podem ser consideradas vidros.

Porém, as amostras 8 e 9, figuras 5.38-5.39 respectivamente, apresentam um comportamento similar, tendo este aumento da intensidade do sinal na mesma faixa do ângulo; no entanto, é possível perceber a presença de um ou mais picos claramente formados. Esses picos indicam uma cristalização na amostra, portanto, já não sendo mais possível considerá-la como vidro.

5.7 Análise da Temperatura de Transição Vítrea (T_g)

Para a análise da temperatura de transição vítrea das amostras, foi necessário utilizar a medida de calorimetria exploratória diferencial. Com os resultados da medida, calculou-se a derivada do calor em função da temperatura para observar o fluxo de calor em função da temperatura. Desta forma, estabeleceu-se uma linha base para identificar as mudanças. Para determinar o evento da transição vítrea, utilizou-se o fato de que a temperatura de transição vítrea é um evento endotérmico, já a cristalização é um evento exotérmico (LEMOS, 2003).

Dito isso, na figura 5.40 está disponível o gráfico de análise térmica da amostra 3.

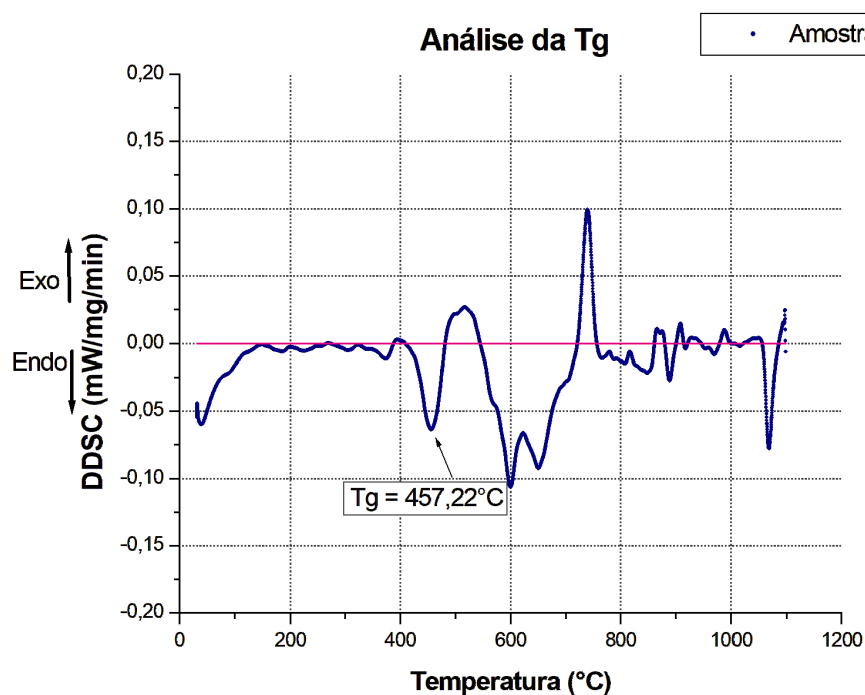


Figura 5.40: Análise térmica da amostra 3. Fonte: A autora.

Para a amostra 3, percebe-se um evento endotérmico em torno de 457,22°C sendo este considerado a temperatura de transição vítrea da amostra analisada.

Na figura 5.41 está disponível o gráfico de análise térmica da amostra 4.

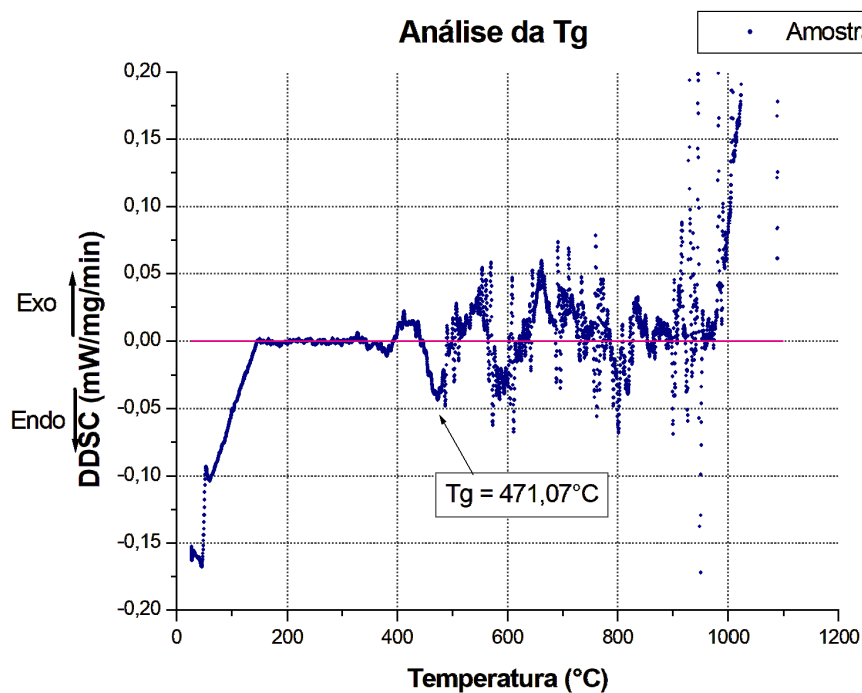


Figura 5.41: Análise térmica da amostra 4. Fonte: A autora.

Nota-se agora, uma diferença entre o comportamento térmico da amostra 3 com a

amostra 4, no entanto, ainda é possível verificar um vale, ou seja, um evento endotérmico, em torno de 471,07°C.

Na figura 5.42 está disponível o gráfico de análise térmica da amostra 5.

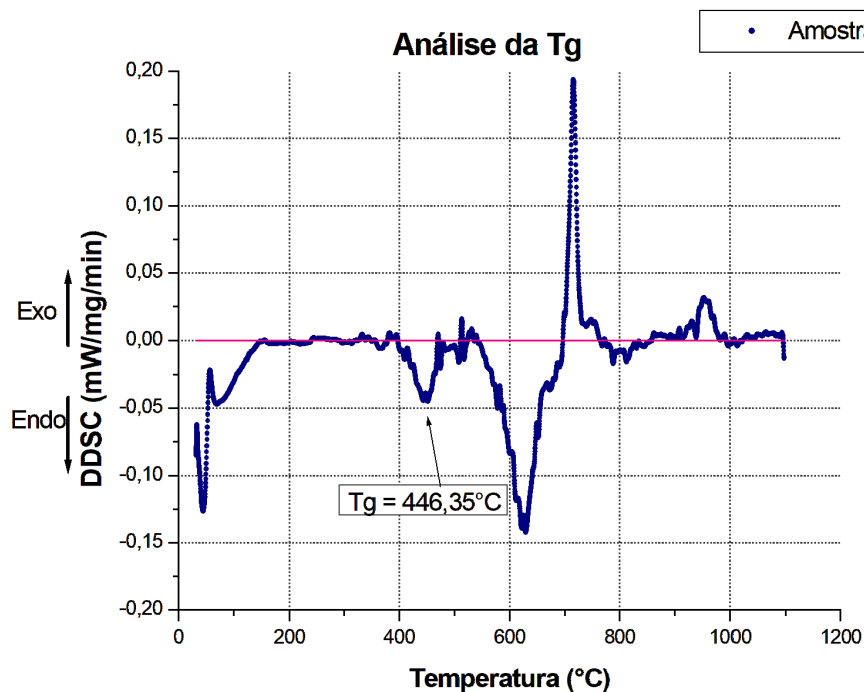


Figura 5.42: Análise térmica da amostra 5. Fonte: A autora.

Já a amostra 5 voltou a ter o comportamento similar ao da amostra 3, novamente apresentando um vale em torno da temperatura de 446,35°C.

Na figura 5.43 está disponível o gráfico de análise térmica da amostra 6.

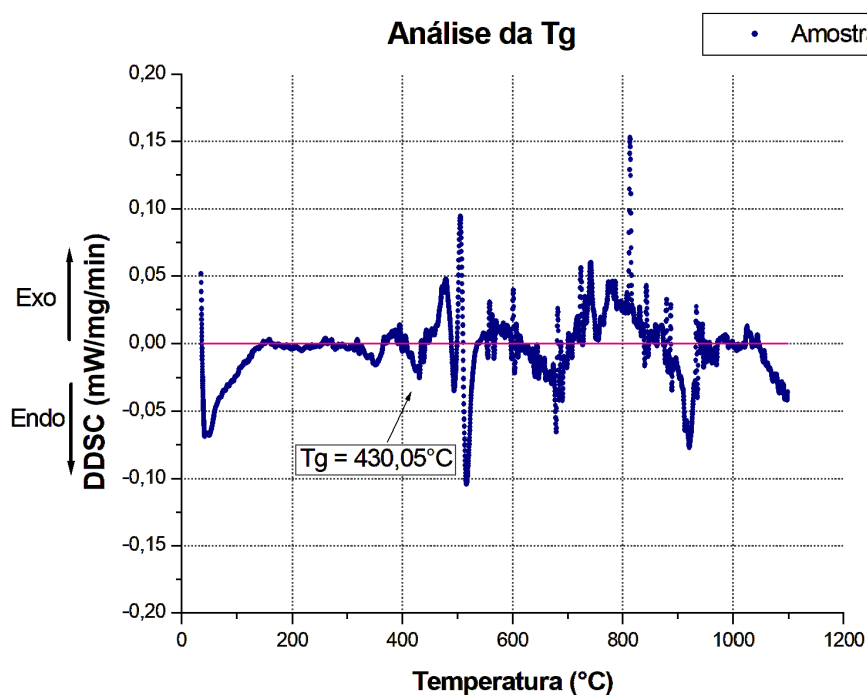


Figura 5.43: Análise térmica da amostra 6. Fonte: A autora.

A amostra 6, aparentemente, há diversos eventos térmicos, no entanto, percebem-se dois vales entre 300 – 400°C, no entanto, comparando com amostras posteriores, acredita-se que a temperatura de transição vítrea para este caso está em torno de 430,05°C.

Na figura 5.44 está disponível o gráfico de análise térmica da amostra 7.

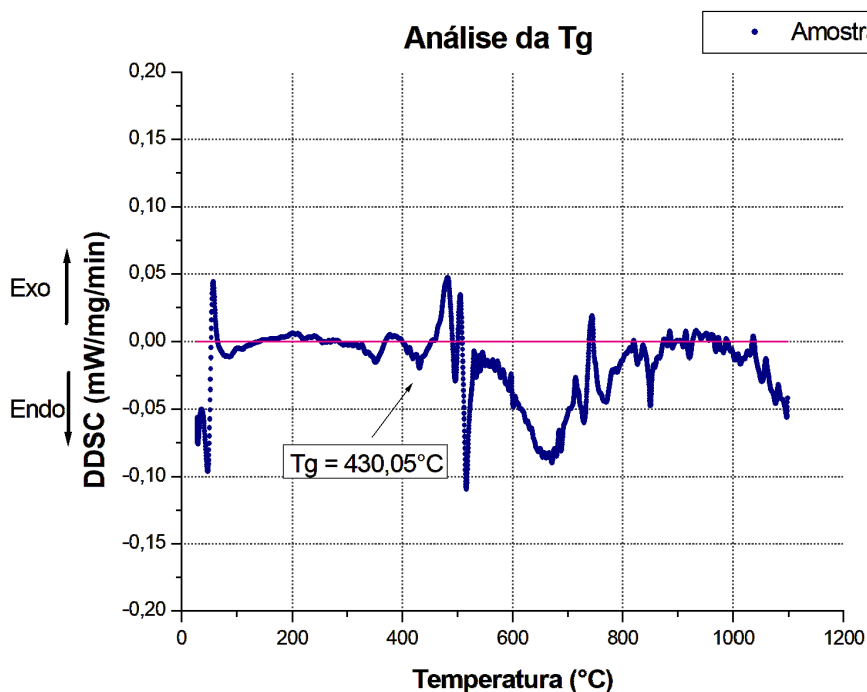


Figura 5.44: Análise térmica da amostra 7. Fonte: A autora.

O que ocorreu para a amostra 6 voltou a ocorrer com a amostra 7, neste caso os dois vales estão mais evidentes, mas com o mesmo argumento para a amostra 6, acredita-se que a temperatura de transição vítrea também está em torno da temperatura de 430,05°C.

Na figura 5.45 está disponível o gráfico de análise térmica da amostra 8.

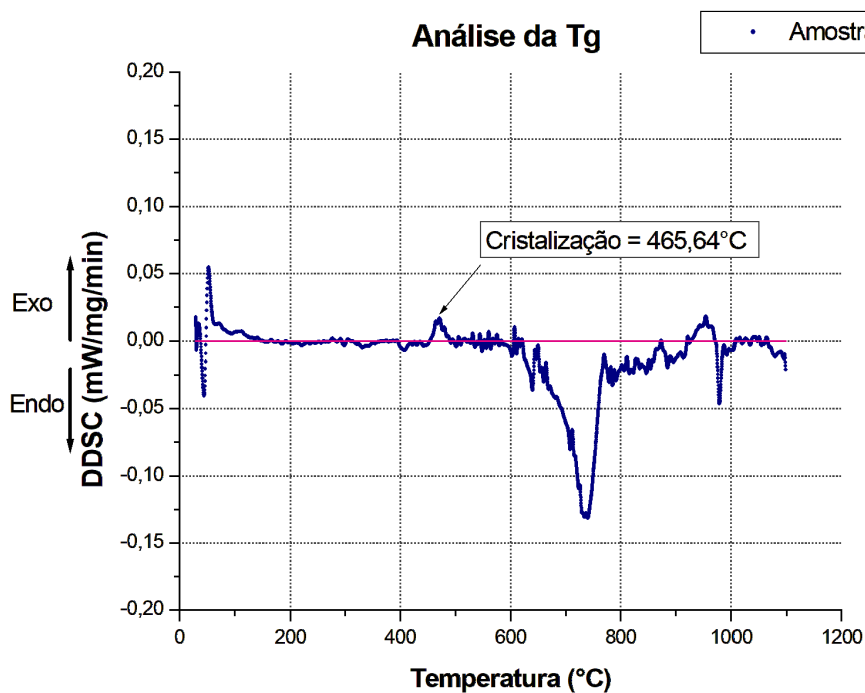


Figura 5.45: Análise térmica da amostra 8. Fonte: A autora.

Para a amostra 8, percebe-se uma mudança de comportamento, em que a presença do vale não está evidente, no entanto, percebe-se um evento exotérmico, ou seja, um pico que, neste caso, acredita-se estar indicando a cristalização da amostra na temperatura de 465,64°C.

Na figura 5.46 está disponível o gráfico de análise térmica da amostra 9.

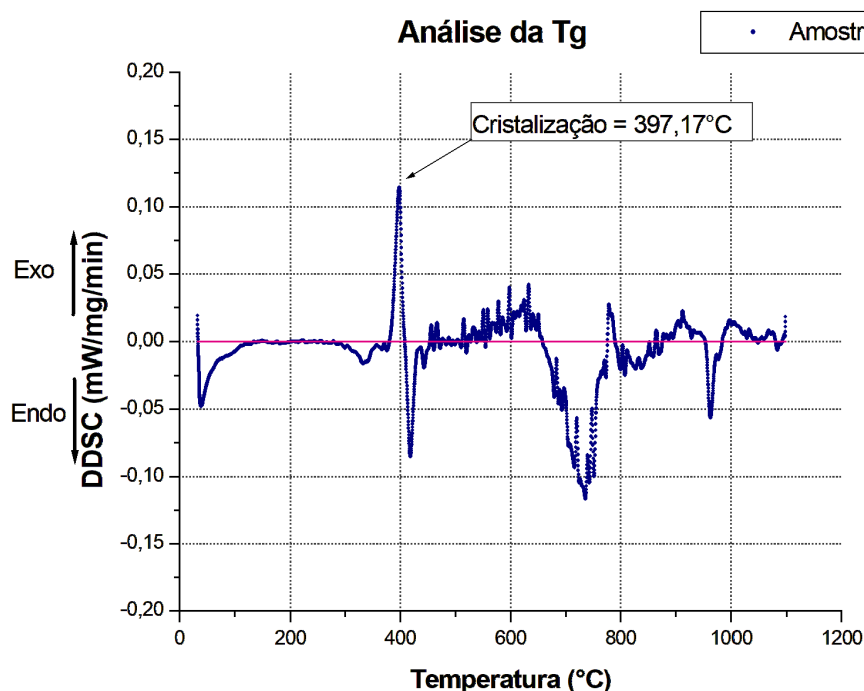


Figura 5.46: Análise térmica da amostra 9. Fonte: A autora.

O que ocorreu com a amostra 8, também ocorreu com a amostra 9, onde a presença de um pico está mais evidente do que o do vale, indicando uma cristalização da amostra em torno da temperatura 397,17°C.

Dito isso, em conjunto com as análises de difração de raios-x, percebe-se que as amostras de 3 à 7 são vidros, de acordo com a definição de Zanotto e Mauro (ZANOTTO; MAURO, 2017), havendo a presença de uma amorfização e uma temperatura de transição vítrea, no entanto, já as amostras 8 e 9 cristalizaram, já que há a presença de picos definidos nas análises de difração de raios-x e o pico de cristalização nas análises térmicas.

Por fim, para fins de simplificação, os valores da T_g ou da cristalização estão dispostos na tabela 5.5 abaixo:

Amostras	T_g (°C)	Cristalização (°C)
3	457,22	—
4	471,01	—
5	446,35	—
6	430,05	—
7	430,05	—
8	—	465,65
9	—	397,17

Tabela 5.5: Temperatura de transição vítrea e cristalização resumida das amostras. Fonte: A autora

Da mesma forma que a quantidade de pentóxido de nióbio afetou o índice de refração, para a temperatura de transição vítrea, T_g , o mesmo ocorre (SILVA et al., 2024). Será realizada a mesma comparação anteriormente, onde se comparam as amostras 4 e 5, ambas com o mesmo peso e tendo a diminuição do nióbio. Percebe-se que a temperatura

de transição vítrea reduz de 471,01°C para 446,35°C. Já para as amostras 6 e 7, cuja quantidade de pentóxido de nióbio é a mesma, a temperatura de transição vítrea é igual. Para este caso, vale ressaltar que poderia haver variação e que há um pequeno erro manual na seleção da temperatura.

5.8 LIBS

Para a análise de LIBS, observam-se transições atômicas cujo comprimento de onda é específico para um determinado elemento químico, portanto, é possível identificá-lo na amostra.

A técnica gera espectros, como o exibido na figura 5.47 com as transições dos elementos encontrados na amostra 6, como exemplo.

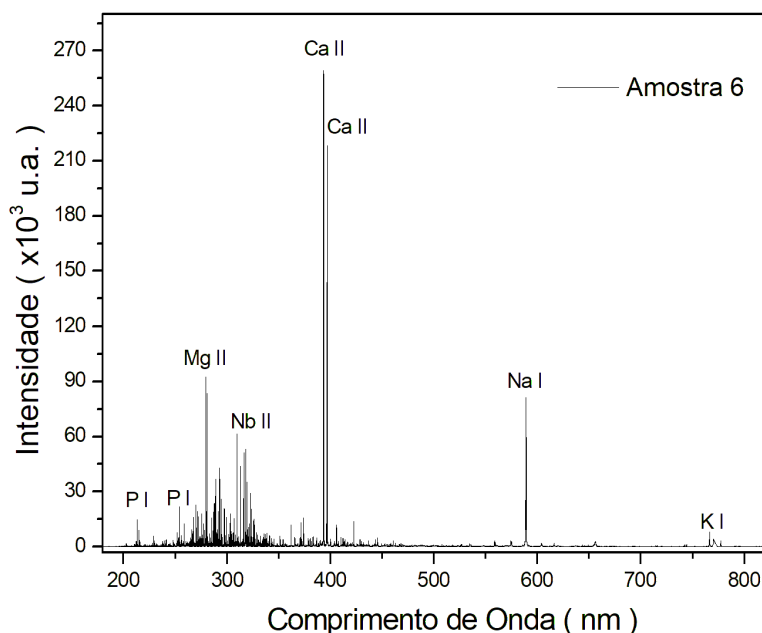


Figura 5.47: Espectros do LIBS para a amostra 6. Fonte: A autora

Na tabela 5.6 abaixo, é possível observar uma relação de todos os elementos químicos presentes nas amostras após a fundição.

Amostra	Al	Ca	Fe	K	Na	Nb	Mg	Mn	O	P	Si	S	Ti
2	—	—	—	x	x	x	—	—	x	x	x	—	—
3	—	—	x	x	x	x	x	—	x	x	x	—	—
4	x	x	—	x	x	x	x	—	x	x	x	—	—
5	x	x	—	—	x	x	x	—	x	x	x	—	—
6	x	x	—	x	x	x	x	—	x	x	x	—	—
7	x	x	—	x	x	x	x	—	x	x	x	—	—
8	x	x	—	x	x	x	x	—	x	x	x	—	—
9	x	x	—	x	x	x	x	—	x	x	x	—	—

Tabela 5.6: Elementos presentes em cada amostra. Fonte: A autora

Percebe-se que os elementos de alumínio e cálcio estão presentes apenas nas amostras com escória em sua composição. Já a amostra 3 é a única com ferro, isso pode significar algum tipo de contaminação na hora de moer os pequenos pedaços de amostra em pó.

Conclusão

A partir do estudo e das análises realizadas, conclui-se que é possível sintetizar vidros com adição de escória utilizando o forno micro-ondas. Foram sintetizados vidros com até 10% de escória. É provável que exista um limite para a quantidade de escória adicionada. Neste trabalho, considerando os procedimentos utilizados, chegamos a 10%. Maiores estudos devem ser feitos sobre os processos usados, como melhoria na homogeneização dos reagentes, melhor distribuição de calor e ainda acréscimo ou troca de componentes básicos do vidro. Nesse trabalho, o limite de 10 % se deve ao fato de que as amostras com quantidade maior de escória, amostras 8 e 9, não são vidros.

Após a síntese das amostras, o primeiro passo foi realizar o preparo delas para medidas de superfícies, para isso foi necessário lixá-las e poli-las. Este processo foi feito diversas vezes para obter um resultado desejado. Durante o preparo, a amostra 3 acabou quebrando, no entanto, ainda foi possível utilizá-la para análises posteriores.

Com as amostras lixadas e polidas, foi realizada a análise de densidade. As densidades das amostras ficaram em torno de 2,6 a 2,7 g/cm^3 ; esses valores foram comparados com a densidade de um vidro de quartzo (sílica fundida), a densidade é de 2,211 g/cm^3 , e a de um vidro de SodaCal, onde a densidade é de 2,486 g/cm^3 . Nota-se que estes valores estão mais baixos do que os valores de densidade obtidos, que estão entre 2,62 g/cm^3 e 2,76 g/cm^3 , portanto, a densidade mais próxima ao se comparar com os vidros conhecidos no mercado foi o vidro aluminossilicato, utilizado na produção do *Corning Gorilla Glass*[®], com a densidade de 2,640 g/cm^3 . Vale ressaltar que o valor da densidade vai depender da composição utilizada, mas ao mesmo tempo não significa igualdade entre elas.

Da análise de rugosidade e topografia, compreende-se que o processo de preparo das amostras foi bem-sucedido, já que as amostras tinham uma superfície relativamente lisa, o suficiente para as medidas de propriedades ópticas, infelizmente com alguns defeitos. Os defeitos se devem ao fato de o processo ter sido realizado de forma manual, ainda assim os valores de rugosidade obtidos variam entre 0,1 e 0,2.

Com a análise de microdureza, percebe-se que as amostras têm a tendência de serem mais macias, o que implica no fato de não ser possível realizar as medidas dinâmicas e convertê-las para dureza *Vickers*, o que dificulta a comparação com outros trabalhos. No entanto, é possível perceber que as amostras com escória tiveram um certo aumento na dureza dinâmica, em comparação com a amostra sem escória. Não se sabe o motivo para que a amostra 5 tenha uma dureza maior do que as amostras 6 e 7, em que a quantidade de escória é maior. Entende-se que este fenômeno tem que ser melhor estudado.

Com as análises de índice de refração e coeficiente de extinção, onde com o coeficiente de extinção esperava-se que os valores estivessem próximos a zero, um valor esperado para vidros; esses valores foram próximos, onde nos comprimentos de onda iniciais, entre 200 e 300 nm, o coeficiente de extinção está próximo de 0,1, mas próximo da faixa do visível este valor vai reduzindo até que no infravermelho o valor fica entre 0,02 e 0,03.

Para o índice de refração, vê-se que nos comprimentos de onda escolhidos para uma

análise mais profunda, entende-se que os valores estão no intervalo de 1,5, valor este similar ao de um vidro SodaCal, onde os valores estão no mesmo intervalo, o que significa que as amostras com este tipo de vidro têm uma compatibilidade óptica.

Com a análise de LIBS, espectroscopia de emissão óptica com plasma induzido por *laser*, foi possível verificar os componentes encontrados nas amostras obtidas em relação aos compostos que foram utilizados na síntese. Para as amostras com escória apareceram compostos com Alumínio e Cálcio, no entanto, todas as amostras têm a presença de Sódio, Nióbio, Óxigênio, Fósforo e Silício, sendo que silício é o formador de vidros mais conhecido. Agora, todas as amostras exceto a amostra 5 têm a presença de Potássio, podendo ser algum tipo de contaminação na hora de preparação para a medida.

Para a análise da temperatura de transição vítrea, foi possível observar comportamentos endotérmicos, implicando na presença de uma temperatura de transição vítrea para as amostras de 3 a 7, onde essas temperaturas estão na faixa de 400°C, mas para as amostras 8 e 9 em vez da presença de um comportamento endotérmico, houve a presença de um evento exotérmico, sugerindo a presença de uma cristalização com a temperatura entre 300°C e 400°C. Como as amostras 8 e 9 não têm a presença da temperatura de transição vítrea, considerando a definição de vidro por Zanotto e Mauro ([ZANOTTO; MAURO, 2017](#)), essas amostras já não podem ser consideradas vidros.

Por fim, com as análises de difração de raios-x, espera-se que as amostras tenham comportamento amorfo, ou seja, com presença de halos e não picos, já que os picos indicam uma cristalização. Dito isto, as amostras de 3 a 7 têm essa presença de halo, mas as amostras 8 e 9 têm a presença de picos. Portanto, a análise de difração de raios-x complementou a análise de temperatura de transição vítrea, onde as amostras de 3 a 7 têm comportamento amorfo e com a presença de uma temperatura de transição vítrea, já as amostras 8 e 9 têm comportamento cristalino e com presença de temperatura de cristalização.

Conclui-se que as amostras de 3 a 7 são vidros, sendo que as amostras de 4 a 7 têm a escória adicionada em sua composição. Portanto, afirma-se que é possível sintetizar vidros com adição de escória utilizando o forno micro-ondas, uma forma de fundição que gasta menos energia e é menos poluente. No entanto, com as amostras 8 e 9 que não são vidros, acredita-se que elas indicam um limite na quantidade de escória a ser utilizada nessa forma, porém, cabe uma análise mais profunda para investigar este caso.

Referências Bibliográficas

AKERMAN, M. Natureza, estrutura e propriedades do vidro. Documento interno do Centro Técnico de Elaboração de Vidros, Saint Gobain Vidros Brasil. São Paulo. Disponível em: <https://www.unifal-mg.edu.br/ppgcem/wp-content/uploads/sites/116/2020/06/NaturezaEstrut_Prop_Vidro-Saint-Gobain-2000.pdf>. 2000.

ALVES, O.; GIMENEZ, I.; MAZALI, I. Cadernos temáticos-química nova na escola. *Edição especial*, 2001. Disponível em:<<http://qnesc.sbq.org.br/online/cadernos/02/vidros.pdf>>.

AMOS, W.; WHITE, J. How the confocal laser scanning microscope entered biological research. *Biology of the Cell*, v. 95, n. 6, p. 335–342, 2003. DOI: <[https://doi.org/10.1016/S0248-4900\(03\)00078-9](https://doi.org/10.1016/S0248-4900(03)00078-9)>.

ArcelorMittal Brasil. *Escória de Alto-Forno*. 2025. Acesso em: 26 maio 2025. Disponível em: <<https://brasil.arcelormittal.com/produtos-solucoes/coprodutos/coprodutos/escoria-alto-forno>>.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. *ABNT NBR ISO 4287:2002 — Rugosidade de superfícies — Termos, definições e parâmetros de perfil*. 2002. Rio de Janeiro: ABNT. Norma Brasileira.

Associação Brasileira de Normas Técnicas. *ABNT NBR ISO 4288:2007 — Rugosidade de superfícies — Regras segundo os parâmetros do método do perfil*. 2008. Rio de Janeiro: ABNT. Norma Brasileira.

BARBOZA, A. C. et al. Aquecimento em forno de microondas/desenvolvimento de alguns conceitos fundamentais. *Química Nova*, SciELO Brasil, v. 24, p. 901–904, 2001. DOI: <<https://doi.org/10.1590/S0100-40422001000600030>>.

BAYYA, S. S. et al. Germanate glass as a window for high energy laser systems. *Optics Express*, Optical Society of America, v. 14, n. 24, p. 11687–11693, 2006. DOI: <<https://doi.org/10.1364/oe.14.011687>>.

BRANDÃO, J. C. O aço na construção civil: usos, vantagens e limitações — revisão da literatura. *RECIMA21 – Revista Científica Multidisciplinar*, v. 5, n. 4, p. e545114, 2024. ISSN 2675-6218. Licença: CC BY 4.0. Acesso em: 22 jul. 2025. Disponível em: <<https://doi.org/10.47820/recima21.v5i4.5114>>.

BRASIL. Lei nº 12.306, de 2 de agosto de 2010. esta lei institui a política nacional de resíduos sólidos, dispendo sobre seus princípios, objetivos e instrumentos, bem como sobre as diretrizes relativas à gestão integrada e ao gerenciamento de resíduos sólidos, incluídos os perigosos, às responsabilidades dos geradores

e do poder público e aos instrumentos econômicos aplicáveis. *Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil*, Brasília, DF, 2010. Disponível em: <https://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2007-2010/2010/lei/l12305.htm>.

BROGLIE, L.; NISHIMURA, H. *Research on the theory of quanta*. [S.l.]: Minkowski Institute Press, 2021. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/348662075_Research_on_the_theory_of_quanta>.

BUNACIU, A. A.; UDRISTIOIU, E. G.; ABOUL-ENEIN, H. Y. X-ray diffraction: instrumentation and applications. *Critical reviews in analytical chemistry*, Taylor & Francis, v. 45, n. 4, p. 289–299, 2015. DOI: <<https://doi.org/10.1080/10408347.2014.949616>>.

CAMPOS, R. A. R. d. *Análise do Efeito da Rugosidade de Superfícies Metálicas na Radiação do Infravermelho*. Dissertação (Dissertação de Mestrado) — Programa de Pós-Graduação em Física, Universidade Federal Fluminense, VoltaRedonda, RJ, Brasil, jun 2022. Aprovada em 27 de junho de 2022.

CÉSAR, J.; PAOLI, M.-A. D.; ANDRADE, J. C. de. A determinação da densidade de sólidos e líquidos. *Revista Chemkeys*, n. 7, p. 1–8, 2004. DOI: <<https://doi.org/10.20396/chemkeys.v0i7.9618>>.

CHEN, B.; YANG, J. xin; OUYANG, Z. yun. Life cycle assessment of internal recycling options of steel slag in chinese iron and steel industry. *Journal of Iron and Steel Research, International*, v. 18, n. 7, p. 33–40, 2011. ISSN 1006-706X. DOI: <[https://doi.org/10.1016/S1006-706X\(11\)60087-3](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(11)60087-3)>. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1006706X11600873>>.

CHESMAN, C. *Física moderna experimental e aplicada*. [S.l.]: Editora Livraria da Física, 2003.

COSTA, V. C. et al. Laser induced-breakdown spectroscopy (libs): histórico, fundamentos, aplicações e potencialidades. *Química Nova*, SciELO Brasil, v. 42, n. 5, p. 527–545, 2019. DOI: <<https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170325>>.

CREMERS, D. A.; RADZIEMSKI, L. J. *Handbook of Laser-Induced Breakdown Spectroscopy*. 2nd. ed. Chichester: John Wiley & Sons, 2013. ISBN 978-0470974233.

CULLITY, B.; STOCK, S. *Elements of X-ray Diffraction, Third Edition*. [S.l.]: Prentice-Hall, 2001.

DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG. *DIN 4768: Ermittlung der Rauheitskenngrößen Ra, Rz, R_{max} mit elektrischen Tastschnittgeräten; Begriffe, Meßbedingungen*. Berlin, 1990. Norma técnica alemã. Retirada em 2013 e substituída por DIN EN ISO 4288:1998-04.

DIAS, T. S. S. et al. Glass-ceramic: Controlled crystallization of glasses obtained from biomass ash. *International Journal of Ceramic Engineering & Science*, v. 5, n. 6, p. e10191. Disponível em: <<https://ceramics.onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/ces2.10191>>.

EISBERG, R. M.; RESNICK, R. *Física Quântica: Átomos, Moléculas, Sólidos, Núcleos e Partículas*. 1. ed. São Paulo: GEN | LTC, 1979. 936 p. Tradução para o português do clássico *Quantum Physics of Atoms, Molecules, Solids, Nuclei and Particles* (edição original de 1979). ISBN 9788570013095.

FARIAS, E. E.; BORGES, F. de O.; CAVALCANTI, G. de H. *Tópicos em Espectroscopia Atômica: Espectroscopia atômica, plasma, laser, aplicações*. Boa Vista: Editora da Universidade Federal de Roraima, 2016. ISBN 978-85-8288-121-7.

FUJIWARA, H. *Spectroscopic Ellipsometry: Principles and Applications*. Chichester, England; Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, 2007. DOI: <<https://doi.org/10.1002/9780470060193>>. ISBN 9780470060186.

GHUSSN, L. *Síntese e caracterização de vidros niobofosfatos e ferrofosfatos utilizados como meio para imobilização de U_3O_8* . Tese (Tese de Doutorado) — Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), São Paulo, Brasil, 2005. Disponível em: <<https://inis.iaea.org/records/ndam8-2dx14/files/39088875.pdf>>.

GLASS, I. Y. of. *International Year of Glass 2022*. 2022. <https://www.iyog2022.org/home/young_person-s_committee/>. Acessado em: 09 de jan. de 2025.

GŁOWNIAK, S. et al. Advances in microwave synthesis of nanoporous materials. *Advanced Materials*, Wiley Online Library, v. 33, n. 48, p. 2103477, 2021. DOI: <<https://doi.org/10.1002/adma.202103477>>.

GONÇALVES, D.; IRENE, E. A. Fundamentals and applications of spectroscopic ellipsometry. *Química Nova*, SciELO Brasil, v. 25, p. 794–800, 2002. DOI: <<https://doi.org/10.1590/S0100-40422002000500015>>.

GOULARTE, R. M. Módulo de elasticidade de materiais lamelares determinados com a técnica de indentação instrumentada. *Univesidade Federal de Santa Catarina*, 2014. Disponível em: <<https://repositorio.ufsc.br/xmlui/handle/123456789/127454>>.

GUTZOW, I.; SCHMELZER, J. *The vitreous state*. [S.l.]: Springer, 2013. DOI: <<https://doi.org/10.1007/978-3-642-34633-0>>.

HENCH, L. L.; ROKI, N.; FENN, M. B. Bioactive glasses: Importance of structure and properties in bone regeneration. *Journal of Molecular Structure*, v. 1073, p. 24–30, 2014. ISSN 0022-2860. Molecular Spectroscopy – An Interdisciplinary Approach. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022286014003342>>.

HESSENBRUCH, A. A brief history of x-rays. *Endeavour*, Elsevier, v. 26, n. 4, p. 137–141, 2002. DOI: <[https://doi.org/10.1016/S0160-9327\(02\)01465-5](https://doi.org/10.1016/S0160-9327(02)01465-5)>.

HUSSEIN, E. A.; MADBOULY, A. Chemical and radiation shielding effectiveness of some heavy metal oxide glasses for immobilizing radioactive wastes. *Journal of the Australian Ceramic Society*, Springer, v. 60, n. 1, p. 127–142, 2024. DOI: <<https://doi.org/10.1007/s41779-023-00951-2>>.

Instituto Aço Brasil. *Processo produtivo*. 2025. Acesso em: 26 maio 2025. Disponível em: <<https://www.acobrasil.org.br/site/processo-siderurgico/>>.

J.A. Woollam Co., Inc. *M-2000 Ellipsometer*. 2025. <<https://www.jawoollam.com/products/m-2000-ellipsometer>>. Acessado em: 4 jun. 2025.

KAPPE, C. O.; DALLINGER, D. The impact of microwave synthesis on drug discovery. *Nature Reviews Drug Discovery*, Nature Publishing Group UK London, v. 5, n. 1, p. 51–63, 2006. DOI: <<https://doi.org/10.1038/nrd1926>>.

KARPUZ, N. Radiation shielding properties of glass composition. *Journal of Radiation Research and Applied Sciences*, Elsevier, v. 16, n. 4, p. 100689, 2023. DOI: <<https://doi.org/10.1016/j.jrras.2023.100689>>.

KLEIN, C. A. Characteristic strength, weibull modulus, and failure probability of fused silica glass. *Optical Engineering*, Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers, v. 48, n. 11, p. 113401–113401, 2009. DOI: <<https://doi.org/10.1117/1.3265716>>.

LANCELOTTI, R. F. et al. Physical aging of lithium disilicate glass. *Journal of Non-Crystalline Solids*, v. 622, p. 122661, 2023. ISSN 0022-3093. DOI: <<https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2023.122661>>. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022309323005264>>.

LEMOS, A. B. Generalidades da análise térmica. *Boletim de tecnologia e desenvolvimento de embalagens*, v. 15, n. 3, p. 2, 2003. Disponível em: <https://ital.agricultura.sp.gov.br/arquivos/cetea/informativo/v15n3/v15n3_artigo1.pdf>.

LOPES, J. H. et al. Effect of niobium oxide on the structure and properties of melt-derived bioactive glasses. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 97, n. 12, p. 3843–3852, 2014. DOI: <<https://doi.org/10.1111/jace.13222>>.

LOPES, J. H. et al. Investigation of citric acid-assisted sol-gel synthesis coupled to the self-propagating combustion method for preparing bioactive glass with high structural homogeneity. *Materials Science and Engineering: C*, v. 97, p. 669–678, 2019. ISSN 0928-4931. DOI: <<https://doi.org/10.1016/j.msec.2018.12.022>>. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0928493118319581>>.

LOSURDO, M.; HINGERL, K. *Ellipsometry at the Nanoscale*. [S.l.]: Springer, 2013. v. 268. ISBN: 978-3-642-33956-1.

MANDAL, A. K.; SEN, R. An overview on microwave processing of material: a special emphasis on glass melting. *Materials and manufacturing processes*, Taylor & Francis, v. 32, n. 1, p. 1–20, 2017. DOI: <<https://doi.org/10.1080/10426914.2016.1151046>>.

MATVEYEV, A. N. *Principles of Electrodynamics*. New York: Reinhold Publishing Corporation, 1966. ASIN: B01F9QRNQ8.

MENCZEL, J. D. et al. Differential scanning calorimetry (dsc). *Thermal analysis of polymers: Fundamentals and applications*, Wiley, Hoboken, NJ, v. 7, p. 239, 2008. DOI: <<https://doi.org/10.1002/9780470423837.ch2>>.

MIOLA, M. et al. Glass-ceramics for cancer treatment: so close, or yet so far? *Acta biomaterialia*, Elsevier, v. 83, p. 55–70, 2019. DOI: <<https://doi.org/10.1016/j.actbio.2018.11.013>>.

- MIRANDA, T. A. *Síntese e caracterização de vidros com adição de escória de alto-forno*. 2023. <<https://app.uff.br/riuff/handle/1/34795>>. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Física com Ênfase em Física Computacional) – Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda.
- NASCIMENTO, M. L. F. Brief history of x-ray tube patents. *World Patent Information*, Elsevier, v. 37, p. 48–53, 2014. DOI: <<https://doi.org/10.1016/j.wpi.2014.02.008>>.
- National Institute of Standards and Technology. *NIST Atomic Spectra Database*. 2024. Disponível em: <<https://www.nist.gov/pml/atomic-spectra-database>>. Acesso em: 22 out. 2024.
- NOGUEIRA, Í. M.; MADUREIRA, M. T. A indústria siderúrgica no brasil. *Research, Society and Development*, v. 11, n. 16, p. e300111638241–e300111638241, 2022. DOI: <<https://doi.org/10.33448/rsd-v11i16.38241>>.
- NUSSENZVEIG, M. H. *Curso de Física Básica 2: Fluídos, Oscilações e Ondas, Calor*. 5. ed. São Paulo: Blucher, 2014. ISBN 978-85-212-0747-4.
- NWANESHIUDU, A. et al. Introduction to confocal microscopy. *Journal of Investigative Dermatology*, Nature Publishing Group, v. 132, n. 12, p. 1–5, 2012. DOI: <<https://doi.org/10.1038/jid.2012.429>>.
- OMNI CALCULATOR. *Glass Weight Calculator*. 2025. <<https://www.omnicalculator.com/construction/glass-weight>>. Acesso em: 16 jun. 2025.
- PANDIA, O. et al. Management coordinations on steel industry in the context of durable development. *Metalurgija*, Hrvatsko Metalursko Društvo (HMD), v. 55, n. 3, p. 519–522, 2016. Disponível em: <<https://hrcak.srce.hr/153700>>.
- PASCU, R.; DINESCU, M. Spectroscopic ellipsometry. *Romanian Reports in Physics*, v. 64, n. 1, p. 135–142, 2012. Disponível em: <https://rrp.nipne.ro/2012_64_1/art12Pascu.pdf>.
- POLYANSKIY, M. N. Refractiveindex.info database of optical constants. *Scientific Data*, v. 11, n. 94, 2024. DOI: <<https://doi.org/10.1038/s41597-023-02898-2>>.
- RADZIEMSKI, L. J. From laser to libs, the path of technology development. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, Elsevier, v. 57, n. 7, p. 1109–1113, 2002. DOI: <[https://doi.org/10.1016/S0584-8547\(02\)00052-6](https://doi.org/10.1016/S0584-8547(02)00052-6)>.
- RANDALL, J. *The Diffraction of X-rays and Electrons by Amorphous Solids, Liquids and Gases*. Chapman & Hall, 1934. ISBN: 978-94-010-2357-3. Disponível em: <<https://books.google.com.br/books?id=Td7FzwEACAAJ>>.
- ROSSOW, U. A brief history of ellipsometry. *physica status solidi (b)*, v. 256, n. 2, p. 1800307, 2019. DOI: <<https://doi.org/10.1002/pssb.201800307>>. Disponível em: <<https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/pssb.201800307>>.
- SANTOS, I. d. S. *Influência da adição da lama fina de aciaria elétrica nas propriedades de matrizes cimentícias*. Dissertação (Dissertação (Mestrado em Engenharia Civil)) — Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2022. Disponível em: <https://d1wqtxts1xzle7.cloudfront.net/95314076/DISSERTACAO___InfluenciaAdicaoLama-libre.pdf>. Acesso em: 23 jul. 2025.

SCHOLZE, H. *Glass: nature, structure, and properties*. [S.l.]: Springer Science & Business Media, 2012.

SHELBY, J. E. *Introduction to glass science and technology*. [S.l.]: Royal society of chemistry, 2020. DOI: <<https://doi.org/10.1039/9781839169229>>.

SHI, C. Steel slag—its production, processing, characteristics, and cementitious properties. *Journal of Materials in Civil Engineering*, v. 16, n. 3, p. 230–236, 2004. DOI: <[10.1061/\(ASCE\)0899-1561\(2004\)16:3\(230\)](https://doi.org/10.1061/(ASCE)0899-1561(2004)16:3(230))>. Disponível em: <<https://ascelibrary.org/doi/abs/10.1061/%28ASCE%290899-1561%282004%2916%3A3%28230%29>>.

SHIMADZU. *Instruction Manual*. https://analit-spb.ru/files/TM/DUH-211_211S.pdf, 2012.

SILVA, D. L. C. e. Desenvolvimento de vidros pertencentes ao sistema $\text{SiO}_2\text{-Na}_2\text{O-CaO-B}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ com adição de Nb_2O_5 para a imobilização de rejeitos radioativos. *Biblioteca Digital USP*, 2020. DOI: <<https://doi.org/10.11606/T.85.2020.tde-06112020-160040>>.

SILVA, R. A. et al. Thermal, chemical, and mechanical properties of niobium phosphate glasses and glass-ceramics. *Ceramics International*, v. 50, n. 11, Part A, p. 18618–18627, 2024. ISSN 0272-8842. DOI: <<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.02.350>>. Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0272884224008733>>.

SILVA, V. d. C.; MARTINS, A. A natureza da luz e o ensino da óptica: uma experiência didática envolvendo o uso da história e da filosofia da ciência no ensino médio. *Experiências em Ensino de Ciências*, v. 5, n. 2, 2010.

SMITH, C. L. Basic confocal microscopy. *Current protocols in neuroscience*, Wiley Online Library, v. 56, n. 1, p. 2–2, 2011. DOI: <<https://doi.org/10.1002/0471142301.ns0202s56>>.

SOUZA, A. d. S. et al. A energia e suas transformações: o forno de micro-ondas. *Cadernos Macambira*, v. 4, n. 1, p. 31–32, 4 2020. Disponível em: <<https://revista.lapprudes.net/CM/article/view/401>>.

SUTRISNO, M. et al. Radiation shielding parameters of lithium bismuth tellurite glass system for uranium immobilization. *Radiation Physics and Chemistry*, Elsevier, p. 112937, 2025. DOI: <<https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2025.112937>>.

SYNOWICKI, R. A.; JOHS, B. D.; MARTIN, A. C. Optical properties of soda-lime float glass from spectroscopic ellipsometry. *Thin Solid Films*, Elsevier, v. 519, n. 9, p. 2907–2913, 2011. DOI: <<https://doi.org/10.1016/j.tsf.2010.12.110>>.

TABOR, D. *The hardness of metals*. [S.l.]: Oxford university press, 2000. ISBN-10: 0198507763 ISBN-13: 978-0198507765.

TIER, M. *AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE DO AÇO AISI M2 NITRETADO A PLASMA*. Tese (Doutorado) — Universidade Federal Do Rio Grande do Sul, 10 1998. DOI: <<https://doi.org/10.13140/RG.2.1.2806.2568>>.

TOOL, A. Q. Relaxation of stresses in annealing glass. *J. Res. Natl. Bur. Stand.(US)*, v. 34, n. 2, p. 199–211, 1945. Disponível em : <https://nvlpubs.nist.gov/nistpubs/jres/34/jresv34n2p199_a1b.pdf>.

VALLET-REGÍ, M.; RAGEL, C. V.; SALINAS, A. J. Glasses with medical applications. *European Journal of Inorganic Chemistry*, Wiley Online Library, v. 2003, n. 6, p. 1029–1042, 2003. DOI: <<https://doi.org/10.1002/ejic.200390134>>.

VARSHNEYA, A. K. *Fundamentals of inorganic glasses*. [S.l.]: Elsevier, 2013. ISBN: 978-0-08-057150-8.

VIEJO, P. el. *Historia Natural 3 (Libros VII–XI)*. Online: Internet Archive (OCR), 2003. <<https://archive.org/details/plinio-el-viejo.-historia-natural-3-libros-vii-xi-ocr-g-2003>>. OCR realizada em Espanhol; parte da coleção “Historia Natural” (vol. III).

WANG, J.-S.; JENG, J.-S.; NI, C.-T. The study on the phosphate glass melted by microwave irradiation. *Journal of non-crystalline solids*, Elsevier, v. 355, n. 13, p. 780–784, 2009. DOI: <<https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2009.04.002>>.

WARREN, B. E. X-ray diffraction study of the structure of glass. *Chemical Reviews*, v. 26, n. 2, p. 237–255, 1940. DOI: <<https://doi.org/10.1021/cr60084a007>>.

WILLSHAW, W. Microwave magnetrons: A brief history of research and development. *GEC journal of research*, v. 3, n. 2, p. 84–91, 1985.

World Steel Association. *Annual crude steel production data*. 2025. Acesso em: 26 maio 2025. Disponível em: <https://worldsteel.org/data/annual-production-steel-data/?ind=P1_crude_steel_total_pub/CHN/IND/USA/RUS/KOR/DEU/IRN>.

World Steel Association. *Steel industry co-products*. 2025. Acesso em: 26 maio 2025. Disponível em: <<https://worldsteel.org/wider-sustainability/steel-industry-co-products/>>.

XIANG, Y. et al. Structure and properties of sodium aluminosilicate glasses from molecular dynamics simulations. *The Journal of chemical physics*, AIP Publishing, v. 139, n. 4, 2013. DOI: <<https://doi.org/10.1063/1.4816378>>.

YANG, X. L.; DAI, H. X.; LI, X. Comprehensive utilization and discussion of iron and steel metallurgical slag. *Advanced materials research*, Trans Tech Publ, v. 807, p. 2328–2331, 2013. DOI: <<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.807-809.2328>>.

YI, H. et al. An overview of utilization of steel slag. *Procedia Environmental Sciences*, v. 16, p. 791–801, 2012. ISSN 1878-0296. The Seventh International Conference on Waste Management and Technology (ICWMT 7). Disponível em: <<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1878029612006469>>.

YOUNG, H. D.; FREEDMAN, R. A. *Física 2: Termodinâmica e Ondas*. 14. ed. São Paulo: Pearson, 2016. (Sears & Zemansky's University Physics). ISBN 9788543004796.

ZACHARIASEN, W. H. The atomic arrangement in glass. *Journal of the American Chemical Society*, v. 54, n. 10, p. 3841–3851, 1932. DOI: <<https://doi.org/10.1021/ja01349a006>>.

ZANOTTO, E. D.; MAURO, J. C. The glassy state of matter: Its definition and ultimate fate. *Journal of Non-Crystalline Solids*, Elsevier, v. 471, p. 490–495, 2017. DOI: <<https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2017.05.019>>.

ZHENG, Q. et al. Understanding glass through differential scanning calorimetry. *Chemical reviews*, ACS Publications, v. 119, n. 13, p. 7848–7939, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.8b00510>.