

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS

Centro de Desenvolvimento Tecnológico

Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais



Reciclagem de resíduos de vidro provenientes de laboratórios de ensino e pesquisa da UFPel para produção de espumas vítreas.

Juliana Zanol

Pelotas, 2024

Juliana Zanol

Reciclagem de resíduos de vidro provenientes de laboratórios de ensino e pesquisa da UFPel para produção de espumas vítreas.

Projeto de Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais do Centro de Desenvolvimento Tecnológico da Universidade Federal de Pelotas, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientadora: Prof^a. Dra. Cristiane Wienke Raubach

Coorientador: Prof. Dr. Sérgio da Silva Cava

Pelotas, 2024

Universidade Federal de Pelotas / Sistema de Bibliotecas
Catalogação da Publicação

Z33r Zanol, Juliana

Reciclagem de resíduos de vidro provenientes de laboratórios de ensino e pesquisa da UFPel para produção de espumas vítreas [recurso eletrônico] / Juliana Zanol ; Cristiane Wienke Raubach, orientadora ; Sérgio da Silva Cava, coorientador. — Pelotas, 2024.
65 f. : il.

Dissertação (Mestrado) — Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Centro de Desenvolvimento Tecnológico, Universidade Federal de Pelotas, 2024.

1. Espumas vítreas. 2. Agente espumante. 3. Vidro de laboratório. 4. Hidróxido de sódio. 5. Pentóxido de nióbio. I. Raubach, Cristiane Wienke, orient. II. Cava, Sérgio da Silva, coorient. III. Título.

CDD 363.7

Elaborada por Simone Godinho Maisonave CRB: 10/1733

Juliana Zanol

Reciclagem de resíduos de vidro provenientes de laboratórios de ensino e pesquisa da UFPel para produção de espumas vítreas

Data da Defesa: 10/12/2024

Banca Examinadora:

Prof^a. Dra. Cristiane Wienke Raubach (Orientadora)

Doutora em Ciências pela Universidade Federal de São Carlos.

Prof. Dr. Sérgio da Silva Cava (Co-Orientador)

Doutor em Ciências pela Universidade Federal de São Carlos, UFSCAR.

Prof^a. Dra. Cátia Liane Ücker

Doutora em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Pelotas.

Prof. Dr. Matheus Zorzoli Krolow

Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Pelotas.

Suplente:

Prof. Dr. Tiago Moreno Volkmer

Doutor em Ciência e Tecnologia dos Materiais pela Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Mário (in memoriam) e Clélia, por tudo.

Aos orientadores, professores Cristiane Wienke Raubach e Sérgio da Silva Cava, pelos ensinamentos, paciência e compreensão.

Ao prof. Mário Lúcio Moreira que possibilitou as análises na UEPG.

A todos professores e alunos de Graduação e Pós-Graduação do Curso de Engenharia de Materiais que sempre me auxiliaram quando precisei.

Aos grupos de pesquisas do Curso de Engenharia de Materiais - CD Tec - UFPel: CCAF, LPM, NOVONANO, LabPMat, LAFFIMAT.

Aos colaboradores de outros Laboratórios: LIMAC-UEPG; CEME-SUL – FURG; CDCBIO ODONTO-UFPel; Hidroquímica, Metais e Compostos Orgânicos – Engenharia Hídrica – UFPel.

Gratidão!

RESUMO

ZANOL, Juliana. **Reciclagem de resíduos de vidro provenientes de laboratórios de ensino e pesquisa da UFPEL para produção de espumas vítreas**. Orientadora: Cristiane Wienke Raubach. 2024. 62 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) — Centro de Desenvolvimento Tecnológico, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2024.

A reciclagem reduz a quantidade de resíduos enviados para os aterros sanitários, economiza energia e recursos naturais. O vidro é um material que pode ser reciclado infinitas vezes sem perder a qualidade. Este trabalho teve como objetivo a produção de espumas vítreas a partir de resíduos de vidro de laboratórios da UFPEL, usando hidróxido de sódio como agente expensor por meio do processo de sinterização de pós moído em concentrações de 5%, 6,5% e 8%, com e sem pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) e em diferentes temperaturas 800°C, 850°C e 900°C. A densidade das espumas foi avaliada por picnometria de hélio, e a morfologia analisada com microscopia eletrônica de varredura (MEV). As espumas resultantes que apresentaram a menor densidade foi de 0,55 g/ml e 1,85 g/ml, sem e com Nb_2O_5 , respectivamente. Os resultados evidenciaram a formação de espumas com densidades variando entre 0,55 g/mL (sem Nb_2O_5) e 1,85 g/mL (com Nb_2O_5), demonstrando a influência do pentóxido de nióbio na estrutura do material. A espuma contendo Nb_2O_5 foi testada como suporte catalítico na degradação do corante rodamina B, amplamente utilizado na indústria têxtil. Embora a metodologia empregada tenha resultado em uma taxa de descoloração de 30% em 60 minutos, indicando desafios para sua aplicação direta em processos fotocatalíticos industriais, esses dados fornecem subsídios valiosos para ajustes e otimizações futuras. Adicionalmente, verificou-se que o aumento da concentração de hidróxido de sódio favoreceu a formação de poros de maior dimensão, devido à maior liberação de gases durante o processo. Por outro lado, a incorporação de Nb_2O_5 reduziu tanto a quantidade quanto o tamanho dos poros, evidenciando seu papel na modificação da microestrutura das espumas. Esses achados ressaltam o potencial do material desenvolvido e abrem novas perspectivas para aprimoramentos em aplicações específicas.

Palavras-chave: espumas vítreas; agente espumante; vidro de laboratório; hidróxido de sódio; pentóxido de nióbio.

ABSTRACT

ZANOL, Juliana. Recycling of glass waste from UFPEL teaching and research laboratories to produce vitreous foams. Advisor: Cristiane Wienke Raubach. 2024. 62 f. Dissertation (Master's in Materials Science and Engineering) — Center for Technological Development, Federal University of Pelotas, Pelotas, 2024.

Recycling reduces the amount of waste sent to landfills, saves energy and natural resources. Glass is a material that can be recycled countless times without losing quality. This work aimed to produce vitreous foams from glass waste from UFPEL laboratories, using sodium hydroxide as an expanding agent through the post-ground sintering process in concentrations of 5%, 6.5% and 8%, with and without niobium pentoxide (Nb_2O_5) and at different temperatures 800°C, 850°C and 900°C. The density of the foams was evaluated by helium pycnometry, and the morphology was confirmed using scanning electron microscopy (SEM). The resulting foams had a lower density of 0.55 g/ml and 1.85 g/ml, without and with Nb_2O_5 , respectively. The results demonstrated the formation of foams with densities ranging from 0.55 g/mL (without Nb_2O_5) to 1.85 g/mL (with Nb_2O_5), highlighting the influence of niobium pentoxide on the material's structure. The foam containing Nb_2O_5 was tested as a catalytic support for the degradation of rhodamine B dye, widely used in the textile industry. Although the methodology employed resulted in a decolorization rate of 30% in 60 minutes, indicating challenges for its direct application in industrial photocatalytic processes, these findings provide valuable insights for future adjustments and optimizations. Additionally, it was observed that increasing the sodium hydroxide concentration promoted the formation of larger pores due to the higher gas release during the process. On the other hand, the incorporation of Nb_2O_5 reduced both the amount and size of the pores, highlighting its role in modifying the microstructure of the foams. These findings emphasize the potential of the developed material and open new perspectives for improvements in specific applications.

Keywords: vitreous foams; foaming agente; laboratory glass; sodium hydroxide; niobium pentoxide.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1:	Diagrama das propriedades dos vidros em função da variação na composição dos seus óxidos constituintes...	14
Figura 2:	Gráfico temperatura x volume específico.....	15
Figura 3:	Rede bidimensional (A) SiO ₂ ordenada, (B) rede aleatório de SiO ₂ , (C) vidro sódio-silicato (C).....	16
Figura 4:	Ligações de silício, oxigênio e sódio.....	17
Figura 5:	Reciclagem de garrafas de vidros.....	19
Figura 6:	Utensílios de laboratórios quebrados não contaminados.....	21
Figura 7:	Esquema representativo de poros com diferentes tamanhos e formas: (a) e (b) poros fechados; (c) poro aberto; (d) e (e) poros abertos interconectados; (f) rugosidade da superfície.....	22
Figura 8:	Imagens MEV das amostras de poros abertos preparados com o vidro SLS a uma densidade de 116 Kg/m ³ (a), e 143 Kg/m ³ (b e f) e das amostras de poros fechados preparadas com painel CRT a uma densidade de 113 Kg/m ³ (c), 147Kg/m ³ (d e g), 194 Kg/m ³ (e).....	25
Figura 9:	Esquema de reações proposto para representar reações ocorridas entre NaOH e resíduo de vidro em função da temperatura	34
Figura 10:	Fluxograma das etapas de preparo dos corpos de prova em diferentes formulações para obtenção das espumas vítreas...	35
Figura 11:	Imagens dos utensílios de vidro utilizados na fase inicial de preparação da matéria-prima.....	36
Figura 12:	Imagens (A) moinho de bolas utilizado para a redução do tamanho das partículas de vidro e (B) a peneira utilizada para homogeneização do tamanho das partículas moídas.....	37
Figura 13:	Imagens do processo da mistura de componentes, agente espumante e pó de vidro para obtenção dos corpos de prova em diferentes formulações	38
Figura 14:	Molde de alumínio 430mm x 230mm	39
Figura 15:	Elementos detectados em uma amostra ev8NaOHnb pela técnica EDS	41
Figura 16:	Difratograma de Raio X das amostras ev8NaOH submetido a temperatura de queima de 850°C. (a) vidro moído, (b) ev8NaOH_850 e (c)ev8NaOHnb_850	43

Figura 17:	Imagens de microscopia eletrônica de varredura das amostras ev6,5NaOH_25x (A) 800°C, (B) 850°C e (C) 900°C	44
Figura 18:	Imagens de microscopia eletrônica de varredura das amostras evNaOH_25x (A) 800°C, (B) 850°C e (C) 900°C....	47
Figura 19:	Imagens de microscopia eletrônica de varredura das amostras a 800°C, (A) ev8NaOH_25x (B) ev8NaOH_1000x, (C) ev8NaOHNb_25x (D) ev8NaOHNb_1000x.....	48
Figura 20:	Micrografias de espuma vítrea com pentóxido de nióbio, 8% de NaOH, 800°C, amplitude 1000x	49
Figura 21:	Relação da densidade em função da concentração de NaOH nas espumas cerâmicas sem nióbio	50
Figura 22:	Relação da densidade em função da concentração de NaOH nas espumas cerâmicas com nióbio	51
Figura 23:	Relação da média da densidade em função da concentração de NaOH sem e com adição de nióbio nos corpos cerâmicos	51
Figura 24:	Desempenho da atividade fotocatalítica na descoloração da rodamina B da amostra ev8NaOHNb 800°C.....	52
Figura 25:	Imagens de seções e completa da espuma vítrea produzida com 8% de NaOH, após sinterização a 850°C por 60 minutos.....	53
Figura 26:	Imagens de espumas vítreas da esquerda para direita com adição de 5%, 6,5%, 8%, 9% de hidróxido de sódio tratados a 850°C	53

Lista de Tabelas

Tabela 1	Relação entre diferentes propriedades tecnológicas das telhas de lâ mineral, espuma polimérica e de espuma de vidro	24
Tabela 2	Simbologia dos corpos de prova e as porcentagens de vidro moído, NaOH, Nb ₂ O ₅	38
Tabela 3	Composição química do vidro moído por 8 h em moinho de bolas	42
Tabela 4	Dados da picnometria de hélio para amostras de espumas vítreas sem adição de nióbio	45
Tabela 5	Dados da picnometria de hélio para amostras de espumas vítreas com adição de nióbio	46

Listas de abreviaturas e siglas

ABIVIDRO	Associação Brasileira das Indústrias de Vidro
CBMM	Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração
CEMPRE	Compromisso Empresarial com a Reciclagem
CEME-SUL	Centro de Microscopia Eletrônica da Zona Sul
C	Concentração no ponto de coleta
Co	Concentração inicial
CPs	Corpos de prova
DRX	Difração de Raios X
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios X
EDX	Espectroscopia de Raios X por Energia Dispersiva
ev	Espuma Vítrea
FURG	Fundação Universidade de Rio Grande
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry
LIMAC	Laboratório Interdisciplinar de Materiais Cerâmicos
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NPA	Núcleo de Planejamento Ambiental
ONU	Organização das Nações Unidas
PNRS	Política Nacional de Resíduos Sólidos
UEPG	Universidade Estadual de Ponta Grossa
UFPeI	Universidade Federal de Pelotas
USP	Universidade de São Paulo
Z	Número atômico

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	13
2	OBJETIVOS	15
2.1	Objetivo geral	15
2.2	Objetivos específicos	15
3	REVISÃO DE LITERATURA	16
3.1	Vidros	16
3.2	Reciclagem de vidros	20
3.3	Resíduos de vidro de laboratório	22
3.4	Sólidos celulares	25
3.5	Espumas vítreas	27
3.5.1	Propriedades das espumas vítreas	30
3.5.1.1	Densidade	30
3.5.1.2	Condutividade térmica	30
3.5.1.3	Resistência mecânica	31
3.6	Processamento de espumas vítreas	32
3.6.1	Parâmetros de processamento	33
3.7	Aplicações das espumas vítreas	34
3.8	Espuma como suporte de catalisadores	35
3.9	Hidróxido de sódio como agente de expansão	37
4	MATERIAIS E MÉTODOS	39
4.1	Preparação dos corpos de prova	41
4.2	Caracterização dos corpos cerâmicos	43
4.2.1	Difração por raios X	43
4.2.2	Espectroscopia de raios X por Energia Dispersiva	43
4.2.3	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Espectroscopia dispersiva de raios X (EDS)	44
4.2.4	Densidade real	44
4.2.5	Ensaio de degradação	44
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	45
5.1	Análise da composição	45
5.2	Análise estrutural via difração de raios X	47
5.3	Microscopia eletrônica de varredura	48
5.4	Densidade real	52
5.5	Ensaio de degradação	56
6	CONCLUSÃO	60
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	61
8	REFERÊNCIAS	62

1 INTRODUÇÃO

A Organização das Nações Unidas (ONU) definiu 2022 como o ano do vidro com o intuito de destacar a importância tecnológica, econômica, científica e cultural deste material (Eureciclo, 2022).

O vidro é um dos materiais com maior potencial para reciclagem e pode ser reaproveitado completamente sem perdas, no entanto, o último levantamento da Associação Brasileira das Indústrias de vidro (ABIVIDRO) o índice de reciclagem no ano de 2022 foi de apenas 25,8% (CEMPRE, 2024).

A Lei 12.305 de 2010, institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS) e o Decreto 11.300/2022 institui o sistema de logística reversa de embalagens de vidro e estabelece percentuais mínimos nacionais como metas quantitativas para o índice de conteúdo reciclado, iniciando em 2023 em 26% chegando em 2032 35%.

Os laboratórios são uma das partes mais importantes dos estabelecimentos de ensino, institutos de pesquisa e indústrias. Um dos problemas mais sérios é a quebra do material vítreo (Manual de Segurança, Instituto de Química-USP, 2004).

As vidrarias de laboratório quebradas não contaminados com resíduos perigosos devem ser descartados junto à coleta seletiva de acordo com o Núcleo de Planejamento Ambiental da UFPel. Como o vidro é inerte passa a ser um resíduo “comum” e esses resíduos vítreos podem ser matéria-prima para pesquisa, como por exemplo a obtenção de espumas de vidro.

Sólidos celulares vão desde materiais naturais: madeira, cortiça, osso, coral, esponja, até artificiais à base de metal, polímero, cerâmica (Duarte *et al.*, 2017). A presença de poros em determinados materiais pode ser vantajosa, permitindo várias aplicações (Santos *et al.*, 2016), entre elas, podem ser utilizadas como componentes em catálise e fotocatálise, na adsorção e separação em processos de filtração, como biomateriais, em agregados leves na construção civil, e para isolamento acústico e térmico (Silva *et al.*, 2019).

O método de sinterização de pós finamente moído com agente espumante adequado para obtenção de espumas de vidro emprega vidro reciclado, sendo considerado uma forma eficaz de reciclagem de vidro (Scheffler; Colombo, 2005).

Este estudo tem como objetivo a obtenção de espumas vítreas utilizando hidróxido de sódio, um reagente alcalino de baixo custo e amplamente disponível em laboratórios de química de instituições de ensino e pesquisa. Além disso, busca-se a incorporação de pentóxido de nióbio à matriz da espuma, a fim de avaliar sua eficiência na degradação do corante rodamina B, contribuindo para o desenvolvimento de materiais com potencial aplicação em processos de remediação ambiental.

2 OBJETIVOS

2.1 GERAIS

Desenvolver e caracterizar espumas vítreas a partir de resíduos de vidro, investigando a influência do hidróxido de sódio na expansão volumétrica e a incorporação de pentóxido de nióbio na atividade fotocatalítica do material.

2.2 ESPECÍFICOS

- Caracterizar os resíduos de vidro visando identificar sua composição química;
- Aplicar cominuição nos resíduos para padronizar o tamanho de partícula buscando a obtenção de espumas vítreas homogêneas;
- Investigar a variação estequiométrica que obtenha o maior valor de expansão volumétrica, utilizando NaOH como agente espumante;
- Analisar a distribuição dos níveis de porosidade das amostras frente à variação estequiométrica aplicada e temperatura de calcinação;
- Caracterizar a estrutura, e a morfologia das amostras com maior valor de expansão volumétrica obtidas;
- Inserção de Nb_2O_5 na razão estequiométrica que obteve o maior valor de expansão volumétrica e avaliar sua atividade fotocatalítica.

3 REVISÃO DE LITERATURA

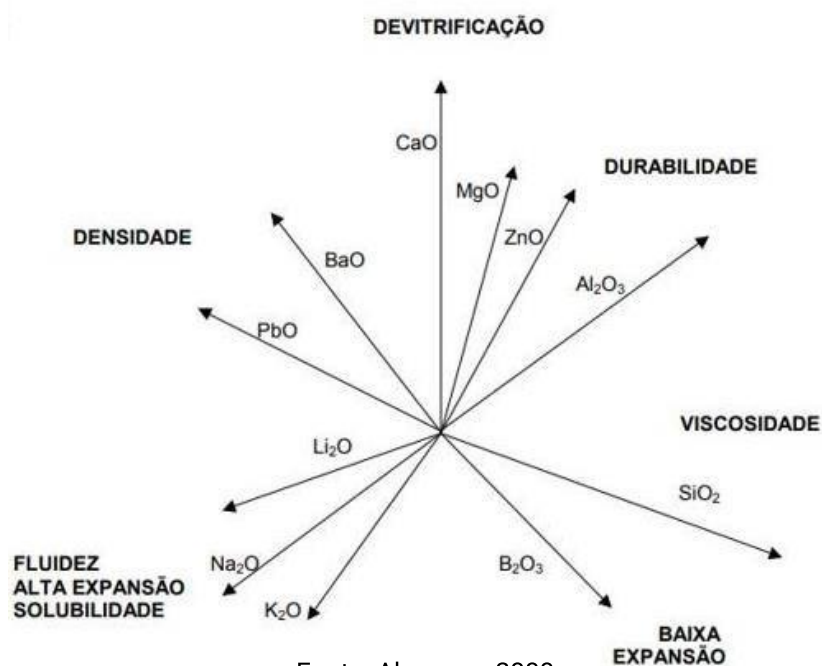
3.1 VIDROS

A Organização das Nações Unidas (ONU) designou o ano de 2022 como o Ano Internacional do Vidro para ressaltar a importância tecnológica, econômica, científica e cultural desse material. Principalmente composto por matérias-primas naturais como areia e calcário, o vidro pode ser reciclado infinitamente. No entanto, quando descartado inadequadamente no meio ambiente, pode demorar até cerca de 4 a 5 mil anos para se decompor (Eureciclo, 2022).

Quimicamente, o vidro é o produto resultante da fusão e decomposição de óxidos não voláteis, provenientes da combinação de compostos alcalinos e alcalinos-terrosos, areia e outras substâncias (Shreve, 1997). A Figura 1 mostra a mudança de algumas propriedades dos vidros em função da variação na composição dos seus óxidos constituintes. Conceitualmente, os vidros são como silicatos não cristalinos que contêm outros óxidos, como CaO , Na_2O , K_2O e Al_2O_3 , os quais têm influência nas suas propriedades (Callister; Rethwisch, 2020).

A redução nos teores de CaO e de Na_2O enquanto se adiciona B_2O_3 para criar o vidro borossilicato reduz o coeficiente de expansão térmica para aproximadamente $3 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$, por exemplo. Esse material é adequado para os ciclos de aquecimento e resfriamento típicos dos fornos de cozinha (Callister; Rethwisch, 2020). O aumento de Na_2O (óxido de sódio) do vidro aumenta sua fluidez, expansão e solubilidade, mas, por outro lado, reduz sua durabilidade (Aekerman, 2000), isto pode ser visto no mapa apresentado na Figura 1.

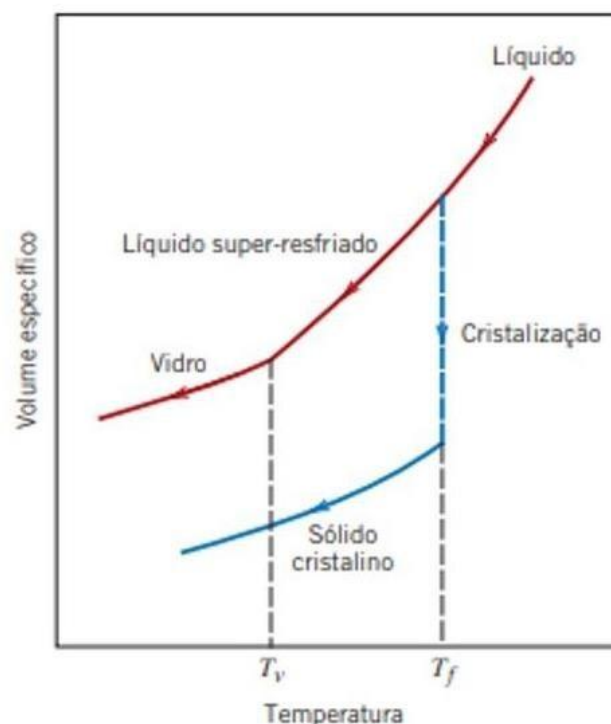
Figura 1 – Diagrama das propriedades dos vidros em função da variação na composição dos seus óxidos constituintes.



Uma das diferenças entre os materiais cristalinos e os não-cristalinos (vítreos) está no comportamento do volume específico em relação à temperatura. No resfriamento, com a diminuição da temperatura, um vidro se torna continuamente mais viscoso. Não existe uma temperatura definida na qual o líquido se transforma em sólido como ocorre com os materiais cristalinos (Callister; Rethwisch 2020). Esse fenômeno pode ser observado na Figura 2, o qual mostra a variação de volume com a temperatura para o comportamento de um material amorfo e um cristalino sob resfriamento.

Os vidros tradicionais, conhecidos como iônicos, são estruturas reticulares compostas por um formador de rede (SiO₂, B₂O₃) e um modificador de rede (Na₂O, K₂O). Os modificadores desempenham um papel crucial, pois abrem a estrutura do vidro e diminuem sua temperatura de transição vítrea (Bunde *et al.*, 1998).

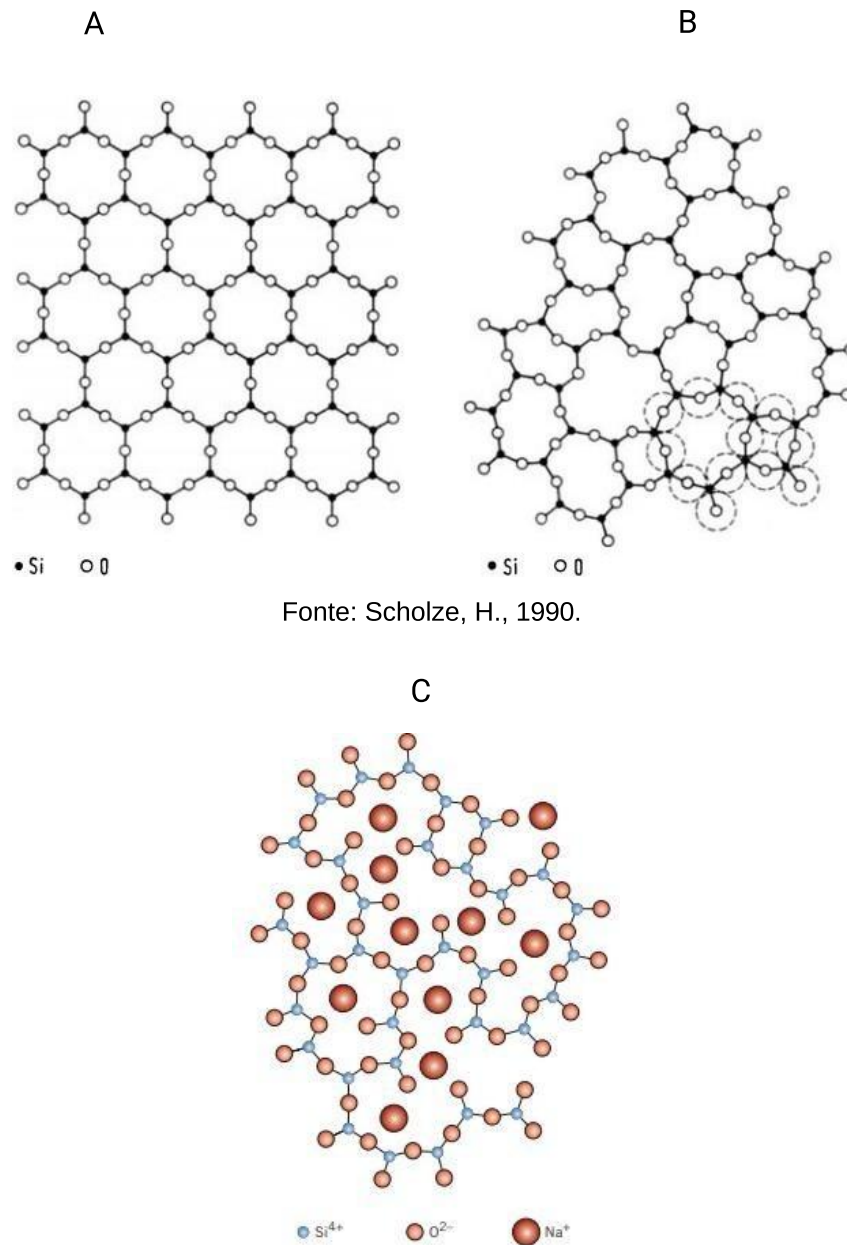
Figura 2 – Mostra a variação de volume com a temperatura para o comportamento de um material amorfo e um cristalino sob resfriamento.



Fonte: Callister, W. D.; Rethwisch, D. G., 2020.

A Figura 3 mostra uma rede bidimensional de SiO_2 ordenada (cristalina) (A) e aleatória (não cristalina) (B). Na Figura 3 (A) é possível observar a rede bidimensional ordenada da estrutura do vidro composta por ligações de silício e oxigênio. A Figura 3 (C) apresenta a estrutura das posições dos íons em um vidro sódio-silicato, ou seja, com a adição de sódio, segundo Callister (2020).

Figura 3 – Rede bidimensional (A) SiO_2 ordenada, (B) rede aleatório de SiO_2 (B), (C) vidro sódio-silicato.

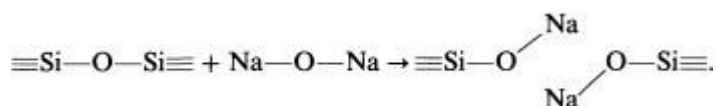


Fonte: Scholze, H., 1990.

Fonte: Callister, W. D.; Rethwisch, D. G., 2020.

A Figura 4 mostra as ligações dos átomos de silício, oxigênio e sódio na estrutura do vidro. A introdução de Na₂O tem como consequência uma alteração significativa na estrutura do vidro modificando suas propriedades. No vidro SiO₂ puro todos os íons O²⁻ estão ligados a dois íons Si⁴⁺. Como os íons O²⁻ representam pontes entre íons Si⁴⁺ vizinhos, eles também são chamados de oxigênio em ponte. A incorporação de Na₂O rompe a conexão silício e oxigênio (Scholze, 1991).

Figura 4 - Ligações de silício, oxigênio e sódio



Fonte: Scholze, 1991.

3.2 RECICLAGEM DE VIDROS

O vidro é um dos materiais com maior potencial para reciclagem e pode ser reaproveitado completamente sem perdas (Eureciclo, 2022). De acordo com último levantamento da Associação Brasileira das Indústrias de vidro (ABIVIDRO), são produzidas mais de 8,6 bilhões de unidades de vidros por ano no Brasil e aproximadamente 1,3 milhão de toneladas são colocadas nos mercados nos mais diversos formatos movimentando 120 milhões de reais. Deste total, somente 300 mil toneladas são destinadas à reciclagem.

A viabilidade econômica para reciclagem é definida por três fatores: o volume a ser beneficiado, a distância a ser percorrida e os custos operacionais. Portanto é preciso considerar a distância dos pontos de captação até as usinas de beneficiamento e respectivas vidrarias que compram a matéria-prima caco (Eureciclo, 2022).

Aqui no Brasil, a reinserção do vidro na cadeia produtiva, por meio da reciclagem passa por grandes desafios, o valor de venda é mais baixo comparado aos outros tipos de resíduos. Há poucos locais no país que podem reciclar o vidro e, após o consumo, precisa percorrer grandes distâncias para ser reinserido no ciclo de produção da indústria vidreira. A indústria está concentrada em poucas regiões, exigindo deslocamentos maiores. Quando esses fatores se unem, o custo-benefício fica prejudicado já que o valor do frete ultrapassa o de venda, tornando o processo economicamente inviável (Eureciclo, 2022).

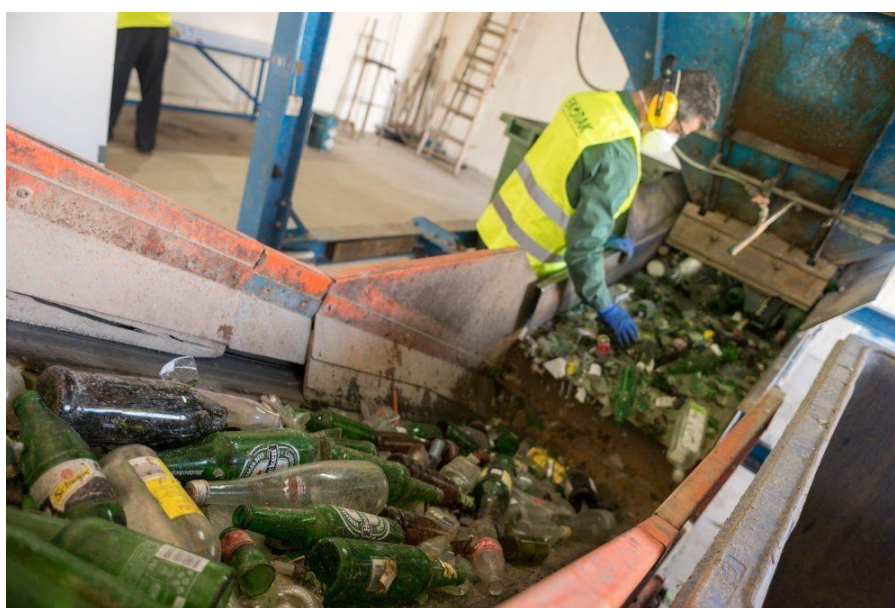
O uso de sucata de vidro diminui o consumo de energia e de matérias primas naturais na fabricação de novos produtos de vidro, no entanto, só é possível após uma triagem cara visando a separação do vidro de outros materiais como contaminantes metálicos e cerâmicos. Desta separação uma parte do vidro vai para a indústria e outra parte, com contaminantes, para aterros (Bernardo *et al.*, 2010).

Consequentemente, os resíduos de vidro acumulam-se em grande quantidade e por isso sua reciclagem é uma grande preocupação ambiental e comercial (Hesky *et al.*, 2015). Os cientistas estimam em um milhão de anos o tempo de decomposição do vidro no meio ambiente (RECICLA SAMPA, 2024).

Recentemente, o Decreto 11.300/2022 que trata da regulamentação do retorno dos produtos de vidro após o uso pelo consumidor com a finalidade de aumentar os números de reciclagem de vidro e institui o sistema de logística reversa de embalagens de vidro, no qual terá a participação de fabricantes, importadores, distribuidores, comerciantes e consumidores. Este Decreto estabelece percentuais mínimos nacionais como metas quantitativas para o índice de conteúdo reciclado, iniciando em 2023 em 26% chegando em 2032 35% (Brasil, Lei 12.305/2010).

A Figura 5 ilustra o vidro coletado encaminhado para as empresas responsáveis pela triagem, limpeza e comercialização. Os resíduos de vidros, uma vez separados e limpos, são triturados até se transformarem em cacos de tamanhos uniformes. Em recicladoras ou indústrias vidreiras, esses cacos são aquecidos a temperaturas extremamente altas, superiores a 1300°C. O material funde-se e está pronto para o estágio final: a moldagem. O vidro derretido é maleável e pode ser moldado em diversas formas, resultando em novos produtos como garrafas, potes, copos, entre outros.

Figura 5 – Reciclagem de garrafas de vidros.



Reciclagem de garrafas de vidro. Foto: Stoyan Yotov / Shutterstock.com.
<https://www.infoescola.com/ecologia/reciclagem-de-vidro/>.

3.3 Resíduos de vidro de laboratório

Os laboratórios desempenham um papel crucial nos estabelecimentos educacionais, nos institutos de pesquisa e nas indústrias. Um desafio significativo enfrentado nesses ambientes é a ocorrência frequente de quebra de material vítreo. Embora muitos materiais de vidro de laboratório sejam resistentes ao calor, impedir completamente a quebra do material ainda é uma questão não resolvida (Universidade de São Paulo, 2004).

Segundo o Manual de Gerenciamento de Resíduos Perigosos na UFPel, 2017, p. 5:

As atividades de ensino, pesquisa e extensão desenvolvidas na UFPel, empregam substâncias e produtos de diversas classes. Entre eles estão os considerados perigosos por apresentarem características como inflamabilidade, corrosividade, reatividade, toxicidade estabelecidos pela NBR 10.004 da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), que oferecem risco potencial à saúde e ao ambiente.

Os resíduos, de acordo com a característica principal do potencial de risco, são classificados em cinco grupos: grupo A (resíduo biológico), grupo B (resíduo químico), grupo C (resíduo radioativo), grupo D (resíduo domiciliar), grupo E (resíduo perfurocortante ou escarificante).

A Resolução nº 306 de 07 de dezembro de 2004 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária – Anvisa, define materiais perfurocortantes e escarificantes:

Materiais perfurocortantes ou escarificantes, tais como: Lâminas de barbear, agulhas, escalpes, ampolas de vidro, brocas, limas endodônticas, pontas diamantadas, lâminas de bisturi, lancetas; tubos capilares; micropipetas; lâminas e lamínulas; espátulas; e todos os utensílios de vidro quebrados no laboratório (pipetas, tubos de coleta sanguínea e placas de Petri) e outros similares.

A classificação de resíduo grupo E, tais como: lâminas de barbear, agulhas, lâminas de bisturi etc. e todos os utensílios de vidro quebrados no laboratório (pipetas, tubos de coleta sanguínea e placas de Petri) e outros similares como por exemplo becker, erlenmayer, proveta, bureta etc. Entretanto, é preciso estar ciente de que pode haver a geração combinada de alguns desses tipos de resíduos perigosos: grupo A biológicos, grupo B químico, grupo E perfurocortante (MANUAL DE GERENCIAMENTO DE RESÍDUOS PERIGOSOS NA UFPEL, 2017). O Núcleo de Planejamento Ambiental da UFPel disponibilizou o Manual de Manejo Interno de Resíduos Sólidos e dividiu as vidrarias quebradas de laboratório em não contaminadas e contaminadas. As vidrarias/vidros de laboratório não contaminados (com resíduos perigosos) devem ser descartados junto à coleta seletiva, pode-se acondicionar em caixas de papelão e identificar como vidros quebrados.

As vidrarias de laboratório quebradas contaminadas com produtos químicos (grupo B) ou biológicos (grupo A) devem ser acondicionadas em caixas específicas para perfurocortantes.

Figura 6 – Utensílios de laboratório quebrados não contaminados



Fonte: autora

A Figura 6 apresenta provetas quebradas e não contaminadas, que, de acordo com o Manual de Manejo Interno de Resíduos Sólidos da UFPel, devem ser descartadas no lixo comum. No entanto, esse tipo de resíduo laboratorial, composto essencialmente por vidro borossilicato, possui potencial para ser reaproveitado como matéria-prima na fabricação de espumas vítreas. A destinação inadequada de resíduos de vidro representa um desafio ambiental, uma vez que o material é não biodegradável e pode permanecer no meio ambiente por longos períodos. Assim, a reutilização desses resíduos em processos de reciclagem avançada, como a produção de espumas de vidro, surge como uma alternativa sustentável, reduzindo a demanda por matéria-prima virgem e minimizando impactos ambientais. A fabricação de espumas vítreas a partir de resíduos de vidro permite a obtenção de um material poroso

e leve, com aplicações em isolamento térmico e acústico, além de possível utilização em processos ambientais, como a adsorção de contaminantes. Dessa forma, a incorporação de resíduos de vidro provenientes de laboratórios de pesquisa na produção desse material não apenas contribui para a gestão sustentável de resíduos sólidos, mas também agrega valor a um subproduto que, de outra forma, seria descartado.

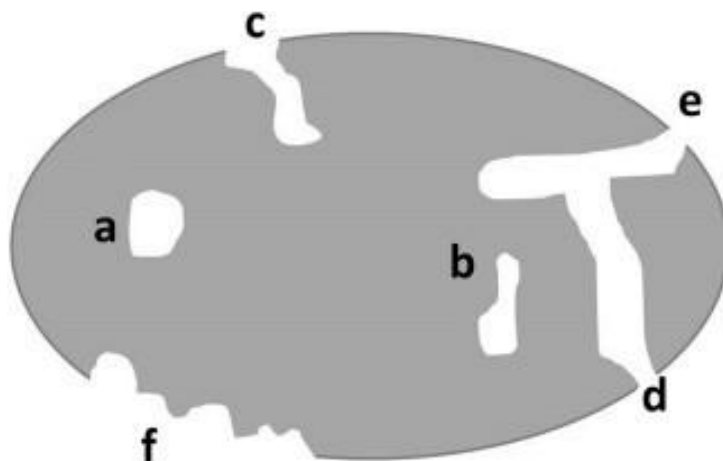
3.4 Sólidos Celulares

De acordo com Gibson; Ashby (1997) sólidos celulares são materiais compostos de uma rede interconectada de suportes ou placas sólidas que formam as bordas e faces das células (constituindo a fase sólida), e uma fase gasosa (geralmente ar). Os princípios que influenciam as propriedades celulares dependem do sólido do qual é feita (cerâmica, polímero, metais), conectividade e a forma das células, densidade relativa ou porosidade.

Sólidos celulares vão desde materiais naturais: madeira, cortiça, osso, coral, esponja, até artificiais à base de metal, polímero, cerâmica. São considerados uma das classes mais promissoras de materiais leves multifuncionais para aplicações industriais em uma ampla variedade de setores — biomédica, transporte, construção. Esses materiais podem ser facilmente adaptados a obter-se as propriedades desejadas para uma determinada aplicação, controlando o arranjo das células, por exemplo, células abertas ou fechadas e o material sólido de base: metal, cerâmica e polímero (Duarte *et al.*, 2017).

O desempenho de certos materiais depende de terem uma estrutura celular de poros (bolhas) que podem se comunicar com o exterior, células abertas, e que não podem, células fechadas (Lowell *et al.*, 2004). A figura 7 descreve, esquematicamente, poros de diferentes tamanhos e formas de um sólido.

Figura 7 - Esquema representativo de poros com diferentes tamanhos e formas: (a) e (b) poros fechados; (c) poro aberto; (d) e (e) poros aberto interconectados (f) rugosidade da superfície



Fonte: SANTOS *et al.*, 2016.

Os poros podem apresentar tanto benefícios quanto desvantagens para os materiais em que estão presentes. Por exemplo, dependendo se o material é metálico, cerâmico, polimérico ou um compósito, a presença descontrolada de poros pode causar tensões estruturais que resultam na formação de trincas. Por outro lado, a presença de poros em determinados materiais pode ser vantajosa, permitindo várias aplicações (Santos *et al.*, 2016).

Consoante Rouquerol *et al.* (1994) classifica-se o tamanho dos poros em microporos, menores que 2 nm, mesoporos entre 2 e 50 nm, macroporos superiores a 50 nm. Poros isolados dos seus vizinhos são descritos como poros fechados. Poros que possuem um canal de comunicação com a superfície externa do corpo são descritos como poros abertos. Um sólido com poros é aquele com cavidades, canais ou interstícios que são mais profundos do que são largos.

As espumas são sólidos celulares e podem ser feitas de quase tudo: metais, polímeros, cerâmicas, vidros e até compósitos. As mais comuns são produzidas a partir de materiais poliméricos (Scheffler;Colombo, 2005). No entanto, as espumas de vidro possuem estabilidade mecânica, química e térmica superior as espumas poliméricas, em caso de incêndio, a maioria das espumas poliméricas liberam gases potencialmente tóxicos já as espumas de vidro devido a sua natureza inorgânica, não são inflamáveis (Bernardo *et al.*, 2006).

3.5 Espumas Vítreas

A produção de espumas de vidro remonta à década de 1930, quando grandes atividades de pesquisa foram realizadas nos países industrializados. Devido às muitas patentes concedidas no mesmo período, não se sabe quem foram os primeiros inventores. Os processos patenteados podem ser divididos em dois tipos fundamentais: fabricação de espuma de vidro pela sinterização de pós de vidro finamente moídos com um agente espumante adequado e a introdução direta de fluidos (ar, CO₂, vapor de água) no vidro fundido (Scheffler; Colombo, 2005).

No aspecto físico, a espuma vítrea é um sistema heterofásico que consiste nas fases sólida e gasosa. A fase sólida é o vidro que forma as paredes finas das células individuais preenchidas com a fase gasosa (Wang *et al.*, 2014).

A segunda guerra mundial impulsionou a pesquisa, o desenvolvimento e a produção de espumas vítreas nos EUA, uma vez que largamente utilizado como isolante térmico não inflamável nas paredes, pisos e tetos de navios submarinos. As principais propriedades das espumas vítreas comerciais são porosidades entre 85 e 95%, resistência à compressão entre 0,4 e 6 MPa e condutividade térmica entre 0,04 e 0,08 W/m.K, em aplicações como isolamento térmico em telhados, paredes, pisos tetos, lareiras e churrasqueiras, em temperaturas de trabalho inferiores a 500 °C. (Scheffler; Colombo, 2005).

Manevich e Subbotin (2008) relacionam as principais propriedades de materiais usados em isolamento térmico na construção civil: produtos de lã mineral (lã de vidro, fibra de vidro), espumas poliméricas e materiais inorgânicos como blocos de espuma de vidro. A Tabela 1 compara importantes propriedades tecnológicas de três tipos de materiais.

Tabela 1 - Relação entre diferentes propriedades tecnológicas das telhas de lã mineral, espuma polimérica e de espuma de vidro

Propriedades	Lã mineral	Espuma poliestireno	Espuma de vidro
Densidade (Kg/m ³)	200	20-40	120-200
Resistência à compressão (KPa)	40-120	50-150	> 700
Condutividade térmica (W/(m.k))	0,066-0,060	0,0038	0.050-0.080
Temperatura máxima de uso (°C)	100	70	450
Permeabilidade vapor d'água(mg/(m.h.Pa))	0.380-0.600	0.050	0.001-0.004
Inflamabilidade	Difícilmente Inflamável	Inflamável	Não inflamável
Meio ambiente	Tóxico quando queimado (7-8% de ligante)	Tóxico quando queimado	Limp
Tempo de vida(anos)	7-10	10-12	Ilimitado

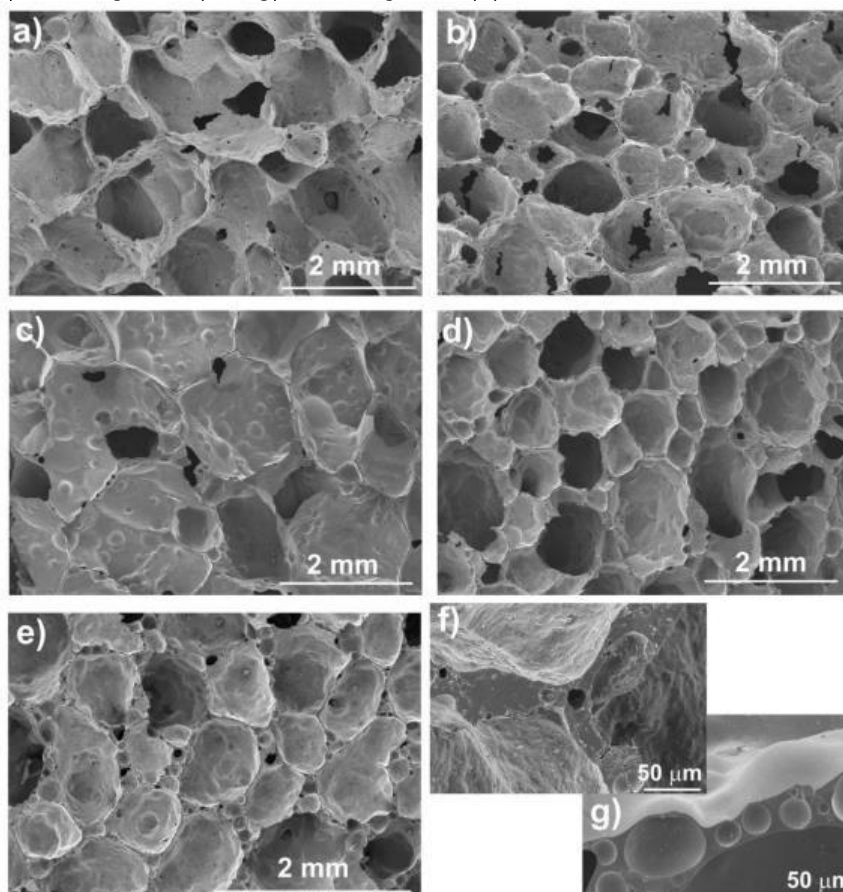
Fonte: Adaptado de Manevichs; Subbotin, 2008.

A Tabela demonstra que os produtos comerciais de espuma de vidro têm elevada resistência à compressão (> 0,7Mpa), elevada temperatura de uso (450°C), baixa permeabilidade ao vapor de água (0,001-0,004), não tóxico para o meio ambiente e tempo de vida ilimitado. Os produtos de polímeros e de lã mineral são tóxicos quando queimados, baixa temperatura de uso e vida útil limitada.

Após quase um século de produção de espumas de vidro, a principal barreira para uma adoção mais generalizada no mercado ainda é o preço mais elevado em comparação com outros materiais de isolamento (Konig et al., 2020).

Ainda de acordo com König e colaboradores (2020) os desenvolvimentos futuros em espuma de vidro devem priorizar o aprimoramento das propriedades de isolamento térmico, focando na regulação da estrutura da espuma e na natureza da porosidade. Na Figura 8 é possível observar imagens de microscopia eletrônica (SEM) de espumas vítreas que apresentam poros abertos (a), (b), (f) e poros fechados (c), (d), (g), (e) e a variação nas densidades em função do tipo de poros.

Figura 8 — Imagens de MEV das amostras de poros abertos preparados com o vidro SLS a uma densidade de 116 Kg/m³ (a), e 143 Kg/m³ (b e f) e das amostras de poros fechados preparadas com painel CRT a uma densidade de 113 Kg/m³ (c), 147Kg/m³ (d e g), 194 Kg/m³ (e)



Fonte: König *et al.*, 2020.

A Figura 8, de acordo com os autores, todas as amostras mostram uma estrutura de poros homogêneos, onde os poros menores estão localizados nas paredes e suportes dos poros maiores (Fig. F e G). Observa-se um aumento no tamanho dos poros acompanhado de uma redução na densidade.

As propriedades físicas, como densidade, condutividade térmica e resistência, estão intrinsecamente ligadas à estrutura dos poros de um material sólido. O controle da porosidade é de suma importância em diversos setores industriais, incluindo a concepção de catalisadores, adsorventes industriais, membranas e cerâmicas. Além disso, a porosidade desempenha um papel fundamental na determinação da reatividade química dos sólidos e na interação física entre sólidos e gases, bem como líquidos (Rouquerol *et al.*, 1994).

3.5.1 Propriedades das espumas vítreas

3.5.1.1 Densidade

A densidade verdadeira ou real é definida como a razão entre a massa e o volume ocupado por esta massa, no entanto, ao medir a densidade real deve-se subtrair poros ou vazios internos que contribuem para este volume (Lowell *et al.*, 2004). Densidade verdadeira é a densidade do material excluindo poros e vazios interpartículas, já densidade aparente é a densidade do material incluindo poros fechados e inacessíveis (Rouquerol *et al.*, 1994).

Se o sólido não apresentar porosidade, a densidade real pode ser determinada pelo deslocamento de qualquer fluido no qual o sólido permaneça inerte. No entanto, se for poroso, a densidade real pode ser medida utilizando um gás para deslocamento de volume. Dispositivos utilizados para medir volumes de sólidos são chamados de picnômetros; a maioria opera com base no deslocamento de gás, sendo o hélio o gás mais utilizado devido à sua inércia e tamanho reduzido, que permite penetrar nos poros menores (Lowell *et al.*, 2004).

3.5.1.2 Condutividade térmica

A propriedade que caracteriza a habilidade de um material transferir calor é a condutividade térmica. A condução térmica é o fenômeno pelo qual o calor é transportado das regiões de alta temperatura para as de baixa

temperatura em uma substância. O calor é transportado nos materiais sólidos tanto por meio de ondas de vibração da rede (fônons) quanto por elétrons livres (Callister, 2020).

Os materiais não metálicos possuem propriedades isolantes térmicas, devido à sua baixa quantidade de elétrons livres. Nestes materiais, os fônons desempenham o papel principal na condução térmica. Por exemplo, o vidro e outras cerâmicas amorfas exibem condutividades térmicas menores do que as cerâmicas cristalinas, pois o espalhamento dos fônons é muito mais eficaz em estruturas atômicas altamente desordenadas e irregulares (Callister, 2020).

A porosidade nos materiais cerâmicos pode ter influência drástica sobre a condutividade térmica. O aumento de volume dos poros resulta em uma diminuição da condutividade térmica. Muitos materiais cerâmicos usados como isolamento térmico são porosos. A transferência de calor através dos poros é normalmente lenta e ineficiente. Em geral, os poros internos contêm ar estagnado, que tem uma condutividade térmica extremamente baixa, cerca de 0,02 W/m.K. Além disso, a convecção gasosa no interior dos poros é ineficiente (Callister, 2020).

A baixa condutividade térmica das espumas vítreas permite um isolamento térmico barato e confiável que pode ser melhorado apenas por métodos caros baseados em vácuo. As espumas de células fechadas têm menor condutividade térmica do que qualquer isolamento convencional sem vácuo (Gibson; Ashby, 1997).

3.5.1.3 Resistência Mecânica

A resistência à compressão é uma das características comerciais das espumas vítreas celulares. As propriedades mecânicas de materiais porosos e espumas vítreas dependem do tipo e da quantidade de poros. A resistência mecânica de um sólido diminui à medida que a porosidade aumenta (Pokorny *et al.*, 2010). Conforme Callister (2020, p. 388), a porosidade tem um efeito negativo sobre a resistência à flexão por duas razões: primeiro, os poros reduzem a área da seção transversal onde a carga é aplicada; segundo os poros também funcionam como concentradores de tensão. De acordo com Scheffler e Colombo (2005), as propriedades mecânicas não são apenas

influenciadas pelo valor da porosidade, mas também pelo tamanho e distribuição dos poros.

A habilidade de expandir durante o processo de espumação determinará a expansão volumétrica e, conseqüentemente, as propriedades essenciais, incluindo densidade, tamanho e distribuição de poros, condutividade térmica e resistência mecânica (Pokorny *et al.*, 2010). Essas propriedades físicas são as mais relevantes na comercialização das espumas.

As espumas comerciais requerem baixa densidade, alta resistência e estabilidade química, no entanto, continua sendo um desafio a produção eficiente de espumas de vidro fortes (alta resistência) e leves (baixa densidade) devido à dificuldade de controlar a relação estrutura-propriedade-processo (Zhai *et al.*, 2022).

3.6 Processamento de espumas vítreas

O processamento de espumas vítreas pela introdução direta de gases ao vidro fundido, atualmente, é pouco utilizado pois requer plantas industriais mais sofisticadas e mais energia de produção do que o método de sinterização de pós finamente moído com agente espumante adequado. Este requer temperaturas muito mais baixas e pode empregar vidro reciclado, sendo considerado uma forma eficaz de reciclagem de vidro (Scheffler; Colombo, 2005).

A seguir a técnica de obtenção de espumas vítreas é descrita a partir da sinterização do pó de vidro com agentes espumantes. De acordo com Siddika e colaboradores (2022), existem três estágios principais no método de sinterização do pó para a produção de espumas de vidro. No primeiro estágio todos os ingredientes na forma de pó (resíduo de vidro, agente espumante e aditivos) precisam ser misturados, homogeneizados e peletizados na forma e tamanho pré-definido. Esta etapa é para garantir um contato uniforme entre as partículas. A prensagem sob compressão uniaxial em torno de 5 a 40 Mpa, garantirá a sinterização e a distribuição uniforme dos poros na espuma final. No segundo estágio a mistura peletizada passa por um processo de aquecimento com taxa específica de 5-25°C/min e tempo de 1 a 3 h. O terceiro estágio começa quando a mistura viscosa atinge a temperatura de sinterização

isotermicamente por um período. Nessa fase o agente espumante se decompõe e produz bolhas de gás dentro da mistura amolecida, o poro cresce e a espuma de vidro está sendo desenvolvida.

3.6.1 Parâmetros de processamento

As propriedades e desempenhos da espuma de vidro dependem dos parâmetros de processamento (Siddika *et al.*, 2022). A literatura indica os principais parâmetros de sinterização de vidro em pó misturado com agentes adequados:

- Granulometria dos materiais precursores (vidro e agente espumante)

O tamanho inicial da partícula afeta o tamanho dos poros nas espumas de vidro. Para se obter espumas de vidro isolantes térmicos, de baixa densidade (ou alta porosidade), reduzindo o tamanho da partícula do pó de vidro e do agente espumante, melhora a formação de espuma, a área de superfície total aumenta o que aumenta a cinética da reação. (Ostergaard, 2019). O vidro inicial deve ser moído e peneirado para um tamanho de grão inferior a 0,4 mm, caso contrário, o processo de formação de espuma é praticamente interrompido. A homogeneidade microestrutural das espumas é limitada se os pós de vidro e de agente espumante tiverem dimensões muito diferentes (Scheffler; Colombo, 2005).

- Taxa de aquecimento

A velocidade de aquecimento desempenha um papel crucial, como indicado por Ostergaard (2019), que sugere uma taxa de 5°C (baixa taxa) como preferível para aquecer uniformemente a amostra. O controle preciso da taxa de aquecimento é essencial; quando a temperatura aumenta rapidamente, por exemplo, a 40°C/min, ocorrem grandes rachaduras em toda a massa de vidro. Por outro lado, uma taxa de aquecimento excessivamente lenta também é indesejável, pois um aquecimento isotérmico prolongado em altas temperaturas pode resultar na geração prematura de gases, antes mesmo da

sinterização do pó de vidro. Geralmente, taxas de aquecimento de 5-10°C/min não apresentam problemas significativos (Scheffler; Colombo, 2005).

- Temperatura de queima

A formação da espuma vítrea é influenciada por diversos parâmetros, sendo a temperatura de decomposição ou reação dos agentes espumantes um dos mais críticos, devendo estar adequada à viscosidade do vidro utilizado. O vidro precisa sinterizar antes da liberação do gás do agente espumante. Para reter o gás, é necessário que os agentes espumantes se decomponham antes que a viscosidade do vidro se torne muito baixa. Assim, a temperatura desempenha um papel crucial e deve ser ajustada de acordo com as diferentes composições de vidro (Ostergaard, 2019). Além disso, o vidro deve possuir uma viscosidade suficiente para evitar que as bolhas de gás escapem durante o ciclo térmico (Pokorny *et al.*, 2010). Geralmente, a temperatura de sinterização adequada situa-se cerca de 150°C acima da temperatura de transição vítrea (T_g) da mistura, mantendo-se suficientemente abaixo dos pontos de fusão (Sidikka *et al.*, 2022).

- Tipos de vidros

Qualquer pó de vidro pode ser convertido em espuma mediante a adição de substâncias apropriadas que produzam gases em temperaturas acima do ponto de amolecimento do vidro. A viscosidade do vidro, fortemente influenciada pela temperatura, está diretamente ligada à formação da espuma. Para otimizar o processo de formação de espuma, a faixa de viscosidade mais adequada é de 10^5 a 10^3 Pa.s para um vidro sodo-cálcico padrão, o que corresponde a uma faixa de temperatura de 800 a 1000 °C (Scheffler; Colombo, 2005).

- Agentes espumantes

A formação da espuma, em geral, ocorre por decomposição térmica ou reações de oxirredução pela adição de substâncias adequadas (agentes

espumantes) ao vidro na forma de pó (Spiridonov; Orlova, 2003)

A decomposição térmica ocorre com os carbonatos metálicos, como CaCO_3 , Na_2CO_3 , MgCO_3 . A fonte de CaCO_3 e MgCO_3 comumente são como minerais calcita (CaCO_3), ou dolomita ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) ou produtos residuais como cascas de ovos ou ostras (Ostergaard, 2019). Durante o amolecimento gradual do vidro as partículas de Na_2CO_3 ou CaCO_3 se decompõem em óxido com liberação de CO_2 (gasoso). Outro sal que sofre decomposição térmica é sulfato de cálcio, CaSO_4 , gesso, sendo o gás espumante SO_2 , possui condutividade térmica inferior à do CO_2 , mas requer mais controle por ser nocivo (Scheffler; Colombo, 2005).

Teixeira *et al.* (2017), desenvolveu espumas vítreas contendo conchas de ostras como agente porogênico de porosidade entre 81 e 91%, condutividade térmica entre 0,057 e 0,077 W/m.K e resistência mecânica entre 0,7 e 2,3Mpa. O aumento da porosidade promoveu a diminuição tanto na resistência mecânica quanto na condutividade térmica.

Rangel *et al.* (2017) produziu espumas vítreas com casca de ovo como agente de expansão e obteve resultados de densidade $0,24 \text{ g/cm}^3$, resistência mecânica à compressão 1,43Mpa, condutividade térmica entre 0,131 WmK⁻¹ e 0,282 WmK⁻¹.

As reações de oxirredução, redox, ocorrem por substâncias contendo carbono, como carbono puro, carvão de silício, resíduos orgânicos. O gás liberado é principalmente CO_2 e CO. A atividade espumante é influenciada pelo tipo de carbono (coque, antracito, grafite, negro de fumo) e pela composição do vidro (teor de sulfato). Os produtos de espuma obtidos pela oxidação do carbono são geralmente de poros finos. O carvão de silício é considerado um agente de expansão muito eficaz, fornece tamanhos de células uniformes, controlados e precisos sendo empregado para a fabricação dos tipos mais importantes de espumas de vidro: blocos e formas (Scheffler; Colombo, 2005). De acordo com Ducman e colaboradores (2002) o fator mais importante na escolha de um agente expansivo é a faixa de temperatura de sua decomposição, que deve estar acima do ponto de amolecimento do vidro, mas ainda dentro da faixa em que a viscosidade é alta o suficiente para prender o gás dentro do vidro.

3.7 Aplicações das Espumas Vítreas

A porosidade é um fator crucial que influencia as propriedades das espumas. Espumas com características distintas são produzidas de acordo com o tipo e a morfologia de seus poros, o que determina suas diversas aplicações. Elas podem ser utilizadas como componentes em catálise e fotocatálise, na adsorção e separação em processos de filtragem, como biomateriais, em agregados leves na construção civil, e para isolamento acústico e térmico. (Silva *et al.*, 2019).

As espumas vítreas são predominantemente utilizadas como isolantes térmicos devido aos seus atributos de baixa densidade, baixa condutividade térmica, resistência ao congelamento, não toxicidade, não inflamabilidade e inércia química (Scheffler; Colombo, 2005). Com base na aplicação, a espuma de vidro pode atuar como isolante térmico, com predominância de poros fechados, ou como isolante acústico, com poros abertos.

3.8 Espuma como suporte de catalisadores

O interesse por materiais cerâmicos porosos vem aumentando devido às propriedades que estes materiais oferecem como alta área superficial, alta permeabilidade, baixa densidade entre outras. Essas propriedades são essenciais para aplicações tecnológicas como suportes de catalisadores, filtros, trocadores de calor, implantes porosos na área de biomateriais (Scheffler; Colombo, 2005).

Nas espumas vítreas, além do agente espumante, outro aditivo pode ser adicionado à composição (vidro/agente espumante) a fim de oferecer uma propriedade ou aplicação. Wang e colaboradores (2014) adicionou $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ como agente de fluxo e $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ como estabilizador da espuma. Bernardo *et al.* (2006)., adicionou MnO_2 como promotor de oxidação. Bento *et al.* (2013) adicionou TiO_2 como agente de reforço. Neste trabalho adicionou-se pentóxido de nióbio, Nb_2O_5 , na espuma para testar a eficiência em

degradar o corante rodamina B largamente utilizado na indústria de vestuário.

A IUPAC define fotocatalise como mudança na velocidade de uma reação química ou sua iniciação sob a ação da radiação ultravioleta, visível ou infravermelho na presença de uma substância – o fotocatalisador – que absorve luz e está envolvido na transformação química dos componentes reacionais. O pentóxido de nióbio tem sido largamente estudado como catalisador em vários tipos de reações e apresenta grande absorção de energia na região do ultravioleta (Gold book – IUPAC).

Os processos oxidativos avançados (POAs) são uma tecnologia para tratamento de efluentes, na qual, utiliza a formação de radicais livres para degradar moléculas poluidoras. Dentre os POAs, destaca-se fotocatalise heterogênea em que um semicondutor é ativado pela irradiação da luz. O princípio da fotocatalise heterogênea envolve a ativação de um semicondutor por luz solar ou artificial. A degradação de contaminantes orgânicos se baseia na formação de radicais com alto poder oxidante, $\text{OH}^\bullet$ e $\text{O}^\bullet$, catalisado por um semicondutor irradiado, capaz de promover a degradação de uma grande variedade de compostos orgânicos (Lopes *et al.*, 2015).

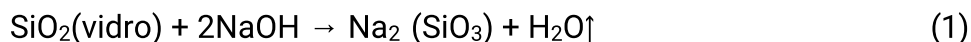
3.9 Hidróxido de sódio como agente de expansão

A soda cáustica pura é um sólido branco, quebradiço, que absorve com rapidez a umidade e o dióxido de carbono do ar. É vendida na base do teor em Na_2O e contém usualmente 76% desse óxido ou 98% de NaOH , hidróxido de sódio (Shreve, 1997). O Hidróxido de sódio é um reagente laboratorial de baixo custo geralmente presente na maioria dos laboratórios.

De acordo com Hesk e colaboradores (2015) os vidros de espuma convencionais são frequentemente espumados com carbono ou agentes a base de sulfato. Os poros são gerados devido à oxidação em caso de carbono ou devido a decomposição térmica de sulfatos e carbonatos. Estes agentes convencionais liberam gases como CO , CO_2 ou SO_2 .

Bento, 2012, usou hidróxido de sódio como agente de expansão para o processo de formação de poros na espuma cerâmica e apresentou à reação do

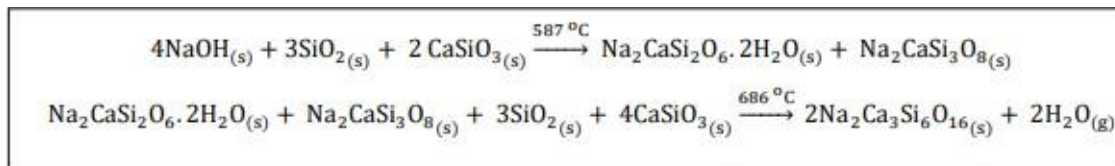
vidro moído com o álcali através da reação genérica:



Ainda de acordo com Bento (2012) o sistema é bastante complexo e não apresenta apenas a equação (1) como geradoras de poros.

Silva e colaboradores (2019) para obtenção de espuma de vidro, utilizou vidro sodo-cálcico, hidróxido de sódio e bórax pentahidratado como agente de fluxo. Segundo Silva (2019), diferente dos agentes expansores tradicionais, cujo processo de decomposição e oxirredução é bem compreendido, ainda não se sabe ao certo como o hidróxido de sódio provoca a expansão do material. Além disso, ainda não foram realizados testes para verificar se esse agente é ecologicamente correto e se não libera gases nocivos na atmosfera. Na Figura 9, Silva (2019) propôs o mecanismo reacional simplificado das reações ocorridas na composição de espuma de vidro em função da temperatura.

Figura 9: Esquema de reações proposto para representar reações ocorridas entre NaOH e resíduo de vidro em função da temperatura



Fonte: Silva, R. C. da, 2019.

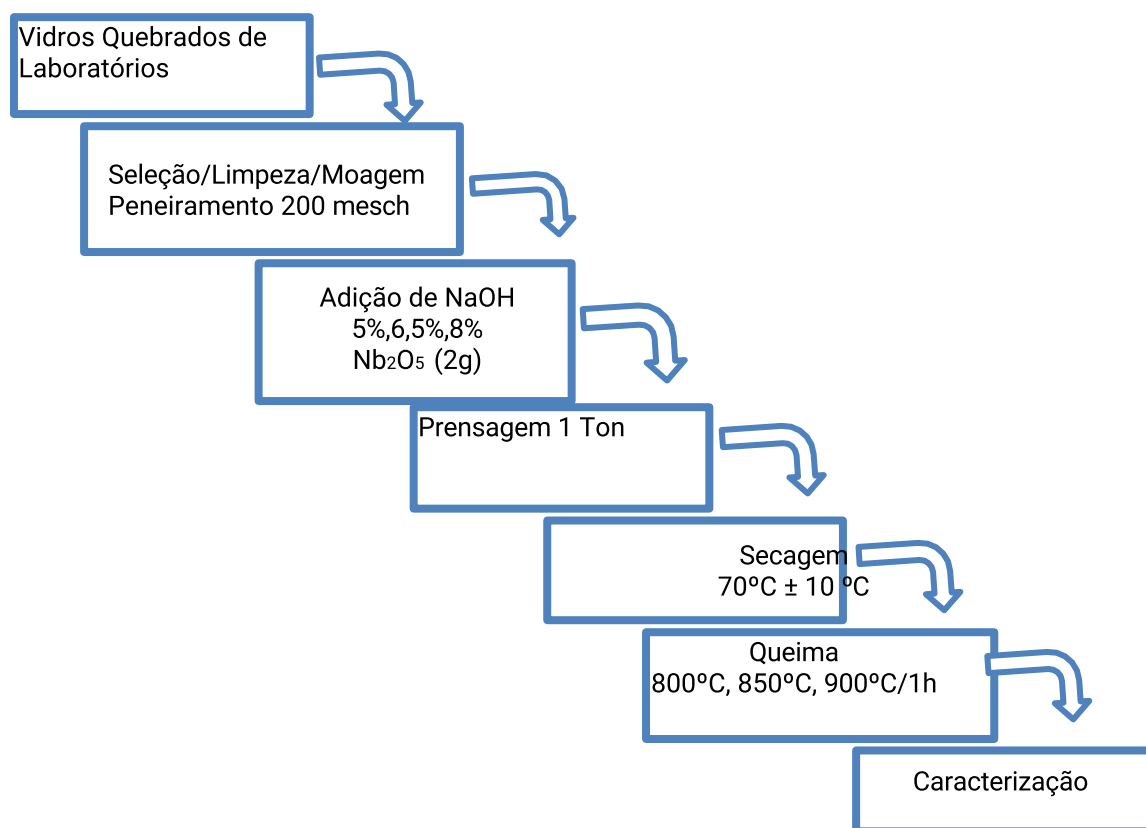
Observa-se na Reação (1) e na Figura 9 água no estado gasoso como produto da reação. Infere-se que a expansão do material ocorre devido a evaporação da água.

Porém, recentemente, Hribar e colaboradores (2023) estudaram o mecanismo de formação de espuma de vidro utilizando-se silicatos de sódio (água de vidro) como agente porogênico. De acordo com eles a maior parte da literatura considera que a formação de espuma no vidro ocorre devido a evaporação da água. No entanto Hribar *et al.* (2023) demonstraram que a formação de poros ocorre devido à decomposição dos carbonatos cuja formação é influenciada principalmente pela exposição da mistura espumante ao dióxido de carbono na atmosfera circundante.

4. Materiais e Métodos

A obtenção das espumas vítreas envolveu uma série de etapas. O fluxograma do procedimento experimental adotado neste trabalho é mostrado na Figura 10, seguido pela descrição detalhada das etapas subsequentes.

Figura 10 — Fluxograma das etapas de preparo dos corpos de prova em diferentes formulações para obtenção das espumas vítreas



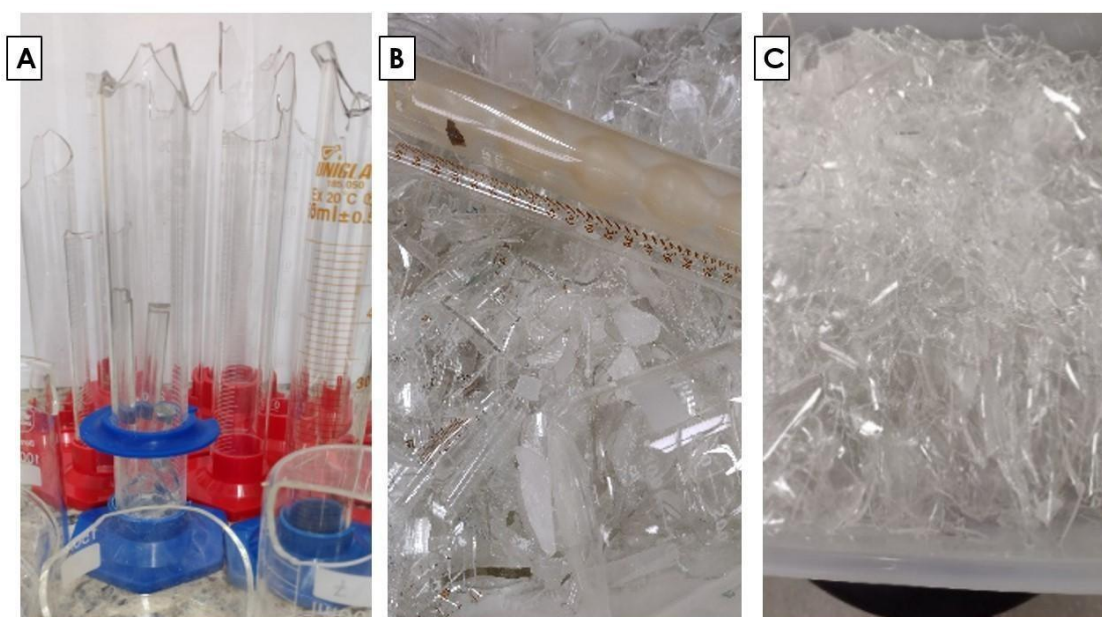
Fonte: autora

Inicialmente, foi realizada a seleção e limpeza do vidro proveniente de utensílios quebrados dos laboratórios da Universidade Federal de Pelotas — UFPel. Para este trabalho foi realizada uma pré-seleção das vidrarias quebradas não contaminadas de laboratórios da UFPel a fim de utilizar como matéria-prima. Em seguida, o vidro foi moído até atingir a granulometria desejada passando em peneira de 200 mesh.

Para induzir a formação das espumas, empregou-se hidróxido de sódio como agente espumante. A seleção foi realizada a partir do Plano de Gerenciamento de Resíduos da UFPel que de acordo com a Resolução nº306 de 07/12/2004 da Anvisa, considera vidros não contaminados os seguintes tipos: grupo E não contaminados com produtos biológicos (grupo A) e químicos (grupo B) e a limpeza dos vidros foi baseado na limpeza de vidraria comum usou-se detergente e água corrente. Os maiores foram quebrados e depois de se ter uma homogeneidade nas peças, realizou-se a limpeza.

Na Figura 11 estão representadas a fase inicial de preparação da matéria-prima, na qual os utensílios de vidro quebrados de laboratório, como provetas, béqueres, buretas, placas de Petri, entre outros, são meticulosamente lavados e fragmentados em pedaços menores com martelo antes de serem moídos em moinho de bolas.

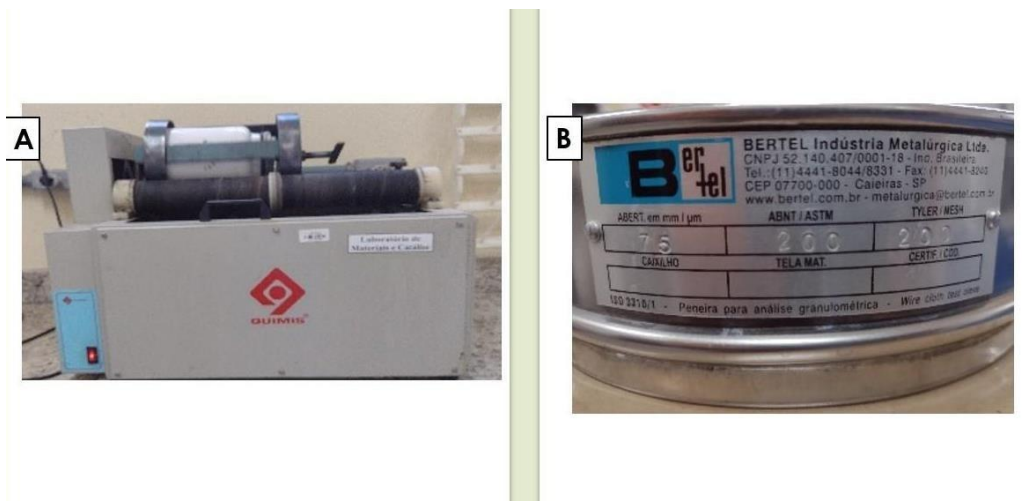
Figura 11 — Imagens dos utensílios de vidro utilizados na fase inicial de preparação da matéria-prima



Fonte: autora

O vidro foi triturado em um moinho de bolas, marca Quimis, modelo Q298- 2, por 8 horas até atingir uma granulometria que passasse por uma peneira de 200 mesh (com uma abertura de 75 μm). O vidro teve sua composição química analisada por fluorescência de Raios X.

Figura 12 — Imagens (A) moinho de bolas utilizado para a redução do tamanho das partículas de vidro e (B) a peneira utilizada para homogeneização do tamanho das partículas moídas



Fonte: autora

4.1 Preparação dos corpos de prova

Para preparação dos corpos de prova pesou-se 10 g de pó de vidro e foram adicionadas soluções de hidróxido de sódio (Dinâmica) a 1 g/ml em concentrações de 5%, 6,5%, 8% e a mistura foi agitada mecanicamente (Bento, 2012). Após testes adicionou-se gotas de água como aglutinante na mistura pó de vidro e hidróxido de sódio. A Figura 13 ilustra a consistência da mistura de pó de vidro, hidróxido de sódio e água.

Figura 13 — Imagens do processo de mistura dos componentes, agente espumante e pó de vidro, para a obtenção dos corpos de prova em diferentes formulações.



Fonte: autora

Nos corpos de prova que contêm pentóxido de nióbio comercial da Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM), adicionou-se uma quantidade fixa de 2 g de pentóxido de nióbio, representando 20%. Bento, 2012, após ensaios preliminares utilizou dióxido de titânio nesta proporção de 20% na mistura como agente de reforço. A simbologia dos corpos de prova está conforme apresentada na Tabela 2:

Tabela 2 — Simbologia dos corpos de prova e as porcentagens de vidro moído, NaOH, Nb_2O_5

Corpos de Prova	% de Vidro Moído	% de NaOH	Nb_2O_5 (g)
ev5NaOH	95,0	5%	----
ev5NaOHNb	95,0	5%	2
ev6,5NaOH	93,5	6,5%	----
ev6,5NaOHNb	93,5	6,5%	2
ev8NaOH	92,0	8%	----
ev8NaOHNb	92,0	8%	2

Fonte: autora

Em seguida as formulações foram moldadas utilizando uma prensa uniaxial manual, da marca RIBEIRO, modelo RP0003 aplicando força de aproximadamente de 1 tonelada.

As amostras ev5NaOH, ev5NaOHNb, ev6,5NaOH, ev6,5NaOHNb, ev8NaOH, ev8NaOHNb, foram obtidas utilizando molde de alumínio com dimensões de 430 mm de diâmetro por 230 mm de altura conforme Figura 14.

Figura 14: Molde de alumínio 430mm x 230mm



Fonte: autora

Depois de secas em estufa, as amostras foram submetidas à queima em um forno do tipo Mufla, marca Pechini, modelo FL 1300, em temperaturas de 800°C, 850°C e 900°C, com uma taxa de aquecimento de 10°C/min e tempo de permanência no patamar de 60 min.

4.2. Caracterização dos corpos cerâmicos

4.2.1. Difração por raios X

A caracterização da cristalinidade dos materiais precursores e corpos cerâmicos foi feita através da técnica de difração de raios X para pós, em equipamento contendo filamento de cobre com ângulo de varredura 2 teta na faixa de 5-80°, com taxa de 2°/min e voltagem de 30 kV, marca SHIMADZU modelo XRD 6000 Laboratório NOVONANO — UFPel.

4.2.2. Espectroscopia de raios X por energia dispersiva

A composição química do vidro foi analisada pela espectroscopia de raios X por energia dispersiva utilizando equipamento Shimadzu, modelo XRD 6000, Laboratório NOVONANO, Universidade Federal de Pelotas – UFPel.

4.2.3. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS)

A análise microestrutural foi realizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), marca JEOL modelo JSM – 6610LV, CEME SUL – FURG. Em conjunto com a microscopia foi realizado um ensaio de mapeamento elementar por espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS) acoplado ao microscópio.

4.2.4 Densidade real

A densidade real ou verdadeira foi medida através de picnometria de hélio, utilizando o aparelho QUANTACHROME INSTRUMENTS, modelo ULTRAPYCNOMETER 1000 (LIMAC — UEPG). Foram analisadas amostras nas composições de 5%, 6,5% e 8%, tanto com quanto sem adição de nióbio, em triplicata, totalizando dezoito (18) corpos de prova.

4.2.5. Ensaio de degradação

Testou-se, através da fotocatalise, a espuma vítrea com pentóxido de nióbio comercial como suporte de catalisador para degradação do corante rodamina B em solução aquosa. A análise foi realizada em uma caixa fechada iluminada por 6 lâmpadas UVC (15W cada lâmpada totalizando a potência de 90W) com intensidade de 254 nm. As amostras foram agitadas no escuro por 30 minutos e retirada a primeira alíquota. As lâmpadas foram acesas e retirou-se alíquotas em intervalos de 30 minutos até completar 3 horas de análise. A leitura foi realizada por espectrofotometria UV-Vis, equipamento da marca BEL modelo spectrophotometer sp 2000 uv.

5. Resultados e Discussão

5.1 Análise da composição

Após o processo de moagem, foi realizada uma análise da composição química do vidro por EDX. Verificou-se que sua composição é predominantemente à base de Si, Al e K, com pequenas concentrações de outros elementos. O componente principal identificado no vidro utilizado para a fabricação das espumas é o silício, representando aproximadamente 93,0% da composição. Vidros resistentes a choques térmicos e a ataques químicos — vidrarias de laboratório, a composição é de 96% de SiO₂ e 4% de B₂O₃ de acordo com Callister; Rethwisch, 2020.

Tabela 3 – Composição química do vidro moído por 8h em moinho de bolas

Elementos	Porcentagem ~ (%)
Si	93,00
Al	4,30
K	1,20
Ca	0,40
Zr	0,30
Fe	0,19
Co	0,06
Pb	0,04
Cu	0,03
Zn	0,02

Fonte: autora

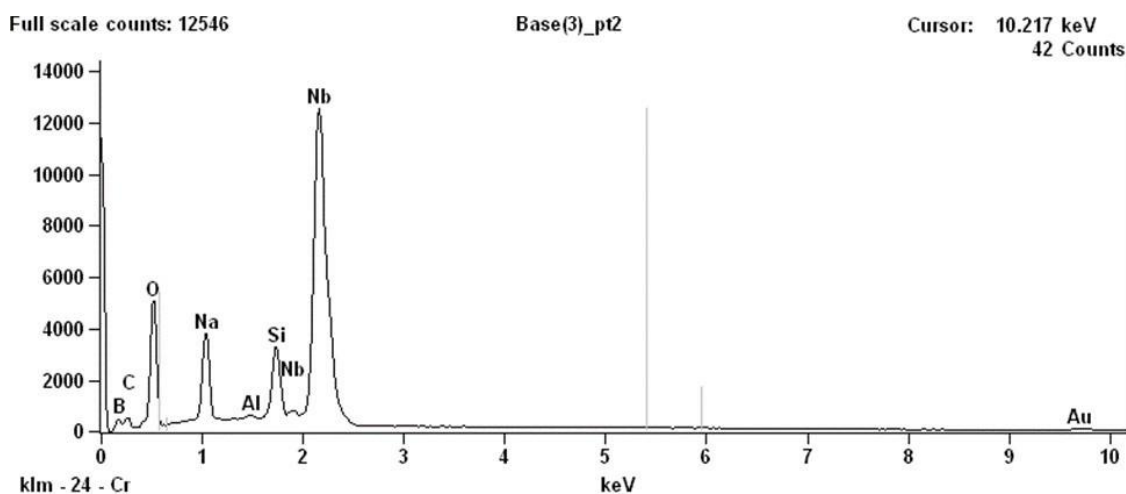
Existem diversas formulações de vidro de acordo com a aplicação, o processo de fabricação e a disponibilidade de matérias-primas. O processo industrial para produção de vidro envolve a mistura de matérias-primas sólidas cristalinas (como areia e calcário), seguida do fornecimento de energia por aquecimento até obter um banho líquido, que é então resfriado rapidamente para formar vidro à temperatura ambiente (Aekerman, 2000).

Segundo Shreve; Brink, 1997, entre os tipos comerciais de vidro, os vidros borossilicatos são conhecidos por sua alta resistência a choques térmicos e ataques químicos, o coeficiente de expansão é baixo, a resistência ao choque é elevada, entre as várias aplicações estão as travessas de cozinha

e vidraria de laboratório. Os vidros usados na produção de equipamentos de laboratório são compostos por formulações à base de silicatos, borosilicato e quartzo fundido são exemplos comuns. A composição também influencia na capacidade de resistência ao calor desses materiais.

É relevante mencionar a presença de Boro nesse material, visível na Figura 15. Embora não tenha sido detectado na análise de EDX, Tabela 3, devido às limitações desta técnica que de acordo com Conrad e Julius-Maximilians, 2007, o elemento mais leve que pode ser analisado é o berílio ($Z=4$), mas devido às limitações instrumentais e o baixo rendimento de raios X para os elementos leves, muitas vezes é difícil de quantificar elementos mais leves do que o sódio ($Z=11$). A presença do elemento boro foi confirmada nas imagens de MEV, nas quais foi aplicada a técnica de EDS, Figura 15.

Figura 15 — Elementos detectados em uma amostra ev8NaOHNb pela técnica EDS

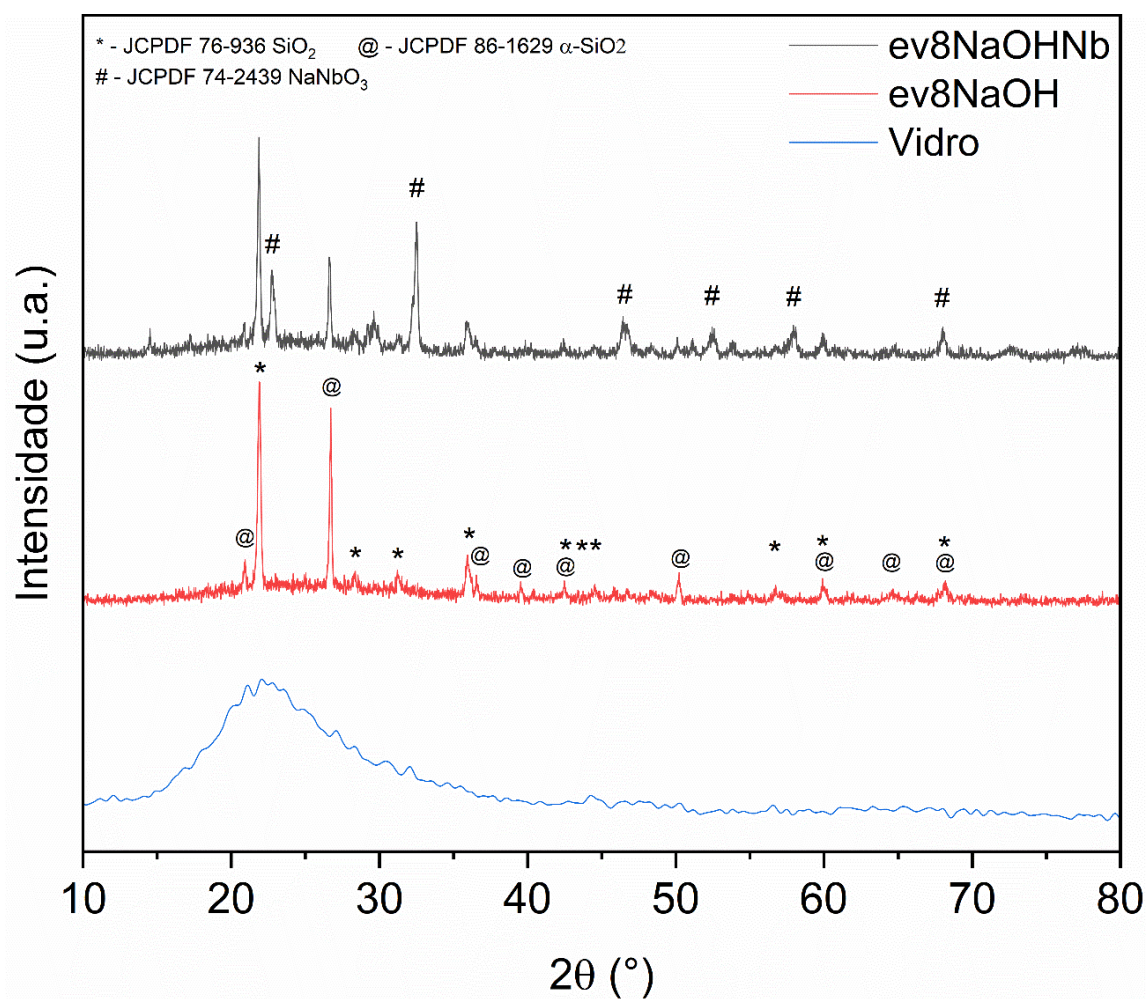


Fonte: autora

5.2 Análise estrutural via difração de raios X

Para analisar a cristalinidade do vidro empregado e da espuma obtida com agente espumante na concentração 8% sem e com pentóxido de nióbio tratados termicamente 850 °C, a Figura 16 exibe o difratograma do vidro moído, vidro e o espumante hidróxido de sódio na concentração 8%, e, a espuma nesta concentração com adição de pentóxido de nióbio.

Figura 16 - Difratograma de raios x do vidro moído e de amostras ev8NaOH e ev8NaOHNb tratadas termicamente a 850°



Fonte: autora

É possível observar no difratograma da amostra composta apenas de vidro moído uma estrutura amorfa, ou seja, tende a não mostrar picos de difração característicos de materiais cristalinos. O que se vê é uma banda de difração na região entre 20 e 30° indicando baixa cristalinidade.

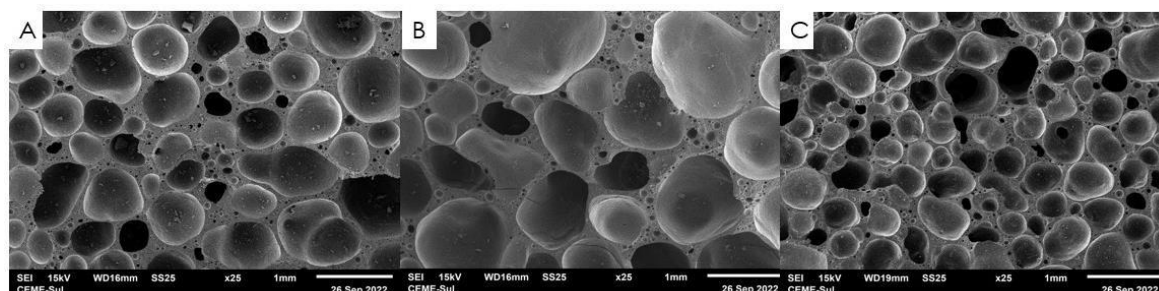
O comportamento amorfo do vidro moído indica que o material não possui uma estrutura cristalina ordenada. Na difração de raios X, isso se traduz em um padrão difuso ou a ausência de picos de difração nítidos, uma vez que não há uma organização periódica dos átomos que possa produzir reflexões cristalinas. Ainda referente aos resultados da análise do difratograma por raios-X dos CPs ev8NaOH e ev8NaOHNb verifica-se picos relacionados ao SiO₂ ficha nº 76-936, α -SiO₂ (quartzo) ficha nº 86-1629, niobato de sódio ficha nº 74-2439 identificados pela base de dados Powder Diffraction File (PDF).

A amostra ev8NaOH tratada a 850°C apresentou as fases cristalinas consistindo de SiO₂ (sílica) e α -SiO₂ (quartzo). A amostra ev8NaOHNb apresentou a fase cristalina do niobato de sódio (NaNbO₃). A presença de niobato de sódio sugere que o hidróxido de sódio reagiu quimicamente com o pentóxido de nióbio. Isto favoreceu a formação de uma estrutura cristalina com a presença de alguns picos de difração referentes ao niobato de sódio. Lopes e colaboradores (2015) relatam a síntese dos niobatos pelo método hidrotérmico do Nb₂O₅ comercial. Consiste em adicionar uma solução de KOH e tratar hidrotermicamente a 200 °C por 2 h. O KNbO₃ foi formado somente quando utilizadas concentrações de KOH acima de 6 mol/L⁻¹. Similarmente ocorreu neste tratamento térmico em que o hidróxido de sódio reagiu com o Nb₂O₅ comercial formando niobato de sódio de acordo com o difratograma (Figura 16).

5.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

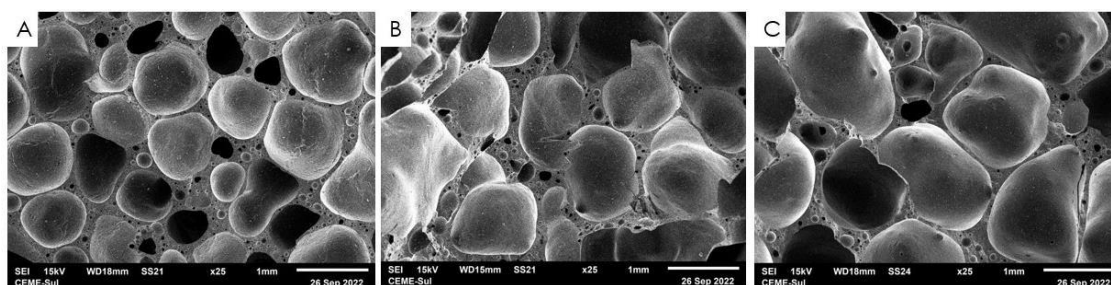
Para a análise da morfologia das espumas vítreas, foi utilizada a microscopia eletrônica de varredura. O objetivo dessa técnica é caracterizar a superfície do material, incluindo a distribuição, o tamanho e o aspecto de seus poros. Segundo Sidika *et al.* (2022), o método de sinterização de pó de vidro que utiliza agentes espumantes do tipo neutralização ou redox a faixa de temperatura aplicada é de 800°C a 1000°C. As figuras 17 e 18 mostram a mesma concentração 6,5% e 8%, respectivamente, sob diferentes tratamentos térmicos, especificamente 800°C, 850°C e 900°C.

Figura 17 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura das amostras ev6,5NaOH, ampliação 25x, (A) 800°C, (B) 850°C, (C) 900°C



Fonte: autora

Figura 18 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura das amostras ev8NaOH, ampliação 25x, (A) 800°C, (B) 850 e (C) 900°C



Fonte: autora

Comparando-se as figuras 17 e 18 observa-se que o aumento de concentração de hidróxido de sódio gerou espumas com poros maiores (Fig. 18). Isso provavelmente ocorre devido à maior quantidade de gases formados o que promove o crescimento das células e pela coalescência de poros menores. Na concentração 6,5%, Figura 17, observa-se poros maiores na temperatura de 850°C (B) e poros mais uniformes nas temperaturas 800°C e 900°C, pode ter ocorrido uma melhor homogeneização do vidro com o hidróxido de sódio no preparo dos corpos de prova em questão.

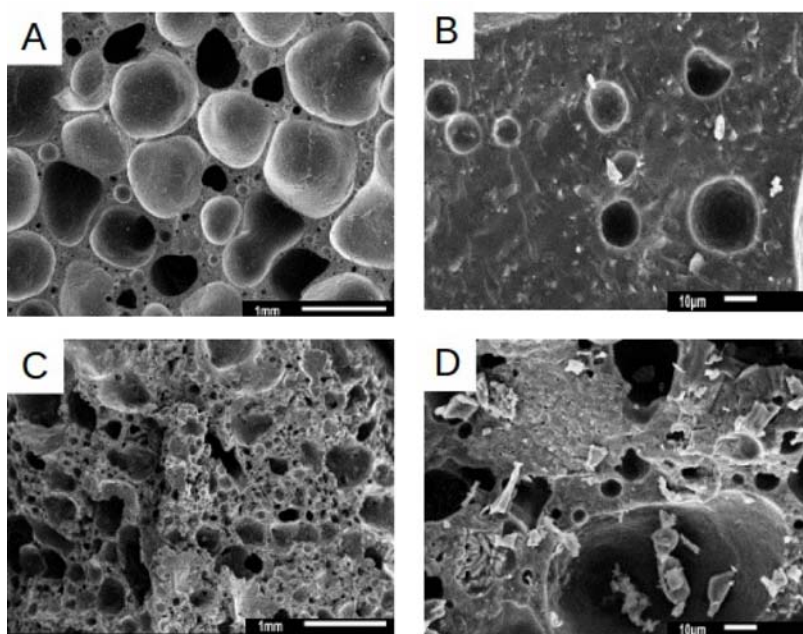
A viscosidade do vidro e a temperatura em que a espuma se forma estão diretamente interligadas. A escolha da temperatura ideal para a formação da espuma deve levar em conta dois fatores principais: a máxima estabilidade da espuma, controlada pela viscosidade; e, a estrutura celular interna, caracterizada pela regularidade na forma e no tamanho dos poros, bem como pela mínima espessura das paredes que os separam (Michel; Colombo, 2005).

De acordo com Silva, 2019, com o aumento gradual da temperatura, a viscosidade do vidro seguirá reduzindo, o que resultará em uma menor tensão superficial do material. Como consequência, a pressão exercida sobre as bolhas formadas pelo agente de expansão diminui, facilitando seu crescimento e promovendo a expansão do material, além da coalescência dos poros.

O vidro utilizado é uma mistura de utensílios de laboratório quebrados alguns possuem mais boro na sua composição como erlenmayer e bequer que são levados a aquecimento e resfriamento. Um dado importante é que o vidro borossilicato começa a amolecer cerca de 821°C e o vidro comum a 550°C (vidrado, 2010).

A Figura 19 apresenta micrografias de corpos de prova na concentração 8% com e sem nióbio e ampliação de 25x e 1000x.

Figura 19 - Imagens de microscopia eletrônica de varredura das amostras a 800°C, (A) ev8NaOH_25x (B) ev8NaOH_1000x, (C) ev8NaOHNb_25x (D) ev8NaOHNb_1000x



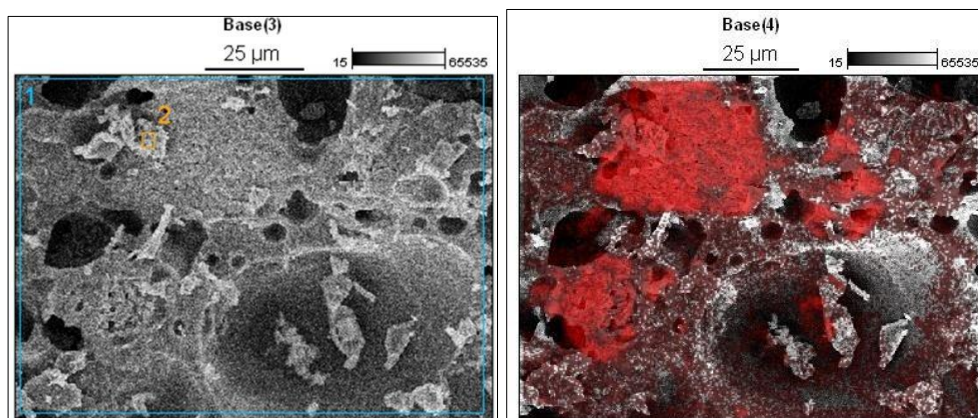
Fonte: autora

A Figura 19 apresenta a imagem da espuma sem adição de Nb_2O_5 (A e B) e imagens C e D (com adição de Nb_2O_5) comparando-se as imagens observa-se que a adição de pentóxido de nióbio diminuiu a espumação do material, obtendo-se poros menores. Provavelmente, isto ocorreu pelo fato de que a

fase sólida, vidro/ Nb_2O_5 , apresentou maior resistência à ruptura da parede durante a evolução da fase gasosa. Como resultado ocorre menor expansão volumétrica e os poros são menores. Bento e colaboradores, 2013, utilizaram TiO_2 como agente de reforço e de acordo com o autor, devido a elevada estabilidade de TiO_2 e suas fortes ligações covalentes, este óxido apresenta-se disperso na espuma vítrea para que ocorra reação com outros reagentes e é fundamental para uma estrutura mais resistente à interferência de forças mecânicas. A mesma relação pode ser feita com a adição de Nb_2O_5 , ou seja, a adição de pentóxido de nióbio aumenta a resistência mecânica. De acordo com Callister e Rethwisch, 2020, a porosidade impacta negativamente a resistência à flexão por dois motivos: diminui a área da seção transversal que suporta a carga aplicada e funciona como um ponto de concentração de tensões, enfraquecendo a estrutura do material.

A Figura 20 apresenta imagens por EDS da amostra ev8NaOHNb, tratamento 800°C , ampliação 1000x.

Figura 20 - Micrografias de espuma vítrea com pentóxido de nióbio, 8% de NaOH, 800°C , amplitude 1000x



Fonte: autora

Na Figura 20 em vermelho o mapeamento de nióbio. Observa-se uma distribuição heterogênea e alta concentração deste elemento químico (Nb) na estrutura da espuma vítrea. Esse resultado pode ter influenciado no resultado da fotocatalise. Um dos fatores que levam a concluir que esta concentração é alta para aplicação em fotocatalise está evidente na Figura 20 devido a alta

concentração dos poros bem como a alta concentração pontual na espuma vítrea de nióbio .

Silva, 2019, observou que, para obter uma espuma com uma maior quantidade de poros abertos — ideal para aplicações em catálise ou filtração — é necessário utilizar proporções mais elevadas de agente de expansão e menores proporções de agente de fluxo. Por outro lado, quando se busca uma espuma predominantemente com porosidade fechada, como as usadas em isolamento térmico, deve-se optar por menores proporções de agente de expansão. Isto corrobora a importância dos parâmetros de processamento das espumas vítreas, como por exemplo, temperatura de queima adequada à viscosidade do vidro a fim de direcionar para o objetivo do estudo.

As micrografias comprovam a eficiência do uso de hidróxido de sódio como agente porogênico mesmo em pequenas quantidades.

5.4 Densidade real

A tabela 4 apresenta os valores de composição de NaOH e densidade sem adição de nióbio e a Tabela 5 com adição de nióbio e respectivas médias.

Tabela 4 - Dados da picnometria de Hélio para amostras de espumas vítreas sem adição de nióbio

Amostra		Massa (g)	Volume (cm ³)	Densidade (g/cm ³)
ev5%NaOH	1	10,24	12,72	0,81
	2	10,10	14,70	0,69
	3	5,76	6,73	0,86
ev6,5%NaOH	1	10,48	16,86	0,62
	2	10,31	18,72	0,55
	3	10,88	17,02	0,64
ev8%NaOH	1	7,84	12,92	0,61
	2	10,57	19,06	0,55
	3	10,56	16,20	0,65

Fonte: autora

Tabela 5 - Dados da picnometria de Hélio para amostras de espumas vítreas com adição de nióbio

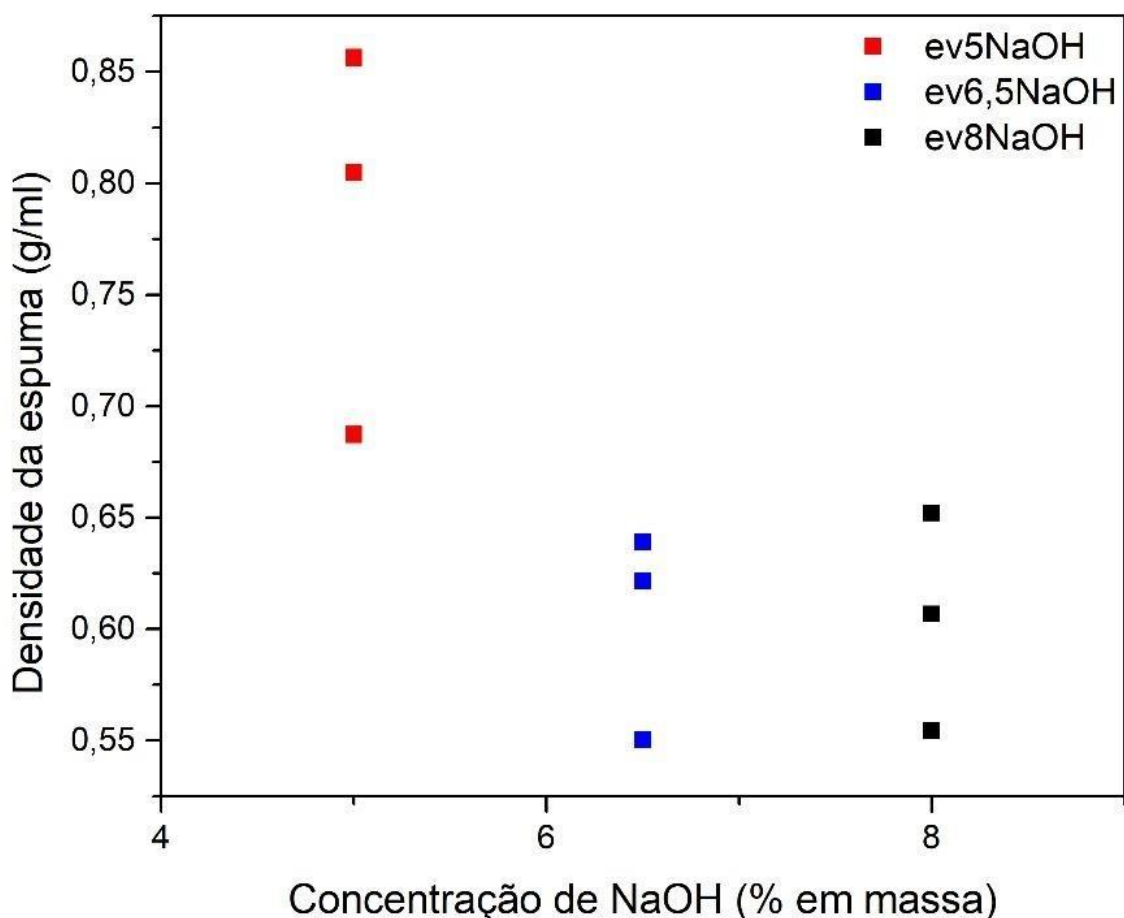
Amostra		Massa (g)	Média Volume (cm ³)	Média Densidade (g/cm ³)
ev5%NaOHNb	1	11,66	4,56	2,56
	2	12,24	5,33	2,30
	3	10,56	5,03	2,10
ev6,5%NaOHNb	1	11,88	5,36	2,22
	2	10,91	4,95	2,20
	3	12,99	5,96	2,18
ev8%NaOHNb	1	12,44	6,04	2,06
	2	12,47	6,49	1,92
	3	12,65	6,83	1,85

Fonte: autora

Para cada corpo de prova da espuma cerâmica foi realizada três leituras gerando a média apresentada nas Tabelas 4 e 5.

A partir dos resultados da Tabela 4 gerou-se um gráfico Figura 21 da média da densidade por aumento da concentração de hidróxido de sódio.

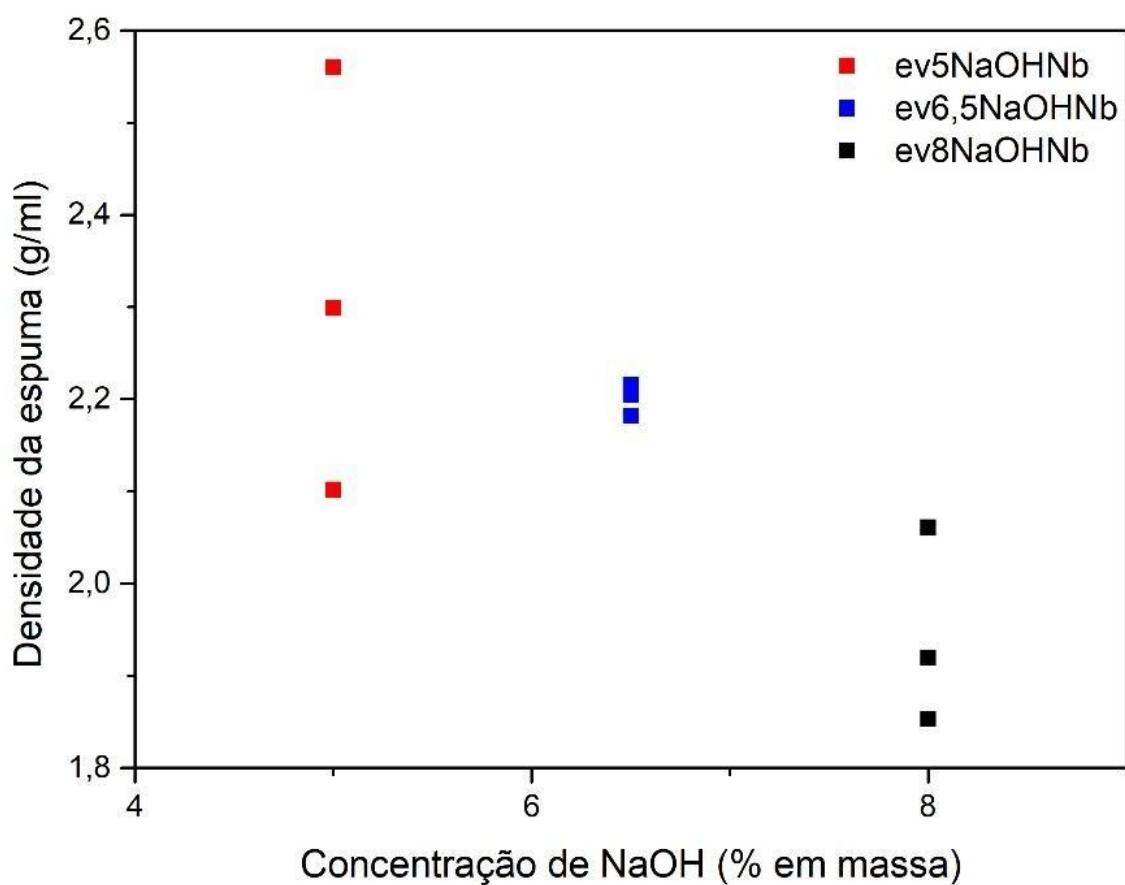
Figura 21 – Relação da densidade em função da concentração de NaOH nas espumas cerâmicas sem nióbio



Fonte: autora

O Gráfico 21 apresenta a densidade dos corpos cerâmicos em relação a concentração de NaOH. A densidade é inversamente proporcional ao volume do material. Observa-se que a densidade diminui com o aumento da concentração do agente espumante. Isto se deve a maior quantidade de gases formados ocorrendo maior expansão (maior volume). Comparando-se especificamente as amostras 6,5% e 8%, observa-se que não houve uma mudança significativa da densidade destes corpos de prova. A partir dos resultados da Tabela 5 gerou-se um gráfico Figura 22 da média da densidade por aumento da concentração de hidróxido de sódio com adição de pentóxido de nióbio comercial.

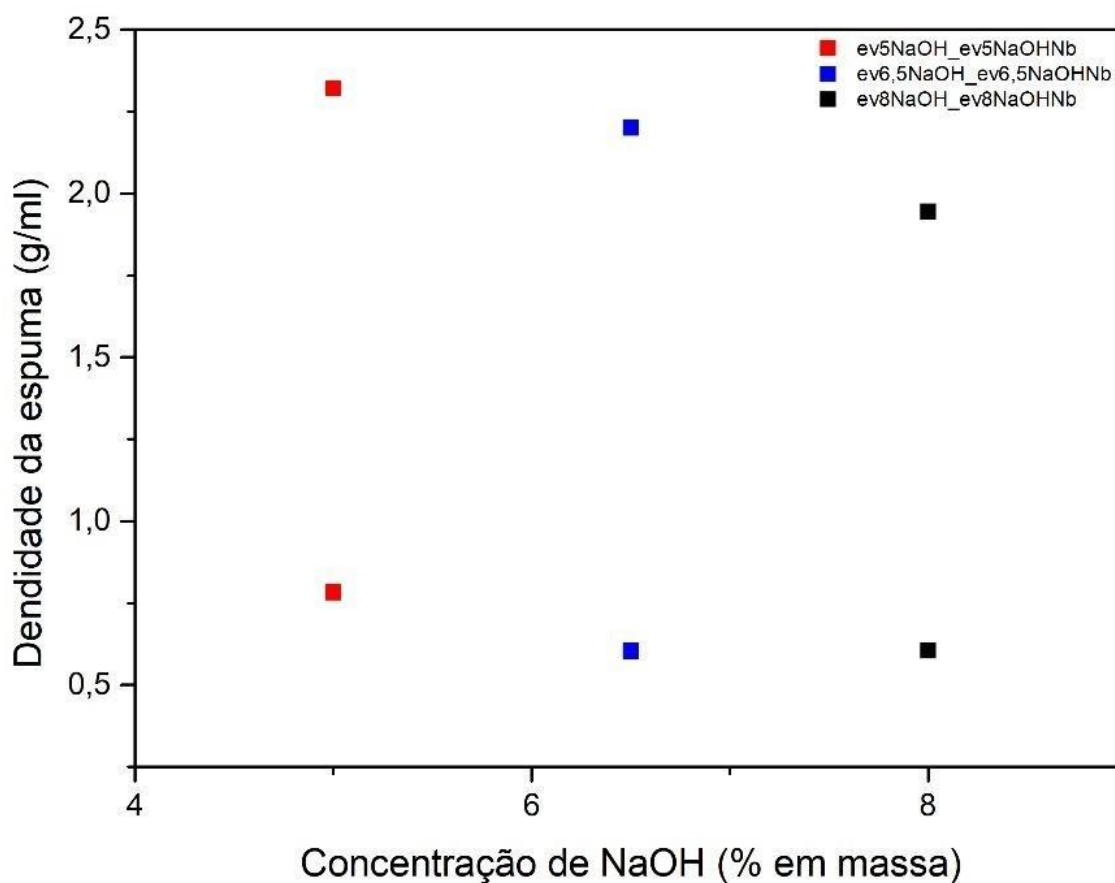
Figura 22 – Relação da densidade em função da concentração de NaOH com adição Nb_2O_5 nas espumas cerâmicas



Fonte: autora

A Figura 22 apresenta a densidade em relação à concentração de NaOH dos corpos cerâmicos com adição de pentóxido de nióbio. Observa-se que com o aumento de agente espumante reduz a densidade do material. Isto também se deve a maior quantidade de gases formados ocorrendo maior expansão (maior volume). A partir dos resultados das Tabelas 4 e 5 gerou-se o gráfico Figura 23

Figura 23 – Relação da densidade em função da concentração de NaOH sem e com adição de pentóxido de nióbio nos corpos cerâmicos



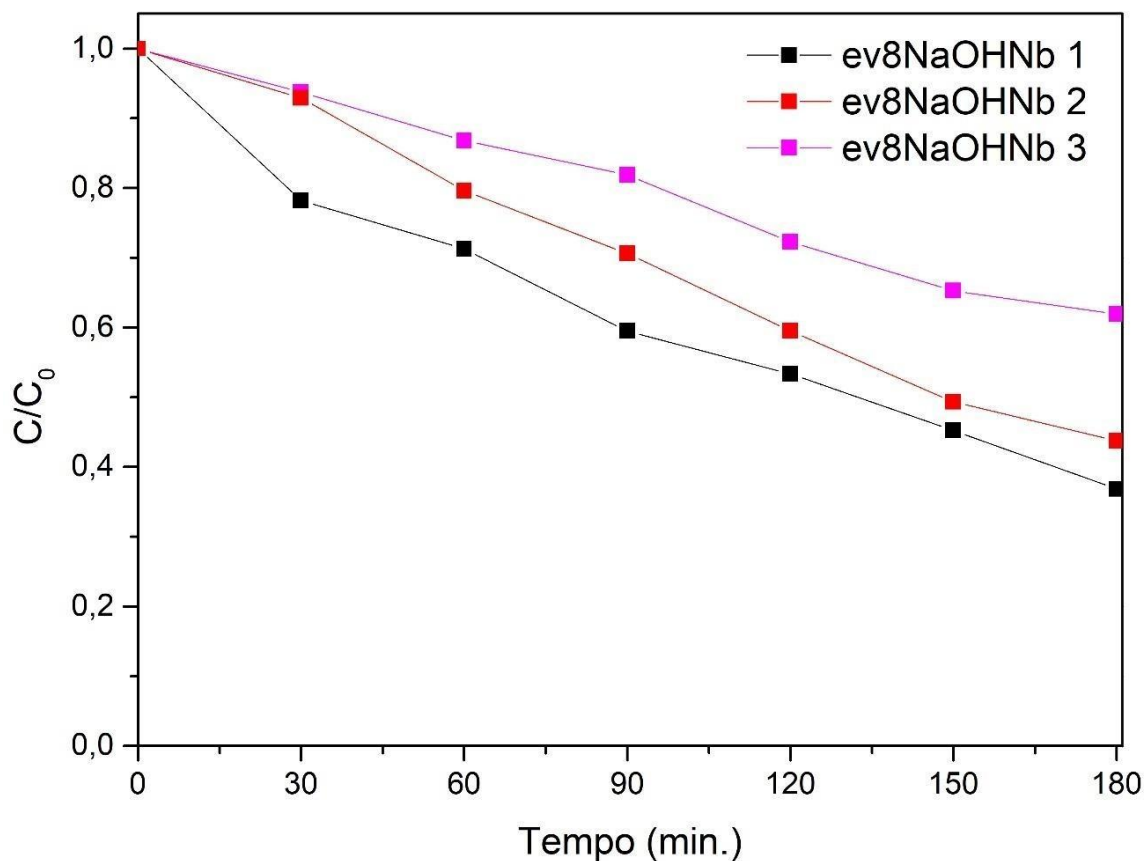
Fonte: autora

O Gráfico 23 compara a densidade dos CPs com a mesma concentração de NaOH 5%, 6,5%, 8% com e sem a adição de pentóxido de nióbio. Observa-se que em média o valor da densidade com a adição de Nb₂O₅ aumentou três vezes, como demonstra as Tabelas 4 e 5. A adição de Nb₂O₅ influenciou na formação e expansão dos gases. Provavelmente, este óxido devido a sua elevada estabilidade química controlou a formação e distribuição de poros como sugere Bento *et al.* (2012).

5.5 Ensaios de degradação

Para o ensaio de fotodegradação do corante rodamina B utilizou-se em triplicata diferentes amostras de espuma com adição de pentóxido de nióbio e testou-se com o menor tratamento térmico (800°C).

Figura 24 — Desempenho da atividade fotocatalítica na descoloração da rodamina B da amostra ev8NaOHNb 800°C



Fonte: autora

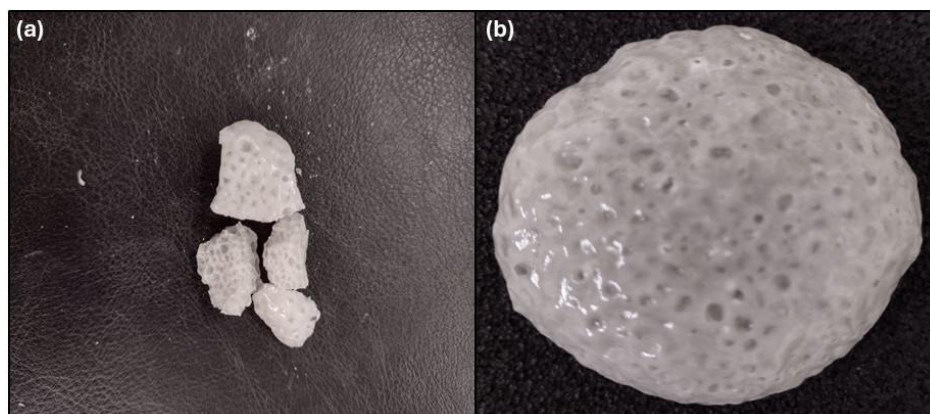
Na Figura 24 apresentam-se as curvas da variação da concentração de corante versus o tempo de exposição a luz. Observa-se que o perfil de decréscimo da concentração do corante é linear com o tempo nas três amostras. Existe uma redução levemente acentuada na concentração em torno de 20% nos primeiros 30 min, indicando um processo de maior interação com o material. Após 180 min de exposição à luz ultravioleta a contribuição do nióbio no processo de descoloração do corante foi reduzida. Esse fato é percebido pelo motivo que em aproximadamente 63% da solução sofreu a descoloração. A contribuição do nióbio na descoloração das espumas analisadas foi menor quando comparado aos resultados da literatura, Ucker e colaboradores, 2021, observaram esse processo utilizando uma bucha vegetal e os resultados com a presença de nióbio demonstraram uma descoloração de 80% em 10 min.

Provavelmente o fato de as espumas vítreas com adição de Nb_2O_5 , em

grande concentração (20%), e após tratamento térmico ocorreu reação com hidróxido de sódio formando niobato de sódio, conforme Figura 16, e também terem apresentado uma expansão inferior que as espumas vítreas sem nióbio. Todos esses fatores resultou em menor formação de poros diminuindo assim a quantidades de sítios ativos na superfície ativa do material. O resultado da fotodegradação demonstrou, também, que não houve a formação de radicais livres com poder oxidante, $\text{OH}^\cdot$ e $\text{O}_2^\cdot$, capaz de promover a degradação do corante rodamina B.

A Figura 25 apresenta imagens de seções e completa da espuma vítrea produzida com 8% de NaOH, após sinterização a 850°C por 60 minutos.

Figura 25 - Imagens de seções e completa da espuma vítrea produzida com 8% de NaOH, após sinterização a 850°C por 60 minutos



Fonte: autora

A Figura 25 exibe a espuma de vidro obtida com o maior percentual utilizado de hidróxido de sódio (8%). Os corpos de prova inicialmente tinham 4,0 cm de diâmetro e 0,6 cm de altura, após o processo de sinterização, eles aumentaram para 4,8 cm de diâmetro e 0,8 cm de altura, representando um aumento de cerca de 20 %.

A Figura 26 apresenta o aumento de poros na superfície da espuma com o aumento de percentuais de agente espumante.

Figura 26 – Imagens espumas vítreas da esquerda para direita com adição de 5%, 6,5%, 8%, 9% de hidróxido de sódio tratados a 850°C



Fonte: autora

As imagens — Figura 26 - destacam a estrutura porosa e homogênea formada durante o processo térmico, durante a ação do agente espumante. Observa-se na superfície dos corpos de prova um crescimento gradativo da formação de poros resultantes do processo de expansão com hidróxido de sódio.

6 CONCLUSÃO

Conclui-se que a produção de espumas vítreas a partir de resíduos de vidro de laboratório é uma alternativa viável para a reutilização de materiais, transformando-os em corpos cerâmicos porosos. O uso de hidróxido de sódio mostrou-se eficaz, mesmo em baixas concentrações, para promover a formação de espumas vítreas, e o ensaio de densidade aparente por picnometria de hélio indicou que o aumento da concentração de NaOH favorece a expansão do corpo cerâmico, resultando em uma densidade reduzida. No entanto, a higroscopicidade do hidróxido de sódio dificultou a sua homogeneização no corpo de prova. O comportamento das espumas com Nb_2O_5 no processo de descoloração do corante foi inferior ao esperado, provavelmente devido à reação do pentóxido de nióbio com hidróxido de sódio formando o niobato de sódio, praticamente sem atividade catalítica e eficiência de descoloração ao longo do tempo. Assim, o estudo demonstra o potencial de aplicação de espumas vítreas para diferentes finalidades, tais como: isolamento térmico, isolamento acústico, suporte de catalisador, filtros, mas destaca a necessidade de aprimorar a distribuição do nióbio e as condições de sinterização para otimizar a atividade fotocatalítica e a eficiência na degradação de poluentes. Assim, o estudo aponta o potencial das espumas de vidro residual para diferentes aplicações, mas sugere ajustes na incorporação de Nb_2O_5 e na técnica de sinterização para melhorar a homogeneidade e a eficiência no uso como suporte fotocatalítico para degradação de poluentes.

7 Sugestões para trabalhos futuros

Como sugestões de trabalhos futuros:

- Utilizar outros agentes espumantes a base de carbonato de cálcio e sulfato de cálcio tal como gesso;
- Testar a resistência mecânica dos corpos de prova;
- Utilizar outra metodologia na adição do P_2O_5 para testar a degradação do corante Rodamina B;
- Testar outra substância na espuma como suporte de catalisador para degradação de corantes.

8 REFERENCIAS

ABIVIDRO. <https://epuroevidro.com/guia-tecnico-de-reciclagem-do-vidro/>
Abividro-Guia-Reciclagem-do-Vidro.pdf. Acesso em: 04 abr. 2023.

AKERMAN, M. **Natureza, Estrutura e Propriedades do Vidro**, CETEV - Centro Técnico de elaboração do Vidro, Saint Gobain Vidros BRASIL, 2000.

ANDRADE, Felipe Holtz de. **Síntese e caracterização de espuma de vidro dopada com pentóxido de nióbio**. 2015. 57 f. Dissertação (mestrado) — Curso de Engenharia e Ciência de Materiais, Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2015.

BENTO, André César. **Síntese e caracterização de espumas vítreas contendo TiO₂ e utilizando hidróxido de sódio como agente espumante**. 2012. 46 f. Dissertação (mestrado) — Curso de Engenharia e Ciência de Materiais, Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2012.

BENTO, A. C.; KUBASKI, E.T.; SEQUINEL, T.; PIANARO, S. A.; VARELA, J. A.; TEBCHERANI, S. M. Glass foam of macroporosity using glass waste and sodium hydroxide as the foaming agent. **CERAMICS INTERNATIONAL**, v. 39, n. 3, p. 2423-2430, 2013.

BERNARDO, E., CEDRO, R., FLOREAN, M., HREGLICH, S., Reutilization and stabilization of wastes by the production of glass foams. **CERAMICS INTERNATIONAL**, vol. 33, p. 963-968, 2007.

BRASIL. **Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010**. Institui a Política Nacional de Resíduos Sólidos (PNRS). Brasília: presidência da República, 2010. Disponível em:

https://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2007-2010/2010/lei/l12305.htm.

Acesso em: 19 jan. 2024.

BRASIL. **Decreto nº 11.300 de 21 de dezembro de 2022**. Regulamenta o § 2º do art. 32 e o § 1º do art. 33 da Lei nº 12.305, de 2 de agosto de 2010, e institui o sistema de logística reversa de embalagens de vidro. Brasília: Presidência da República, 2022. Acesso em 19 jan. 2024. Disponível em: https://www.planalto.gov.br/ccivil_03/_ato2019-2022/2022/decreto/D11300.htm. Acesso em: 19 jan. 2024.

BUNDE, Armin; FUNKE, Klaus; INSGRAM, Malcolm. Ionic glass: history and challenges. **Solid State Ionics**, v. 105, p. 1-13, 1998.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G., **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**. LTC. Rio de Janeiro. ed. 2020.

CEMPRE. Compromisso Empresarial Para Reciclagem. Disponível em: <https://cempre.org.br/taxas-de-reciclagem/>. Acesso em 04 jan. 2024.

CONRAD, W.; JULIUS-MAXIMILIANS, U. B. Fundamentos teóricos da técnica de análise espectrométrica por fluorescência de raios-x. **Manual ARL9900**, n. 1896, p. 15, 2007.

DIVINALVIDROS. Disponível em: www.divinalvidros.com.br. Acesso em: 22 maio 2023.

DUARTE I., PEIXINHO N., ANDRADE-CAMPOS A., VALENTE R.. **Cellular Materials: Structural Behaviour, Modelling and Characterisation**.
© Universidade de Aveiro, Aveiro, 2017.

DUCMAN, V., KOVACEVIC, M. The foaming of waste glass. **Key Engineering Materials**, v. 132-136, p. 2264-2267, 1997.

DUCMAN, V.; NOVIC, A. M.; SUPT, J. S. Lightweight aggregate based on waste glass and its alkali-silica reactivity. **Cement and Concrete Research**, V. 32, P. 223-226, 2002.

EDIGER, M.D.; ANGEL, C. A.; NAGEL, S. R. Supercooled liquids and glasses. **The Journal of Physical Chemistry**, American Chemical Society (ACS), v. 100, n. 31, p. 13200-13212, jan. 1996.

EURECICLO. Reciclagem do vidro no Brasil: Desafios, oportunidades e iniciativas. ebook-reciclagem-do-vidro.pdf. Disponível em: <https://info.eureciclo.com.br/reciclagem-vidro-brasil>. Acesso em: 05 jan. 2023.

GIBSON, Lorna. J.; ASHBY, Michael. F. **Cellular Solids Structure and Properties -Second edition**. Cambridge University, 1997.

GOLD BOOK - IUPAC Disponível em: <https://goldbook.iupac.org/terms/view/P04580>, acesso em: 04 fev. 2024

HAN, Y; CHOI, J; KIM, H-S; KIM, H; PARK, J. Control of pore and window size of ceramic foams with tri-modal pore structure: Influence of agar concentration. **Materials Letters**, v.110, p. 256-259, 2013.

HESKY, D.; ANEZIRES, C. G.; GROB U.; HORN A. Water and waterglass mixtures for foam glass production. **Ceramics International**. v.41, p.12604- 12613, 2013.

HRIBAR, U; OSTERGAARD, M. B.; IVERSEN, N; SPREITZER, M; KONING, J. The mechanism of glass foaming with water glass. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 600, p. 122025, 2023.

ISOLEX. Disponível em: <https://www.isolex.com.br/isolamento-termico/foamglas/>. Acesso em: 23 set. 2023.

KETOV, A. A. An experience of reuse of glass cullet for production of foam structure material. **International Symposium. Recycling and reuse of glass cullet**. University of Dundee. Russia. 2001.

KÖNIG, J., PETERSEN, R. R.; YUE, Y. Influence of the glass-calcium carbonate mixture's characteristics on the foaming process and the properties of the foam glass. **Journal of European Ceramic Society**, v. 34, p. 1591-1598, 2014.

KONIG, J.; LOPEZ-GIL, A.; CIMAVILLA-ROMAN, P.; RODRIGUEZ-PEREZ, M. A.; PETERSEN, R. R.; OSTERGAARD, M. B.; IVERSEN, N.; YUE, Y;

SPREITZER, M. Synthesis and properties of open-and closed-porous foamed glass with a low density. **Construction and Building Materials**. v. 247, p. 118574, 2020.

LOPES, F. O.; MENDONÇA, V. R. de; SILVA, F. B. F.; PARIS, E. C.; RIBEIRO, C. Óxidos de Nióbio: uma visão sobre a síntese do Nb₂O₅ e sua aplicação em fotocatalise heterogênea. **Quím. Nova**. V. 38, p. 106-117, 2015.

LOWELL, S.; SHIELDS, Joan E.; THOMAS, Martin A.; THOMMES, Matthias. Characterization of Porous Solids and Powders: Surface Area, Pore Size and Density. Springer Science+Business Media, LLC. New York. 2004.

MANEVICH, V. E.; SUBBOTIN, K., Yu. Foam Glass and Problems of Energy Conservation. **Glass and Ceramics**. Vol. 65, p. 105-108, 2008.

MEIER, M. **Nonmetallic solid foams: a non exhaustive overview**. Foam Group, Germany, p.1-11, 2005. Disponível em: https://www.kfki.hu/anyagokvilaga/tartalom/2005/jan/02_Meier.pdf. Acesso em: 19 jul. 2022.

ØSTERGAARD, M. B. **Preparation and characteristics of glass foam**. 2019. 62 f. Dissertation — Department of chemistry and Bioscience, Faculty of Engineering and Science, Aalborg University, Denmark, 2019.

OWOEYE, S. S., MATTHEW, G. O.; OVIENMHANDA, F. O.; TUNMLAYO, S. O. Preparation and characterization of foam glass from waste container glasses and water glass for application in thermal insulations. **Ceramics International**. v. 46, p.11770-11775, 2020.

PAULA, P. N. de; RINK, J. Resíduos Laboratoriais – Reciclagem de Frascos de Vidro Vazios de Reagentes/Solventes. **REVISTA ENGENHO**, vol. 6, p. 50-61, setembro 2012.

POKORNY, A; VICENZI, J; BERGMANN, C. P. Influence of Heating Rate on the Microstructure of Glass Foams. **Waste Management & Research** (iswa), v. 1, p. 1-8, 2010.

RANGEL, E. M.; MACHADO, F. M., de Melo, C. C. N., de Oliveira Carvalho, C.; Osório, A. G. PRODUÇÃO DE ESPUMAS VÍTREAS DE BAIXO IMPACTO AMBIENTAL. **Revista Brasileira de Engenharia e Sustentabilidade**, v. 3, n. 1, p. 1-6, 2017.

RECICLA SAMPA. <https://www.reciclasampa.com.br/artigo/ambipar-vai-investir-pesado-em-reciclagem-de-vidro>. Acesso em 04 jan. de 2024.

RESOLUÇÃO RDC Nº 306, de 7 de dezembro de 2004. Dispõe sobre o Regulamento Técnico para o gerenciamento de resíduos de serviços de saúde. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária-ANVISA. Disponível em: https://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2004/res0306_07_12_2004.html. Acesso em: 16 set. 2024.

ROUQUEROL, J.; AVNIR, D.; FAIRBRIDGE, C. W.; EVERETT, D. H.; HAYNES, J. H.; PERNICONE, N.; RAMSAY, J. D. F.; SING, K. S. W.; UNGER, K. K. Recommendations for the characterization of porous solids (Technical Report). Pure and Applied chemistry, v. 66, n. 8, p. 1739-1758, 1994.

SANTOS, A. V.; VIANA, M. M.; MEDEIROS, F. H. A.; MOHALLEM, N. D. S. O. Incrível Mundo dos Materiais Porosos — Características, Propriedades e aplicações. **Química nova na escola**. V. 38, n 1, p. 4-11, 2016.

SASMAL, N.; G. MRINMOY, G; KARMAKAR, B. Preparation and characterization of novel foamed porous glass-ceramics. **Materials Characterization**, v. 103, p.90-100, 2015.

SILVA, Robson Couto da. **Desenvolvimento de espumas para isolamento térmico a partir de resíduos de vidro e hidróxido de sódio**. 2019. 105 f. Tese (Doutorado) — Curso de Engenharia e Ciência de Materiais, Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2019.

SILVA, R. C. da; KUBASKI, E. T.; TENORIO-NETO, E. T.; LIMA-TENORIO, M. K.; TEBCHERANI, S. M. Foam glass using sodium hydroxide as foaming agent: Study on the reaction mechanism in soda-lime glass matrix. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 511, p. 177-182, 2019.

SILVA, R. C. da; PUGLIERI, F. N.; CHIROLI, D. M. de G.; BARTMEYER, G. A.; KUBASKI, E. T.; TEBCHERANI, S. M. Recycling of glass waste into foam glass boards: A comparison of cradle-to-gate life cycles of boards with different foaming agents. **Science of the Total Environment**, v. 771, p. 145276, 2021.

SCARINCI, G., BRUSATIN, G.; BERNARDO, E. Glass Foams. In: **Cellular Ceramics: Structure, manufacturing, properties and applications**. Editora WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, p.158-176. 2005.

SCHEFFLER, M.; COLOMBO, P. **Cellular ceramics: structure, manufacturing, properties and applications**. Editora: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2005.

SCHOLZE, Horst. **Glass Nature, Structure, and Properties**. 1. ed. New York. Springer-Verlag. 1991.

SHREVE, R. N.; BRINK JR, J. A. **Indústrias de Processos Químicos**. 4. ed. Rio de Janeiro. Guanabara. 1997.

SIDDIKA, A.; HAJIMOHAMMADI, A.; SAHAJWALLA, V. Powder sintering and gel casting methods in making glass foam using waste glass: A review on parameters, performance, and challenges. **Ceramics International**. v. 48, p. 1494-1511, 2022.

SPIRIDIDONOV, Y. A.; ORLOVA, L. A. Problems of foam glass production. **Glass and ceramics**. V. 60, n. 9, p. 313-314, 2003.

SUÇUARAMA, Monik da Silveira. Reciclagem de vidro. **InfoEscola navegando e aprendendo**. Disponível em: <https://www.infoescola.com/ecologia/reciclagem-de-vidro/> . Acesso em: 20 jun. 2024.

TEIXEIRA, T. B.; MAIA, B. G. de O.; ARCARO, S.; SELLIN, N.; OLIVEIRA, A. P. N. de. Produção e caracterização de espumas vitrocrystalinas a partir de resíduos sólidos. **Matéria**. V. 22, n. 4, 2017.

VIDRADO. Vidro borossilicato, história e suas características, 2010. Disponível em: <https://vidrado.com/noticias/historia/vidro-borossilicato-historia-e-suas-caracteristicas-2/>, acesso em 11 fev 2025.

ÜCHER, C. L.; GOETZKE, V.; ALMEIDA, S. R.; MOREIRA, E. C.; FERRER M. M.; JARDIM, P. L. G.; MOREIRA, M. L.; RAUBACH, C. W.; CAVA, S. Photocatalytic degradation of rhodamine B using Nb₂O₅ synthesized with different niobium precursors: Factorial design of experiments. **Ceramics International**. v. 47 p. 20570-20578, 2021.

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO. Instituto de Química. **Manual de Segurança**. USP. 2004. Disponível em: [https://www.iq.usp.br/portaliqusp/sites/default/files/anexos/Manual%20de%20se guranc%CC%A7a_2004.pdf](https://www.iq.usp.br/portaliqusp/sites/default/files/anexos/Manual%20de%20seguranc%CC%A7a_2004.pdf). Acesso em: 14 jan 2020.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS. **Cartilha para o Manejo Interno de Resíduos sólidos**. Núcleo de Planejamento Ambiental. UFPEL, 2020. Disponível em: <https://wp.ufpel.edu.br/npa/files/2020/06/NPA-CDPD-PROPLAN- CARTILHA-MANEJO-INTERNO-RESIDUOS-SOLIDOS-UFPEL-2020.pdf>. Acesso em: 07 mar 2024.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PELOTAS. **Manual de Gerenciamento de Resíduos Perigosos na UFPEL. Normas e Procedimentos Gerais**. Núcleo de Planejamento Ambiental, 2017. Disponível em: <https://wp.ufpel.edu.br/npa/files/2018/04/MANUAL-GRP-vers%C3%A3o-final-para-o-site.pdf> . Acesso: 09 jan 2021.

WANG, H; FENG, K; ZHOU, Y; SUN, Q; SHI, H. Effects of de Na₂B₄O₇.5H₂O on the properties of foam glass from waste glass and titania-bearing blast furnace slog. **Materials Letters**. v. 132, p. 176-178, 2014.

ZHAI, C; ZHONG, Y; WANG, M; ZHANG, J; ZHAO, Y; ZHU, Y. Stabilizing the pore structures of foam glasses for improving the mechanical and physical properties at a low sintering temperature. **Materials Chemistry and Physics**. v.290, p. 126520, 2022.