

**CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**  
**CURSO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS**

INGRID ELEN PINTO E SOUZA

**CARACTERIZAÇÃO DE ESFERAS E MICROESFERAS  
DE VIDRO**

BELO HORIZONTE

2016

INGRID ELEN PINTO E SOUZA

CARACTERIZAÇÃO DE ESFERAS E MICROESFERAS DE VIDRO

Trabalho de conclusão de curso apresentado no curso de Graduação de Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial da obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais

Orientador: Wellington Lopes

BELO HORIZONTE

2016

INGRID ELEN PINTO E SOUZA

**CARACTERIZAÇÃO DE ESFERAS E MICROESFERAS DE VIDRO**

Trabalho de conclusão de curso apresentado no curso de Graduação de Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais como requisito parcial da obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais

Aprovado em: /12/2016

**BANCA EXAMINADORA**

---

**Professor Wellington Lopes**

---

**Professora Elaine Carballo Siqueira Corrêa**

---

**Professor Alexandre Rangel de Sousa**

---

**Professora Aline Bruna da Silva**

## **AGRADECIMENTOS**

A Deus, pelo dom da vida e cada graça concedida e cada lição passada;

À Maria, Virgem Santíssima, por nunca me desamparar enquanto tua filha;

A minha mãe, Salete, por ser amparo em todos os momentos de dificuldade;

A todos os meus familiares por acreditarem em mim;

Ao Thiago por cada ajuda prestada, ouvido emprestado e compreensão pelas faltas;

Aos amigos e colegas de caminhada que são os maiores entendedores das dificuldades e alegrias deste momento;

Ao meu orientador, Professor Wellington, por todo auxílio, ensinamentos e paciência dispensados;

A cada professor que me ajudou na execução deste trabalho: Professoras Roberta Viana, Aline Bruna e Elaine Corrêa e Professores Alexandre Rangel e Hermes Costa;

À empresa Sitran pela doação de material;

À empresa Vimaster pelo esclarecimento de dúvidas;

À UFMG por ter autorizado a utilização da máquina universal de ensaios;

Ao CEFET-MG, pela estrutura e oportunidade.

**“(…) Tudo é possível para quem crê”  
(Mc,9:23)**

## RESUMO

Este trabalho apresenta o estudo de caracterização de esferas e microesferas de vidro do tipo II-A, destinadas à demarcação horizontal viária. Este estudo parte da necessidade de segurança para o condutor, pois se a superfície do vidro não estiver lisa e limpa e se as microesferas possuírem excesso de defeitos de processamento que comprometam sua esfericidade, a retrorefletância (a capacidade de retransmitir luz à sua fonte, no caso os faróis e ao observador/ condutor) do vidro será comprometida.

Como as esferas e microesferas de vidro são aplicadas a tintas termoplásticas nos pavimentos, estão sujeitas a constantes meios corrosivos como: água pluvial, atmosfera marinha, gasolina e etanol dos tanques de combustível optou-se assim por simular tais condições de uso a partir do mergulho e permanência das microesferas nesses meios. Após o tempo decorrido, as amostras foram secas em estufa e levadas para caracterização química por fluorescência de raios-x (FRX), difração de raios-x (DRX), bem como análise estrutural por microscópio óptico e microscopia eletrônica de varredura (MEV). De modo adicional, fez-se ainda a avaliação da variação de massa das amostras, como um dos métodos de investigação da resistência à corrosão das amostras de microesferas de vidro. Por fim, fez-se a caracterização mecânica a partir da realização de ensaios de microdureza Vickers e compressão.

As análises químicas demonstraram que o material, em grande parte, está em conformidade com a análise fornecida pela empresa e que se trata de um material halo amorfo, isto é, não cristalino. Enquanto a análise estrutural mostrou que houve corrosão superficial no vidro, além de resíduo de líquidos utilizados, como é o caso da gasolina. As pesagens mostraram que, para quase todas as amostras, houve redução de massa. E a caracterização mecânica foi inconclusiva, pela dificuldade em desenvolver um método que seja adequado ao tamanho minimizado das esferas de vidro.

Palavras-chave: Resumo, esferas e microesferas , vidro, caracterização, corrosão.

## ABSTRACT

This work presents the characterization study of glass beads and microspheres type II-A, intended for the horizontal demarcation of the road. This study is based on the need for safety for the driver, since if the glass surface is not smooth and clean and if the microspheres have excess processing defects that compromise their sphericity, retroreflecting (the ability to retransmit light to its source, in the If the headlamps and the observer / driver) of the glass will be compromised.

As glass spheres and microspheres are applied to thermoplastic paints on floors, they are subject to constant corrosive media such as: rainwater, marine atmosphere, gasoline and ethanol from fuel tanks. We have thus chosen to simulate such conditions of use from the dive And permanence of the microspheres in these media After the elapsed time, the samples were oven dried and taken to chemical characterization by X-ray fluorescence (XRF), X-ray diffraction (XRD), as well as structural analysis by optical microscope and microscopy Scanning electronics (SEM). Additionally, the mass variation of the samples was further evaluated as one of the methods of investigating the corrosion resistance of samples of glass microspheres. Finally, the mechanical characterization was made from the Vickers microhardness tests and compression.

Chemical analyzes have demonstrated that the material is largely in accordance with the analysis provided by the company and that it is an amorphous, non-crystalline, halo material. While the structural analysis showed that there was superficial corrosion in the glass, besides residue of liquids used, as is the case of gasoline. The weighing showed that, for almost all the samples, there was mass reduction. And the mechanical characterization was inconclusive because of the difficulty in developing a method that is suitable for the minimized size of the glass beads.

Keywords: Abstract, spheres and microspheres, glass, characterization, corrosion.

## SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	10
2. OBJETIVOS.....	13
2.1 Objetivo Geral .....	13
2.2 Objetivos Específicos .....	13
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	14
3.1 Definições .....	14
3.2 Normas.....	15
3.3 Aplicações.....	17
3.3.1 Jateamento e acabamento de peças metálicas .....	17
3.3.2 Cosméticos .....	18
3.3.3 Sinalização viária .....	19
3.4 Tendências .....	20
3.5 Condições de processamento e resistência mecânica do vidro sódio-cálcico ou sodocálcico .....	21
3.6 Tratamento do vidro de microesferas para compatibilização com matriz termoplástica	23
3.6 Propriedades toxicológicas, periculosidade e resistência à ação química das esferas e microesferas de vidro .....	24
4. Materiais e métodos.....	27
4.1 Materiais .....	27
4.2 Ficha técnica do fabricante .....	27
4.3 Metodologia .....	28
4.3.1 Análise granulométrica .....	28
4.3.2 Determinação da densidade de massa .....	29
4.3.3 Procedimento experimental para verificação da resistência à corrosão em diferentes meios .....	30
4.4.1 Verificação da resistência à corrosão em água destilada .....	31
4.4.2 Verificação da resistência à corrosão sob ação do ácido clorídrico .....	32

4.4.3	Verificação da resistência à corrosão sob ação do etanol .....	33
4.4.4	Verificação da resistência à corrosão em água de chuva .....	34
4.4.5	Verificação da resistência à corrosão sob ação de água marinha.....	34
4.4.6	Verificação da resistência à corrosão sob ação de gasolina .....	35
4.4.4	Caraterização química .....	35
4.4.6	Caracterização mecânica .....	35
5.0	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	39
5.1	Análise granulométrica .....	39
5.2	Determinação da densidade de massa.....	39
5.3	Avaliação da resistência à corrosão .....	40
5.4	Caracterização química.....	41
5.5	Caracterização estrutural.....	45
5.5.1	Microscopia óptica .....	45
5.5.2	Microscopia eletrônica de varredura (MEV) .....	50
	Estudo realizado por Tournié (2008) mostra a superfície do vidro em imagens de MEV que podem ser relacionadas à crateras de corrosão/ pites. ....	53
5.5.3	Difração de raio-x (DRX) .....	53
5.5.4	Espectrometria de energia dispersiva de raios-x – (EDS).....	56
5.6	Caracterização mecânica.....	58
5.6.1	Ensaio de microdureza .....	58
5.6.2	Ensaio de compressão .....	59
6.	CONCLUSÃO.....	62
7.	REFERÊNCIAS .....	63

## 1. INTRODUÇÃO

Há 4.000 anos A.C o ser humano iniciava sua forma de sinalização através de pegadas, desenhos em rochas ou mesmo marcas nas árvores, indicando o percurso dos seres pré-históricos, bem como dos animais pelas suas pegadas. Assim, poderiam ser localizados e identificados (CASTILHO, 2009).

Segundo Moreira e Menegon (2003, apud CASTILHO, 2009, p.1), os egípcios e romanos utilizavam-se de meios como misturas de pigmentos, resinas e areias para a sinalização de estradas; pedras e cascalhos nos caminhos- a fim de manter a mão de direção- e indicações com placas até a chegada em grandes aglomerações urbanas, como Roma. Já os incas e astecas usam placas em suas estradas.

Castilho (2009, apud MORAIS, 2002, p.1) ainda relata que, com o advento dos automóveis no século XX, a necessidade de organização de ruas e rodovias tornou-se primordial, levando à criação, na Europa, do primeiro sistema regulamentador de tráfego de pedestres e automóveis: o "Motorcard Act". A partir de então a ONU (Organização das Nações Unidas) tentou, em 1950, criar um complexo de simbologia unificado para o trânsito. Mas foi em 1952 que gerou-se o Sistema Unificado de Transportes e Trânsito, unindo o sistema europeu ao americano na Sexta comissão de Transportes e comunicação da ONU- hoje vigente.

No Brasil, além do sistema unificado, são regidas algumas leis e resoluções para organizar o sistema viário. Podem ser citadas (BRASIL, 2015):

- ❖ LEI Nº 9.503, DE 23 DE SETEMBRO DE 1997, que instituiu o Código de Trânsito Brasileiro (CTB);
- ❖ Resolução CONTRAN nº 160, de 22/04/2004, que aprovou o Anexo II do CTB;
- ❖ Resolução CONTRAN nº 180, de 26 de AGOSTO DE 2005, que aprovou o Volume I- Sinalização Vertical de Regulamentação, do Manual Brasileiro de Sinalização de Trânsito;
- ❖ Resolução CONTRAN nº236, de 11 de MAIO DE 2007, que aprovou o Volume IV- Sinalização Horizontal, do Manual Brasileiro de Sinalização de Trânsito;
- ❖ Resolução CONTRAN nº243, de 22 de JUNHO DE 2007, que aprovou o Volume II- Sinalização Vertical de Advertência, do Manual Brasileiro de Sinalização de Trânsito;

As leis e resoluções, como as citadas, são de responsabilidade de órgãos e sistema legislativo federalista, além de instituições que visam normatizar o trânsito em âmbito federal e estadual. São eles (BRASIL, 2015) :

- ❖ CONTRAN (Conselho Nacional de Trânsito);
- ❖ DENATRAN (Departamento Nacional de Trânsito);
- ❖ DETRAN (Departamento de Trânsito dos Estados e do Distrito Federal);
- ❖ CETRAN/CONTRANDIFE (Conselho de Trânsito- Estados/Distrito Federal);
- ❖ PRF (Polícia Rodoviária Federal);
- ❖ DNIT (Departamento Nacional de Infra-Estrutura de Transporte);
- ❖ JARI (Junta Administrativa de Recursos de Infração);
- ❖ Polícia Militar; e
- ❖ DER (Departamento de Estradas e Rodagens).

Apesar de todos os meios para que sejam evitadas colisões (seja entre automóveis ou atropelamentos), o relatório da OMS (2015), a partir de pesquisa realizada em 180 países, afirma que 1,25 milhão de pessoas morreram desde 2007 no trânsito. Deste 1,25 milhão, o maior percentual de mortes está relacionado a países mais pobres (90% das mortes, com 54% da frota mundial), principalmente na África (aproximadamente 27 mortes para cada 100 mil habitantes). Estima-se, então, perdas econômicas de 5% no PIB desses países e, globalmente, redução de 3% do PIB.

Dentre os países estudados no relatório, no que diz respeito às leis de trânsito, constatou-se que: 105 países possuem regulamentação para o uso de cinto de segurança, 47 países delimitam a velocidade máxima em vias urbanas, 34 países têm boa legislação quanto ao uso de bebidas alcoólicas e direção, 53 outros visam a normatização do acento para crianças de acordo com idade, peso e altura. Quanto aos dados dos motociclistas, 23% deles são vítimas em vias e rodovias, chegando, entre 2010 e 2013, a um aumento de 5% (15-20%) em óbito. Pedestres correspondem a 22% das vítimas globais, enquanto ciclistas chegam a 4%.

No Brasil, ainda de acordo com o relatório deste ano da OMS, a taxa de mortes no trânsito, desde 2003, subiu de 18,7 para 23,4%, por 100 mil habitantes, totalizando, em 2012, 47mil mortes no trânsito, ainda assim o Brasil é considerado um país com leis adequadas para o trânsito, recebendo notas 6, 7 e 8 para obrigatoriedade de capacete e transporte de crianças, cinto de segurança e velocidade máxima, e proibição de álcool ao volante, respectivamente-as notas variavam de 0 a 10.

Num ranking de periculosidade no trânsito, em que participaram os 180 países, o Brasil recebeu a 56<sup>a</sup> posição, nas Américas, a 3<sup>a</sup>, ficando atrás apenas da República Dominicana e Belize, segundo o relatório de 2015 da OMS.

De acordo com o site Vias-Seguras (2012), um acidente de trânsito deve ser analisado individualmente, analisando-se suas causas e criando um sistema como banco de dados para melhorar e facilitar a resolução de futuros casos. Neste âmbito, aplicam-se controle no que diz respeito ao(s) veículo(s) envolvido(s), condutor(s), condições da rodovia e circunstâncias do acidente (clima, por exemplo).

Em 2009 o mesmo site, Vias-Seguras, analisa de maneira direta como a infra-estrutura de um local pode afetar no combate a acidentes de trânsito, passando pela restauração da sinalização vertical, limites de velocidade, restauração da sinalização horizontal, remanejamento de interseções, rotatórias, trevos sem interseção em nível, defensas metálicas no canteiro central, muro separador, defensas metálicas laterais, passarelas para travessias de pedestres, remanejamento de acessos, vias marginais, remanejamento de acostamentos, refúgios para paradas de ônibus, ciclovias e iluminação pública em travessias de zonas urbanas ou em curso de urbanização.

Para Branco (1999), as informações recebidas pelo condutor são visuais, logo, a sinalização horizontal é uma das formas mais eficazes- uma vez que a maior parte do tempo ele estará atento ao pavimento da rodovia- de notificar os motoristas, a fim de evitar acidentes, devendo, então, serem mantidas em bom estado de conservação. Este tipo de sinalização deve ser visualizado independentemente do clima, dia ou noite e da faixa etária do condutor, pois quanto mais velho, mais difícil para enxergar a via e menor a capacidade de reação. Assim, para o anteriormente citado autor, são utilizados artifícios como tintas, geralmente branca e amarela, que promoverão maior visibilidade do condutor. Porém, são adicionadas microesferas de vidro à tinta, como 40% da sua superfície submersa, para retro-reflexibilidade na via, como representado na figura 1. Entretanto, de acordo com Branco (2009), a retro-reflexibilidade é alterada com a abrasão, situação climática e acúmulo de sujeira.

**Figura 1: Retro-reflexibilidade oferecida pelas microesferas e esferas de vidro em um carro.**



Fonte: BRANCO, 2009

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo Geral**

O objetivo deste trabalho foi caracterizar mecânica, microestruturalmente e por resistência à corrosão esferas e microesferas de vidro do tipo II-A.

### **2.2 Objetivos Específicos**

- a) Caracterizar mecanicamente as microesferas de vidro por ensaios de compressão e de microdureza Vickers;
- b) Caracterizar dimensionalmente as microesferas de vidro por peneiramento convencional e por microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- c) Caracterizar estruturalmente as microesferas de vidro por difração de raios-X (DRX), microscopias óptica (MO) e eletrônica de varredura (MEV);
- d) Avaliar a resistência à corrosão das microesferas de vidro quando expostas a meios contendo água do mar, água de chuva, etanol e gasolina a partir da observação por microscopia óptica e de varredura antes e após a exposição a estes meios e por variação da massa das mesmas.

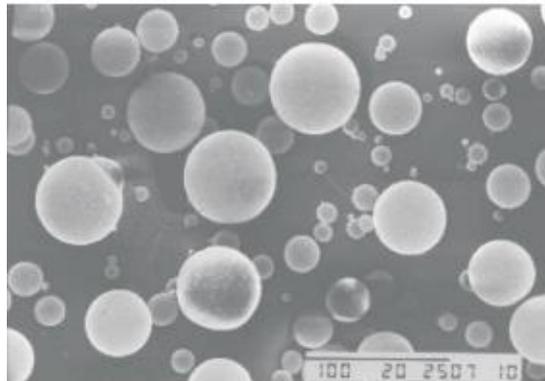
### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Definições

Inventadas em 1960 e colocadas no mercado em 1961 (SITE 3M), as microesferas de vidro podem ser ocas ou sólidas (BARBOZA, 2002).

Utilizadas como cargas devido à sua baixa densidade, o que confere menor peso às peças extrudadas, injetadas, moldadas ou por qualquer outro meio de confecção. Este tipo de microesfera, figura 2, tem aparência branca e alta fluidez- semelhante à de um líquido (BARBOZA, 2002).

**Figura 2: MEV de Microesferas Ocas de Vidro**



Fonte: Barboza, 2002

As microesferas são fabricadas de formas variadas, dentre elas, de acordo com Barboza (2002):

- Tanto uma solução de borossilicato de sódio (contendo um agente expensor), quanto uma mistura de silicato de sódio e borato de amônio passam pelo processo "spray-drying" - secagem por aspersão-, formando um material particulado, em que será fundido e expandido com a utilização de uma chama à gás;
- Fragmentos de vidro em uma chama a 1000°C são expandidos, uma vez que o material amolece e gases de um agente expensor gerarão as microesferas ocas.

As microesferas e esferas sólidas de vidro são obtidas através de processos como: spray drying (explicado anteriormente), princípio do leito fluidizado, secadores pneumáticos e outros processos que levam o vidro a fusão e por tensão superficial são formadas as esferas, em questão de segundos, em seguida secas (HERMANDEZ, 2005). Além da esferoidização por chama e da esferoidização por queda gravitacional (FILHO, 2011). No forno onde são produzidas, a temperatura deve estar entre 1500-1600°C, garantindo que o material não contenha sílica livre (MICROESFERAS).

As esferas e microesferas ocas de vidro possuem dureza entre 5 e 7, de acordo com a escala de MOHS (RODA, 2013) e densidade de 2,5g/cm<sup>3</sup> (BARBOZA, 2002).

### 3.2 Normas

A definição normativa para esferas e microesferas refere-se à sinalização viária. Assim, a ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas), especifica e dita modos de caracterização destes materiais na norma "ABNT NBR 16184/2013 Sinalização horizontal viária — Esferas e microesferas de vidro — Requisitos e métodos de ensaio".

A ABNT NBR 16184/2013, define como microesferas de vidro, as esferas que possuem diâmetro menor ou igual a 1000 $\mu$ m, enquanto são chamadas esferas de vidro, as estruturas com diâmetro maiores que 1000 $\mu$ m. Quanto a aparência do material, a norma especifica que ele deve ser ausente de defeitos, como: partículas não esféricas (ovais ou ligadas entre si), partículas angulares (vidro não fundido ou quando há quebra das mesmas), presença de elementos estranhos (materiais que não são vidro) e de microesferas e esferas ocas acima de 25% num lote.

Quanto ao tipo de esferas e microesferas existentes, são classificadas pelo uso, pela norma NBR 16184/2013, como:

- ❖ Tipos I-A, V e VI: são aquelas agregadas à preparação de massas termoplásticas durante sua preparação, de modo que apresentarão retrorefletância apenas após a aplicação na sinalização, devido ao desgaste, expondo as microesferas. Os tipos V e VI são adequados para aplicação em ambientes chuvosos e com neblinas;
- ❖ Tipo I-B: são aquelas misturadas à tintas e que podem ser incorporadas ao plástico a frio (de acordo com o fabricante). Também serão expostas após o desgaste da película aplicada;
- ❖ Tipos II-A, II-B, II-C, II-D, III e IV: são aplicadas por jatos, juntamente com a tinta, de modo que não se faz necessário o desgaste para a retrorefletância na sinalização. Os tipos III e IV são adequados para aplicação em ambientes chuvosos e com neblinas;
- ❖ Tipo VII: microesferas com  $IR > 1,9$  aplicadas por jatos, juntamente com a tinta. São utilizadas em aeroportos e/ou locais onde a visualização deve ser máxima.

Dos ensaios que podem ser realizados para especificação das microesferas, pela norma da ABNT acima citada, encontram-se os de resistência à alguns líquidos, teores de elementos, aparência de defeitos, granulometria, fluidez, índice de refração, densidade de massa, aderência e elementos tóxicos. Na tabela 1, retirada da norma ABNT NBR16184, vê-se com maior precisão quais os ensaios, seus requisitos e para quais tipos de microesferas devem ser aplicados:

**Tabela 1- Requisitos das esferas e microesferas de vidro**

Características	Requisitos	Ensaios
Natureza do vidro	Tipo soda-cal (tipos I, II, III, IV, V, VI) Tipo titanato de Bário (tipo VII)	Natureza do vidro
Resistência ao cloreto de cálcio	Não podem apresentar superfície embaçada	Verificação da resistência ao cloreto de cálcio
Resistência ao ácido clorídrico	Não podem apresentar superfície embaçada	Verificação da resistência ao ácido clorídrico
Resistência à água	Não podem apresentar superfície embaçada e não podem gastar mais do que 4,5mL de HCl, 10 N para neutralizar a solução	Verificação da resistência à água
Resistência ao sulfeto de sódio	Não podem apresentar superfície embaçada	Verificação da resistência ao sulfeto de sódio
Teor de sílica	O vidro soda-cal deve ter o mínimo de 65% em massa O vidro titanato de Bário apresenta formulação variável	Determinação do teor de sílica
Aparência e defeitos (tipos: I-A, I-B, II-A, II-B, V, VI e VII)	Limpas, claras, redondas, incolores e isentas de matérias estranhas No máximo 3% podem ser quebradas ou conter partículas de vidro não fundido e elementos estranhos No máximo 30% podem ser fragmentos ovoides deformados, geminados ou bolhas gasosas	Determinação de defeitos
Aparência e defeitos (tipos: II-C, II-D)	Limpas, claras, redondas, incolores e isentas de matérias estranhas No máximo 1% podem ser quebradas ou conter partículas de vidro não fundido e elementos estranhos No máximo 10% podem ser fragmentos ovoides deformados, geminados ou bolhas gasosas	Determinação de defeitos
Aparência e defeitos (tipos III e IV)	Limpas, claras, redondas, incolores e isentas de matérias estranhas No máximo 1% podem ser quebradas ou conter partículas de vidro não fundido e elementos estranhos No máximo 15% podem ser fragmentos ovoides deformados, geminados ou bolhas gasosas	Determinação de defeitos
Índice de refração	Mínimo 1,50 (tipos I-A, I-B, II-A, II-B, II-C, II-D, III, IV, V, VI) Mínimo 1,90 (tipo VII)	Verificação do índice de refração
Densidade de massa	2,4g/cm <sup>3</sup> a 2,6 g/cm <sup>3</sup> (tipos I-A, I-B, II-A, II-B, II-C, II-D, III, IV, V, VI)	Determinação da densidade de massa
Granulometria	Conforme a tabela 2	Análise granulométrica
Fluidez (tipos II-A e II-B)	Presença de tratamento	Verificação da presença de revestimento para fluidez
Aderência (tipos II-C, II-D, III, IV e VII)	O produto deve ser considerado conforme quando a amostra apresentar coloração castanha verde	Verificação da presença de revestimento para aderência em resina acrílica

Elementos tóxicos As, Pb e Sb	Máximo 200 ppm	Verificação de elementos tóxicos
-------------------------------	----------------	----------------------------------

Fonte: ABNT NBR 16184/2013

De acordo com a norma, apenas o comprador pode dispensar de realizar um ou mais dos ensaios aqui citados, entretanto, se o fizer, deve ser feito para todo lote. As faixas granulométricas aceitáveis para cada tipo de esfera e microesfera são mostradas na Tabela 2:

**Tabela 2- Faixas granulométricas das esferas e microesferas de vidro**

Peneiras (conforme ABNT NBR NM-ISO 2395, ABNT NBR NM-ISO 3310-1 e ABNT NBR NM-ISO 3310-2)		%Passando										
Número	Abertura $\mu\text{m}$	Tipo I		Tipo II				Tipo III	Tipo IV	Tipo V	Tipo VI	Tipo VII
		A	B	A	B	C	D					
6	3350											100
8	2360									100		95-100
10	2000								100	95-100		80-95
12	1700							100	95-100	80-95		10-40
14	1400							95-100	80-95	10-40		0-5
16	1180							80-95	10-40	0-5		100
18	1000			100		100	100	10-40	0-5	0-2		
20	850	100		98-100	100	90-100	95-100	0-5	0-2			95-100
25	710							0-2				
30	600	90-100		75-95		10-30	85-100					0-5
40	425				90-100		0-10					
50	300	18-35	100	9-35		0-5	0					
70	212		85-100		0-10							
80	180			15-55								
100	150	0-10	15-55		0-5							
140	105											
200	75	0-2										
230	63		0-10	0-10								

Fonte: ABNT NBR 16184/2013

### 3.3 Aplicações

#### 3.3.1 Jateamento e acabamento de peças metálicas

O jateamento com microesferas é um processo de limpeza com acabamento superficial acetinado mais eficiente quando comparado a outros, uma vez que torna-o mais em conta, garante o dimensionamento, dentro das tolerâncias, da peça tratada, além de ser um método rápido (ZIRTEC).

A esfericidade, juntamente com suas características físicas: dureza e densidade, retiram contaminações, sem danificar o metal jateado- as esferas não ficam agregadas ao metal. Como o vidro é um material inerte quimicamente, está pouco sujeito a interações com os metais tratados. E, em decorrência de sua dureza, estão pouco suscetíveis à formação de pó, o que assegura a não contaminação do produto jateado, dando garantia de qualidade e possibilitando a reutilização das microesferas (ZIRTEC).

De acordo com o site da empresa TECJATO, as vantagens acerca do vidro como material de jateamento são:

- ❖ Limpeza de matrizes de extrusão, forjados e estampados;
- ❖ Limpeza e texturização de moldes de fundição, vulcanização e injeção de alumínio, bronze, borracha, plásticos, vidros e zamac;
- ❖ Limpeza de rotores, rolamentos, carcaças, escovas em motores elétricos e geradores;
- ❖ Limpeza e retífica de todo tipo de motor, tampa de cilindros, válvulas, pistões, bielas, etc;
- ❖ Descarbonização de peças de motores a combustão;
- ❖ Limpeza e eliminação de carepas do tratamento térmico e a descoloração produzida nas partes endurecidas dos aços de alta dureza;
- ❖ Limpeza e remoção de pinturas, verniz, lacas ou qualquer outro tipo de óxido;
- ❖ Limpeza de elementos contaminados superficialmente por radioatividade em centrais nucleares;
- ❖ Micro rebarbação;
- ❖ Limpeza de partes contaminadas em todo tipo de máquinas de oficina gráfica;
- ❖ Limpeza e rebarbação de precisão em plástico e baquelite;
- ❖ Preparação da superfície para posterior: pintura, prateação, anodização, cromação, emborrachamento, eletro deposição, cromo duro e outros revestimentos ou tratamentos galvânicos;
- ❖ Eliminação de riscos, defeitos, marcas de ferramentas em moldes, matrizes, etc;
- ❖ Rugosidade específica e homogênea em rótulas, eixos de substituição, etc;
- ❖ Obtenção de um acabamento anti-refletivo em instrumentos cirúrgicos, ferramentas, limpadores de para-brisas, frentes de aparelhos eletrônicos, etc;
- ❖ Acabamento decorativo de qualidade em aço inoxidável, aços ao cromo níquel, em alumínio, plásticos, bronze, latão cobre e ferro;
- ❖ Granulometria microscópica para retenção de lubrificantes ou desmoldantes;
- ❖ Limpeza de moldes para fabricação de peças pneumáticas; moldes para vidros e pneus.

Em suma, de acordo com o site da empresa ZIRTEC, o jateamento com microesfera pode ser utilizado nas manutenções automotiva, ferroviária, naval, aeronáutica, em moldes em geral, na limpeza de hidrômetros, inspeção, em motores elétricos, em eletrônica, após tratamento térmico, na indústria têxtil e em peças de aço inox- que demandam maior cuidado.

### **3.3.2 Cosméticos**

No ramo da estética, as microesferas podem ser utilizadas a fim de diminuir o peso e custo do produto final, possuem vantagem por seu tamanho- em comparação a outros sólidos. Entretanto, o conhecimento técnico faz-se necessário, uma vez que dependendo da dispersão em que as esferas são introduzidas pode haver segregação dos materiais, isto é, as esferas

menos densas ficarem na superfície, logo, há a imposição de um estudo viscosimétrico (BEDIN, 2011).

De acordo com a empresa 3M Cosmetic Microspheres (2005), para a indústria de cosméticos, ainda há vantagem no que diz respeito a melhoria da mistura dos componentes, incorporação rápida e fácil na formulação, ausência, ou baixas, interação e absorção da química da fórmula, além de a fórmula não precisar ser alterada. Para o consumidor, o produto final possui toque suave e textura agradáveis (uma vez que a força de arraste é diminuta), menor tendência de separação e ou perda de consistência e, conseqüentemente, o produto é mais em conta para o cliente.

Exemplo do uso destes materiais em cosméticos é o Pó Compacto Fotoprotetor da empresa Mezzo Dermocosméticos, com mostrado na Figura 3. Esta maquiagem "com efeito rolimã, soft-focus e fitosteróis para proteção da radiação infravermelha e luz visível, evita o efeito térmico reduzindo assim os danos causados na pele, além de preencher as linhas de expressão mascarando os sinais da idade", explica Rodrigues (2015).

**Figura 3: Pó compacto da empresa Mezzo Dermocosméticos que possui microesferas ocas de vidro em sua composição.**



Fonte: Pedretti, 2015

### 3.3.3 Sinalização viária

As esferas e microesferas de vidro são chamadas de material pré-fabricado na demarcação viária. Sua importância está na capacidade de refletir a luz dos faróis do carro, possibilitando o motorista dimensionar sua posição, ter visibilidade em estradas e rodovias, admitindo o segurança para ele e para os demais (RODRIGUES, 2008).

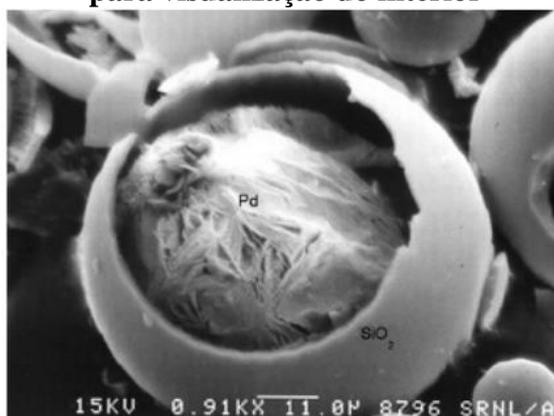
Estes materiais devem ser adicionados juntamente com a tinta termoplástica, caso contrário, não haverá aderência do vidro com o asfalto, podendo essa adição ser por mistura ou asperção, como mencionado no tópico 1.3 deste trabalho (RODRIGUES, 2008).

### 3.4 Tendências

Day (2013) explica que as microesferas sólidas de vidro estão sendo utilizadas em estudos como rastreadoras de materiais explosivos, através de sua composição química, isto é, cada produtor detém seu método de fabricação e própria estequiometria química- sendo o material uma cifra decodificada apenas pelo fabricante. Este monitoramento visa a diminuição do uso ilegal de explosivos, como afirma o pesquisador Dr. Gray. Como o vidro é inorgânico, menos reativo e com maior ponto de fusão, tem maior durabilidade, se comparado a chips de plástico. De acordo com o autor, "a tecnologia poderá ainda ser utilizada para marcar outros tipos de materiais, como químicos com possibilidade de utilização na fabricação de drogas, minas, cartões de crédito, joalheria e até produtos eletrônicos".

Sobre as microesferas ocas, existem pesquisas, como a de Wicks (2008), em que elas teriam a capacidade de transportar hidrogênio e/ou medicamentos através de nanocanais criados no vidro inerte. Estes canais armazenariam um fluido injetado sob baixa variação de pressão. Para aplicações futuras Wicks (2008) vê a possibilidade de utilização das microesferas- que, pelo seu tamanho, fluem como líquido- na armazenagem de hidrogênio em dutos para transporte de combustível- fonte de energia limpa. A figura 4 exibe uma microesfera aberta.

**Figura 4: Microesfera preenchida com paládio, em que a parte superior foi removida para visualização do interior**



Fonte: Wicks, 2008

Na área da tecnologia da informação, as microesferas estão sendo estudadas como envólucros para conservação de dados a fim de que atinjam milhões de anos sem que essas informações se deteriorem e sem que as esferas tornarem-se meios obsoletos tecnologicamente. Estes estudos, realizados por Grass (2015), mostram que dados gravados em moléculas de DNA

(devido à sua baixa densidade) podem ser encapsulados em bolhas de vidro e mantidas em razão de sua baixa reatividade química, de acordo com os cálculos, por milhões de anos.

Assim as esferas e microesferas de vidro são introduzidas em vários ramos da ciência, como a informática, biotecnologia, setores militar e viário e na obtenção de novos compósitos, mostrando, aparentemente, um aumento na pesquisa e utilização desses materiais.

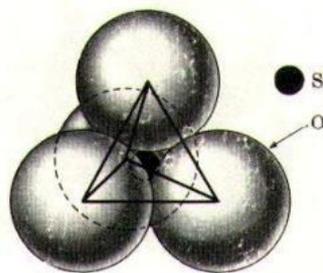
### 3.5 Condições de processamento e resistência mecânica do vidro sódio-cálcico ou sodo-cálcico

Por definição, vidros são sólidos inorgânicos, predominantemente compostos por sílica, não-cristalinos que apresentam temperatura de transição vítrea (AKERMAN 2000), no caso dos vidros sódio-cálcico, o de maior produção industrial mundial, essa temperatura está entre 520°C e 600°C.

Esses materiais são processados através da fusão e em seguida resfriados para aumento de viscosidade- conseqüente aumento da capacidade/facilidade de moldagem. Durante a fusão (1500°C-1600°C), aditivos são adicionados, por meio de vidro moído, para correção da composição química da matéria prima. Dióxido de carbono, óxido de carbono e dióxido de enxofre são liberados na produção dos vidros, necessitando-se, portanto, a adição de óxido de arsênio para auxiliar a liberação desses gases (VIDROS).

Os vidros são compostos por silício e oxigênio, sob ligação covalente, na proporção de 1:2, respectivamente, gerando uma estrutura tetraédrica (AKERMAN 2000), como pode ser observada na figura 5.

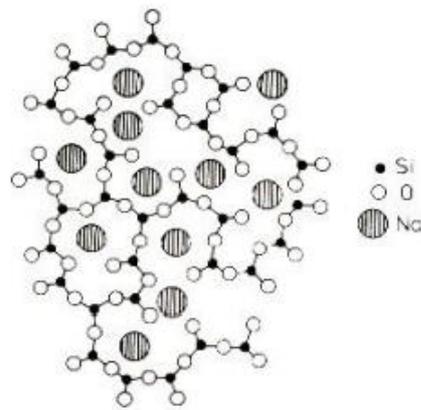
**Figura 5: Estrutura tridimensional dos vidros silicatos, SiO<sub>2</sub>**



Fonte: Akerman, 2000

Entretanto, átomos de sódio (Na) podem ser introduzidos na estrutura, por meio de ligação iônica com o oxigênio, modificando a estrutura tetraédrica e formando um conglomerado atômico sem continuidade (AKERMAN, 2000), como na figura 6.

**Figura 6: Estrutura do vidro sodo-cálcico (não cristalino)**

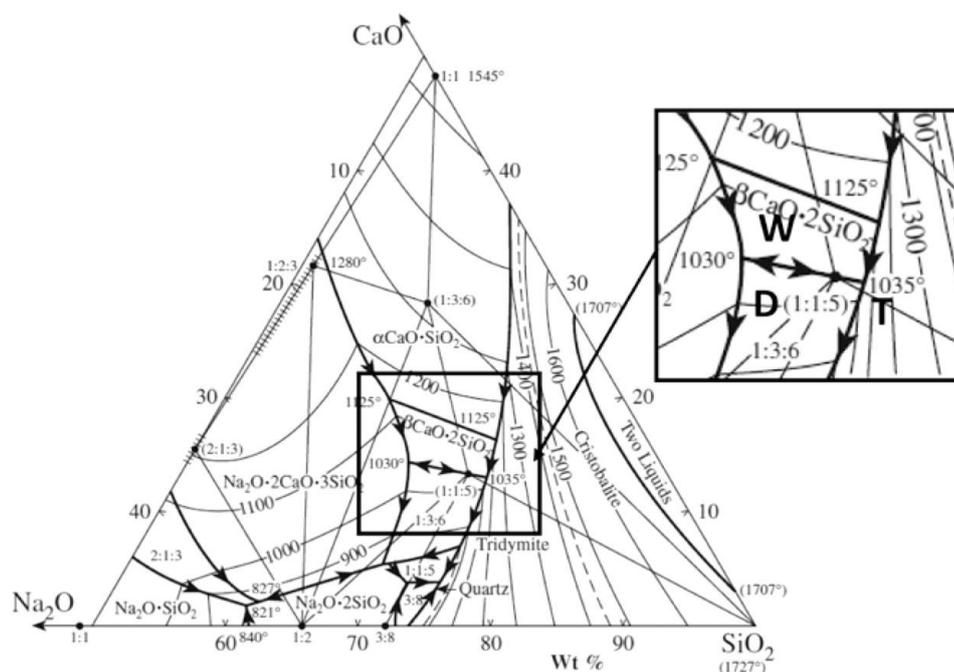


Fonte: Akerman, 2000

Além dos átomos de sódio, óxidos são incorporados com o propósito de reduzir a solubilidade do vidro e para manter a facilidade de fusão, são eles: fluxos estabilizantes e fluxos alcalinos terrosos. O fluxo estabilizante mais utilizado é o óxido de cálcio (CaO), às vezes conjugado ao de magnésio (MgO) e ao de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), este último em baixa concentração em peso-0,6-2,5%- de modo que agregue durabilidade química ao material. Esta formação química ( $[71-73\% \text{pSi}] + [8-12\% \text{p CaO}] + [12-17\% \text{p Na}_2\text{O}]$ ), dá origem ao vidro sódio-cálcico ou sodo-cálcico (ASKERMAN, 2000).

O diagrama ternário apresentado na figura 7 refere-se à solubilidade entre os óxidos presentes no vidro sodo-cálcico.

**Figura 7: Diagrama ternário do vidro sodo-cálcico**

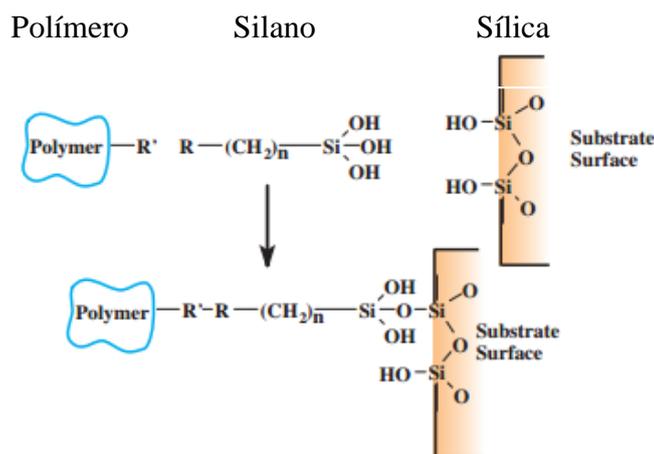


Fonte: Falcone, 2011

### 3.6 Tratamento do vidro de microesferas para compatibilização com matriz termoplástica

As esferas e microesferas de vidro empregadas na sinalização viária podem passar por processos para o aumento da fluidez e fixação no material termoplástico. Na amostragem utilizada neste trabalho, a empresa Vimaster (2016) utiliza tratamento químico com silano em fornos com temperatura acima de 120°C para atingir a cimentação das microesferas na tinta e aumentar a retrorrefletividade inicial (DNER, 1998). O tratamento com silano nada mais é que uma compatibilização do vidro (material inorgânico) com o meio onde será aplicado, no caso, tinta termoplástica (material orgânico), formando uma espécie de compósito. O silano foi utilizado justamente por ter a habilidade de formar ligações duráveis com ambos os materiais: inorgânico e orgânico (ARKLES, 2014). A figura 8 mostra como a interação do polímero e do vidro ocorre de modo que haja a adesão de um no outro.

**Figura 8: Interação da superfície modificada com silano e polímero**



Fonte: ARKLES, 2014

Arkeles, 2014, explica como a interação é realizada:

A maioria dos organossilanos possui um substituinte orgânico e três substituintes hidrolisáveis. Na grande maioria das aplicações de tratamento de superfície, os grupos alcoxi dos trialcóxissilanos são hidrolisados para formar espécies contendo silanol. A reação destes silanos envolve quatro passos. Inicialmente ocorre a hidrólise dos três grupos lábeis. A condensação para oligômeros segue. Os oligômeros ligam então hidrogênio com grupos OH do substrato. Finalmente, durante a secagem ou cura, uma ligação covalente é formada com o substrato com a perda concomitante de água. Na interface, geralmente há apenas uma ligação de cada silício com o organossilano para a superfície do substrato. Os dois grupos silanol restantes estão presentes na forma condensada ou livre. O grupo R permanece disponível para reação covalente ou interação física com outras fases. Os silanos podem modificar as superfícies sob condições anidras consistentes com os requisitos de deposição em monocamada e fase de vapor. Os tempos de reação prolongados (4-12 horas) a temperaturas elevadas (50-120 ° C) são típicos.

No que diz respeito às propriedades mecânicas do vidro sodo-cálcico, a dureza na escala MOHS é de 6,5 e a resistência à abrasão é da ordem de 16 (dezesseis) vezes maior que a do granito. O vidro é um material frágil, isto é, perfeitamente elástico- não demonstrando

deformação permanente, tendo, uma resistência à compressão alta, aproximadamente 1000MPa, quando comparada a outros materiais (BARROS, 2010). Entretanto, possui baixa resistência à tração, sofrendo variações de 30 a 70MPa este valor é influenciado pelos seguintes fatores, de acordo com Barros, 2010:

- ❖ Tempo em que o material está submetido à carga (pode diminuir cerca de 40%);
- ❖ Presença de água (pode diminuir até 20%);
- ❖ Há diminuição da resistência com o aumento de temperatura;
- ❖ Rugosidade superficial; e
- ❖ Composição química.

Quanto as esferas e microesferas de vidro, as propriedades físicas e mecânicas divergem ligeiramente de indústria para indústria, acreditando-se que esta diferença seja em detrimento da composição específica de cada uma das empresas, além de possíveis erros de medida. Segue uma tabela comparativa, tabela 3, dos produtos ofertados pelas empresas R.G. P International e pela Potters.

**Tabela 3- Comparação entre propriedades físicas e mecânicas de esferas e microesferas de vidro de dois diferentes fabricantes**

Propriedade	R.G.P International	Potters
Densidade de massa (g/cm <sup>3</sup> )	2,5	2,5
Índice de refração	1,518	1,5-1,52
Resistência à compressão (psi)	131-159 (10 <sup>3</sup> )	14000 a 36000
Dureza MOH	-	5-6
Dureza Knoop	465-585	515
Coefficiente estático de fricção	-	0,9-1,0
Módulo de Yong (GPa)	70	-

Fontes: Falcone

### **3.6 Propriedades toxicológicas, periculosidade e resistência à ação química das esferas e microesferas de vidro**

De acordo com a ficha de informações de segurança de produtos químicos da empresa Sferolux (2014) , as microesferas e esferas de vidro não são produtos inflamáveis, são ausentes de perigos crônicos conhecidos. Entretanto, são passíveis de irritabilidade ao contato com a pele e, quando inalado, às vias respiratórias. Por serem escorregadias e possuírem alta fluidez, oferecem perigo físico se espalhadas, necessitando, assim, de medidas antiderrapantes (como utilização de botas adequadas) no manuseio. Desconhece-se efeitos, se ingeridas.

Para o controle de exposição e proteção individual, o material deve ser armazenado em contêiners de fibra de vidro ou de plástico efetivamente fechados, manuseado em local

suficientemente ventilado e faz-se necessária a utilização de EPI's (vestuário de trabalho fechado e óculos de segurança) (SFEROLUX, 2014).

O material em questão apresenta aparência de grânulo de vidro branco, é inodoro e insolúvel em água, mas tem solubilidade em ácido fluorídrico (HF). É estável e reatividade de baixa a nula (SFEROLUX, 2014).

Apesar da alta estabilidade química dos vidros, eles estão sujeitos à corrosão. Esta corrosão pode ocorrer de duas maneiras: corrosão aquosa (causada pela umidade, que pode ser estática ou dinâmica) e corrosão em meios básicos. A corrosão aquosa ocorre por troca de íons ou lixiviação. A troca iônica ocorre entre íons de sódio do vidro e íons de hidrogênio da solução de corrosão, assim, a reação ocorre apenas com o elemento sódio, não alterando o restante da composição, logo, a quantidade percentual de sílica no vidro é aumentada. Um aumento rápido do pH causará uma avaria rápida da superfície do vidro (PERKOFF, 2001).

Como dito, a corrosão aquosa ocorre de duas maneiras. A estática é causada por um aprisionamento de umidade na superfície do vidro. Enquanto na dinâmica, a solução de corrosão é reabastecida. Mesmo uma única gota de umidade no vidro desprotegido pode produzir danos suficientes para ser visível em boa iluminação (PERKOFF, 2001).

A segunda fase de corrosão é um processo de destruição das camadas superficiais de vidro lixiviadas. O vidro é resistente à maioria dos ácidos, mas é altamente suscetível ao ataque de materiais alcalinos, especialmente uma concentração de íons  $(OH)^-$  quando o pH for maior que 9. O resultado é um ataque da rede formando ligações de silício-oxigênio, conduzindo à dissolução da superfície de vidro (PERKOFF, 2001).

Os contaminantes orgânicos e inorgânicos resumidos na tabela 4 depositam-se sobre o vidro e se ligam firmemente à sua superfície.

**Tabela 4- Tipo de contaminantes que se ligam quimicamente ao vidro**

Tipos de contaminantes	Fonte de contaminação		
		Meio marinho	Ambiente baseado em terra
Inorgânicos			-Água dura -Materiais de construção: Pó de cimento, Argamassa - Escapamento de construção de: Concreto, Alvenaria e Trabalho em pedra.
	Limescale	Água marinha	
	Óxidos metálicos	Ferrugem (óxido de ferro) da estrutura	Óxidos de alumínio, chumbo, metal e ferro Pó de metal de carris e pastilhas de freio
	Selantes de silicone		Eliminação do selante
Orgânicos	Poluição por hidrocarbonetos	Depósitos do funil do navio	Filme de tráfego e poluição industrial Exaustão de motores a jato em aeroportos

Fonte: Perkoff, 2001

## 4. Materiais e métodos

### 4.1 Materiais

A saber que as esferas e microesferas de vidro são utilizadas na sinalização viária, faz-se necessário um estudo de corrosividade superficial das mesmas, a fim de avaliar sua qualidade/duração nessa aplicação. Utilizou-se esferas e microesferas de vidro Super II-A da empresa Vimaster, sob tratamento químico superficial com silano, do lote n°: 1506-2-S1.

Para simulação dos ambientes corrosivos, utilizou-se amostras de água destilada com pH entre 6 e 7, ácido clorídrico com pH 5.2, etanol com pH 7.5, água da chuva com pH 5.4, água marinha (coletada na cidade de Cabo Frio/ RJ) e gasolina. . Todos os líquidos foram armazenados em recipientes hermeticamente fechados e mantidos em ambiente refrigerado de modo que não perdessem suas características iniciais.

### 4.2 Ficha técnica do fabricante

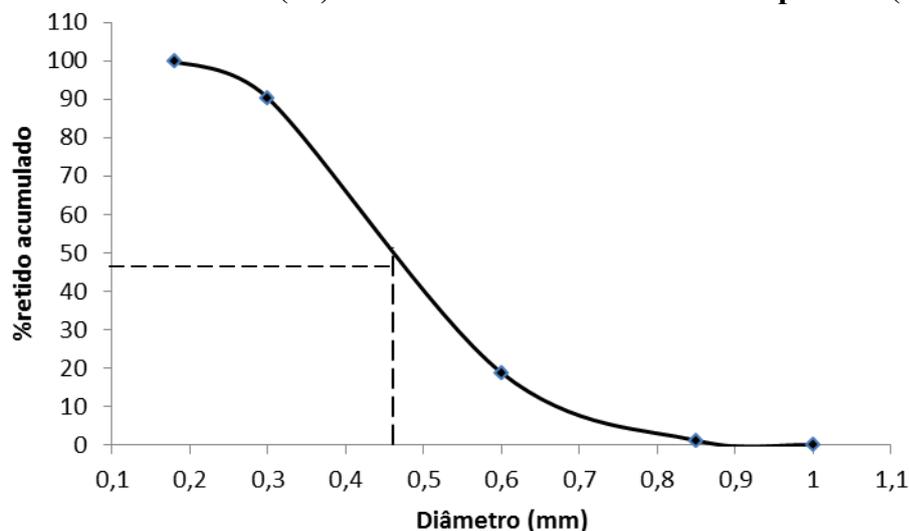
Os dados técnicos de granulometria de 314,83g das esferas e microesferas da empresa Vimaster seguem na tabela 5. O gráfico 1 é a impressão da tabela 5, pode-se observar que o diâmetro médio, 50% da massa retida acumulada, do material que foi doado para pesquisa é de 0,46mm, sendo este o padrão da empresa.

**Tabela 5- Análise de microesfera de vidro: Granulometria**

Malha (N°)	Abertura (mm)	Massa	%Retido individual	%Retido acumulado
18	1,000	0,00	0,00	0,00
20	0,850	0,55	0,17	0,17
30	0,600	58,64	18,63	18,80
40	0,4250			
50	0,300	225,23	71,54	90,34
60	0,250			
70	0,212			
80	0,180	29,75	9,45	99,79
100	0,150			
140	0,106			
200	0,075			
230	0,063			
Prato		0,66	0,21	100,00
Total		314,83		

Fonte: Vimaster, 2015

**Gráfico 1: Análise de granulométrica da amostra realizada pela empresa Vismaster: massa retida acumulada (%) versus diâmetro da abertura da peneira (mm)**



Fonte: Vismaster, 2015

Quanto aos defeitos possíveis na amostragem, a Vismaster adota como padrão sete anormalidades: quebra, ausência de fusão, elemento estranho, ovoides deformados, germinados e presença de bolhas gasosas.

A composição química padrão para a empresa segue em valores percentuais de óxido na tabela 6.

**Tabela 6- Análise de microesferas de vidro: Composição básica do vidro**

Elemento	%	Elemento	%
Silício (SiO <sub>2</sub> )	>65	Sódio (Na <sub>2</sub> O)	12
Alumínio (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	1	Potássio (K <sub>2</sub> O)	2
Cálcio (CaO)	10	Ferro (Fe <sub>2</sub> O)	0,2
Magnésio (MgO)	4	Total	100

Fonte: Vismaster, 2015

## 4.3 Metodologia

### 4.3.1 Análise granulométrica

Foi pesado 300g de microesferas de vidro foram pesadas na balança BELengineering Mark, modelo M4120, em condições normais de temperatura e pressão (CNTP). Em seguida foi peneirada, com peneiras de abertura #28, #35, #48 e #100, em peneirador Cantenco Pavitest, modelo I-1016-A, figura 9, durante 5min com vibração de 30Hz. Cada fração retida nas peneiras foi então pesada e o gráfico de material passante (%) por diâmetro (mm) da peneira foi plotado para verificação do diâmetro médio das esferas e microesferas de vidro.

**Figura 9: Montagem das peneiras**



Fonte: Autora

Os resultados obtidos foram comparados aos dados da ficha técnica fornecida pelo fabricante.

#### 4.3.2 Determinação da densidade de massa

O ensaio foi realizado de acordo com a norma ABNT NBR 16184, em que pesou-se uma amostra de 100g de esferas e microesferas de vidro em um béquer de 100mL limpo e seco. A amostra foi seca em estufa a temperatura de 110°C +/-5°C e resfriada em dessecador por 2h, a fim de que nenhum resíduo líquido pudesse interferir na medida.

Pesou-se 60g do material seco e, em uma proveta de 100mL contendo 50mL de álcool isopropílico, cuidadosamente, adicionou-se as esferas e microesferas de vidro e agitou-se o sistema até que todo ar adsorvido nas esferas e microesferas fosse eliminado. Então, o volume final na proveta foi lido. Subtraiu-se deste o volume inicial e obteve-se o volume de esferas e microesferas da amostra. O experimento foi realizado em duplicata. A sequência da prática é mostrada na figura 10.

**Figura 10: Sequência do experimento (a) resfriamento em dessecador; (b) medição do álcool isopropílico; (c) provetas para leitura do volume final.**



Fonte: Autora

Assim, obteve-se a densidade da massa, em gramas por mililitro através da equação 1.

$$\text{Densidade da amostra} = \frac{\text{massa da amostra (g)}}{\text{volume da amostra (mL)}} \quad 1$$

Em seguida, o resultado foi comparado com a densidade encontrada na literatura, a fim de avaliar a adequação do material à norma.

Realizados alguns testes normatizados e tomando-os como, foram criados outros testes a fim de observar o comportamento de corrosão das esferas e microesferas de vidro.

#### **4.3.3 Procedimento experimental para verificação da resistência à corrosão em diferentes meios**

Para cada um dos testes não normatizados, mediu-se aproximadamente 1,5000g de esferas de vidro que foram submersas em 35mL dos diferentes líquidos com pHs medidos em pHmetro CienLab, modelo mPa210- com calibração de pH 4 e pH 7- e agitadas manualmente por 1min. Elas permaneceram em repouso por tempos determinados. Em seguida, para cada uma delas, foi feita filtração com papel whatman n°4, Quanty, quantitativo, com 15 cm de diâmetro, acoplado a um funil analítico de diâmetro 10cm de haste longa. Este sistema foi posto em um suporte para funil, as fases filtradas e o material retido lavado por três vezes com água destilada para que todo o líquido ao qual foi submetido fosse retirado.

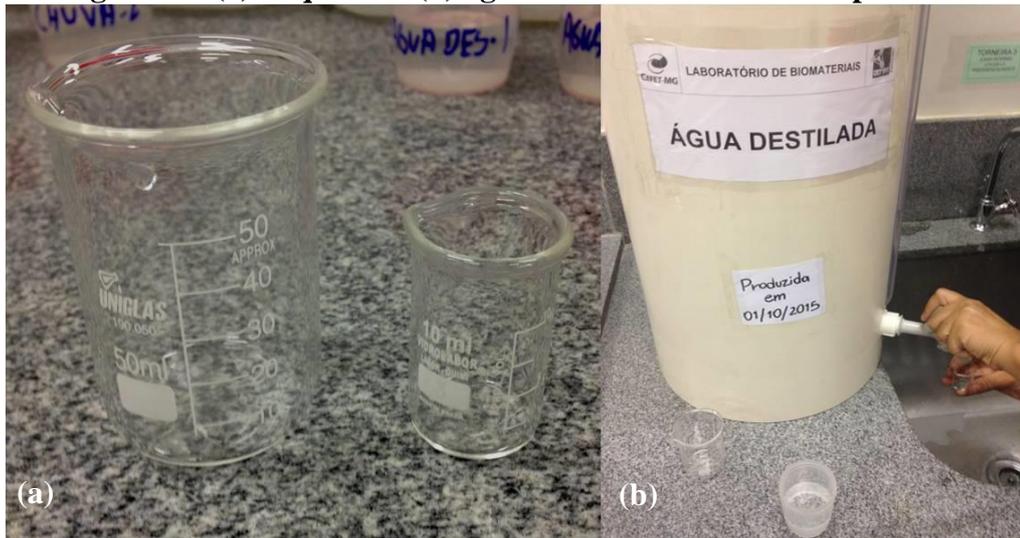
As esferas e microesferas secaram em estufa CienLab, modelo CE-220/110, durante 8h à 65°C.

De modo adicional, realizou-se a medição da massa das microesferas após a imersão das mesmas para saber se houve ou não perda de massa.

#### 4.4.1 Verificação da resistência à corrosão em água destilada

Foram coletados 70mL de água destilada em laboratório, utilizando-se de béqueres, mostrados na figura 11, para fazer as coletas e medições.

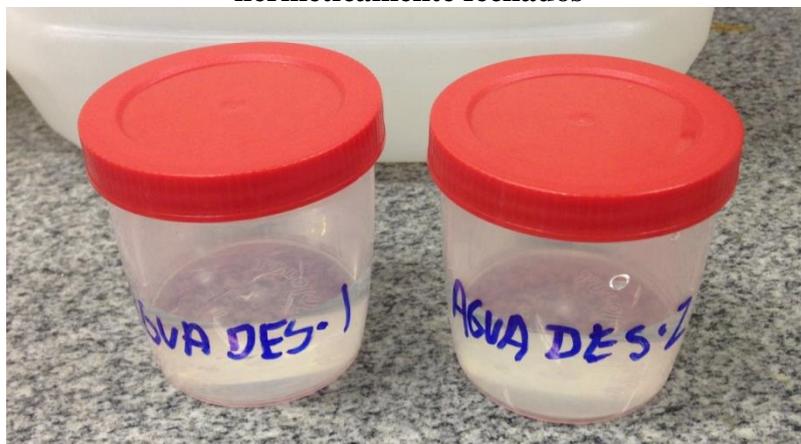
**Figura 11: (a) Béqueres e (b) água destilada utilizados no processo**



Fonte: Autora

As duas amostras de esferas e microesferas de vidro foram pesadas em 1,512g e 1,5008g , respectivamente. Os potes foram fechados e mantidos em repouso por 400 dias, como segue na figura 12.

**Figura 12: Amostras de água destilada e esferas e microesferas de vidro 1 e 2 em potes hermeticamente fechados**



Fonte: Autora

#### 4.4.2 Verificação da resistência à corrosão sob ação do ácido clorídrico

O ensaio foi realizado de acordo com a norma ABNT NBR 16184, em que se pesou duas amostras de 10g de esferas e microsferas de vidro em um béquer de 100mL. Então foram adicionados 30mL de solução de ácido clorídrico, em dois recipientes, com pH 5,20 de modo que as esferas de vidro ficassem submersas, figura 13. Os sistemas permaneceram em repouso durante 90h.

**Figura 13: Microesferas de vidro imersas em HCl**



Fonte: Autora

Foi feita uma filtração com o papel whatman nº4, Quaty, quantitativo, com 15 cm de diâmetro, acoplado a um funil analítico de diâmetro 10 cm de haste longa, figura 14. As amostras foram postas em um suporte para funil e filtradas, em seguida lavadas por três vezes com água destilada a fim de que o ácido clorídrico fosse eliminado.

**Figura 14: Sistema montado para filtração da mistura ácido clorídrico + vidro**



Fonte: Autora

As esferas e microesferas secaram ao ar e foram analisadas no microscópio óptico, figura 15, com sistema de digitalização de imagens e comparadas com a amostra padrão. De modo adicional, foram repesadas.

**Figura 15: Microscópio óptico Kontrol**



Fonte: Autora

#### **4.4.3 Verificação da resistência à corrosão sob ação do etanol**

O volume de 80mL de etanol utilizado foi coletado em posto de abastecimento veicular. O sistema permaneceu em repouso durante 96 dias, figura 16.

**Figura 16: Amostras imersas em etanol**



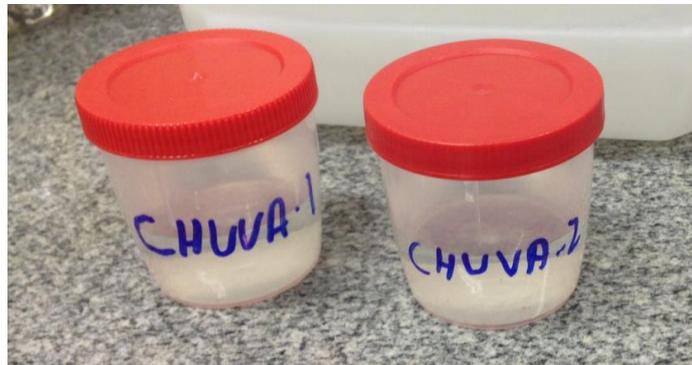
Fonte: Autora

#### 4.4.4 Verificação da resistência à corrosão em água de chuva

Foram coletados 80mL de água da chuva, em forma de granizo, colocando-se um recipiente plástico em cima do telhado, na cidade de Belo Horizonte, entre 15h05min e 15h15min. A amostra foi armazenada em ambiente refrigerado a fim de manter suas propriedades iniciais (acidez, microorganismos, volume).

Pesou-se, então, duas amostras de 1,508g e 1,501g de esferas e microesferas de vidro, respectivamente. Após a imersão, os recipientes foram mantidos em repouso por 400 dias, como segue na figura 17.

**Figura 17: Amostras de chuva e esferas e microesferas de vidro 1 e 2 em potes hermeticamente fechados**

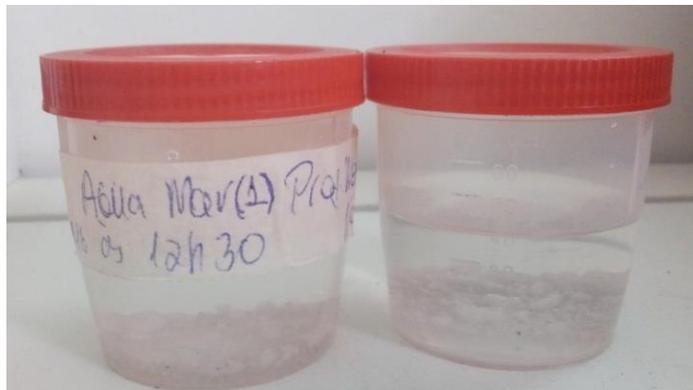


Fonte: Autora

#### 4.4.5 Verificação da resistência à corrosão sob ação de água marinha

Foram coletados 500mL de água do mar em garrafa PET. Pesou-se, então, 1,5000g de esferas e microesferas de vidro, para cada uma das amostras (duplicata). As poções foram adicionadas a potes que foram mantidos em repouso por 100 dias, como segue na figura 18.

**Figura 18: Amostras de água do mar e esferas e microesferas de vidro 1 e 2 em potes hermeticamente fechados**



Fonte: Autora

#### 4.4.6 Verificação da resistência à corrosão sob ação de gasolina

Pesou-se uma amostra de 1,500g de esferas e microesferas de vidro e em seguida foi adicionado 35mL de gasolina. O sistema permaneceu em repouso durante 96 dias, figura 19.

**Figura 19: Microesferas de vidro imersas em gasolina**



Fonte: Autora

#### 4.4.4 Caracterização química

- **Fluorescência de raio-X (FRX)**

Após secagem em estufa das esferas e microesferas, elas foram levadas para análise por fluorescência de raio- X (EDX), em equipamento Shimadzu, modelo EDX-720, foi realizada a vácuo e sob curva de calibração do banco de dados do software: easy.

#### 4.4.5 Caracterização estrutural

- **Difração de raio-X (DRX)**

A difração de raio-X (DRX) realizada em equipamento Shimadzu, modelo XRD-7000, foi em ângulo de varrimento padrão de amostra, isto é,  $1^{\circ} < 2\theta < 71^{\circ}$ .

- **Microscopia óptica**

A análise em microscópio óptico Kontrol com sistema de digitalização de imagem ocorreu com ampliações de 100x e 200x, de acordo com a necessidade de visualização da superfície.

- **Microscopia eletrônica de varredura (MEV)**

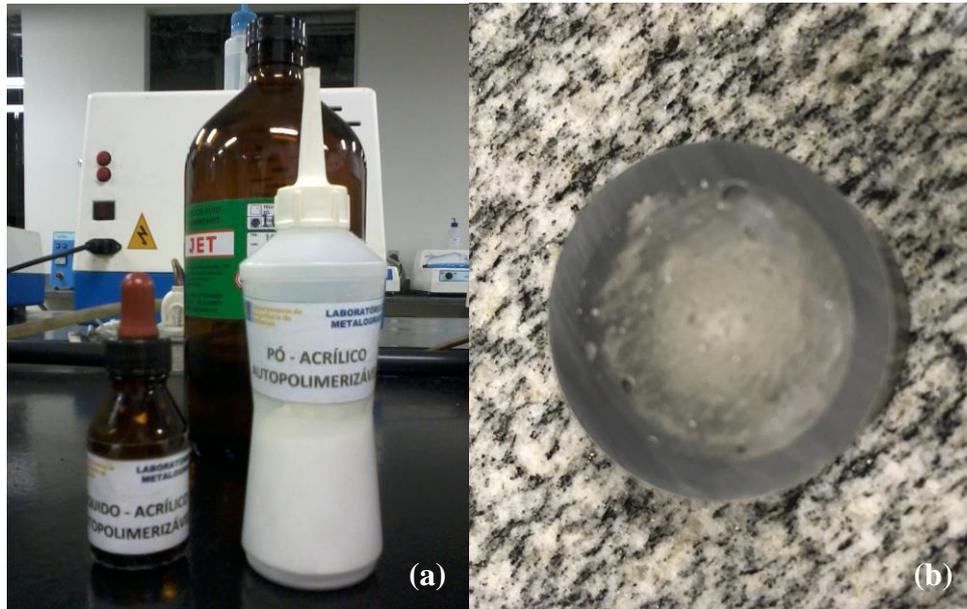
A caracterização por microscopia eletrônica de varredura (MEV), em equipamento Shimadzu, modelo SSX-550, para o caso das amostras de água destilada, água do mar e gasolina deu-se a partir de feixes de elétrons secundários. Para tal, as esferas foram presas em fita dupla face de modo que não fluíssem pelo porta amostras. E a análise EDS foi realizada a vácuo.

#### 4.4.6 Caracterização mecânica

- **Obtenção de corpos de prova e ensaio de microdureza Vickers**

Uma quantidade de 1,5000g de esferas e microesferas de vidro para cobrir o fundo do molde foi depositada para o embutimento a frio com uso de acrílico autopolimerizante, figura 20-a. Aguardou-se o tempo de cura da resina e um corpo de prova, figura 20-b, foi obtido.

**Figura 20: (a) Fluido e pó acrílico polimerizável; (b) Corpo de prova embutido e lixado.**



Fonte: Autora

O material embutido foi levado ao microdurômetro, figura 21, com carga de indentação de 100gf e tempo de indentação de 15 segundos para determinação da dureza Vickers.

**Figura 21: Microdurômetro Shimadzu HMV-2**



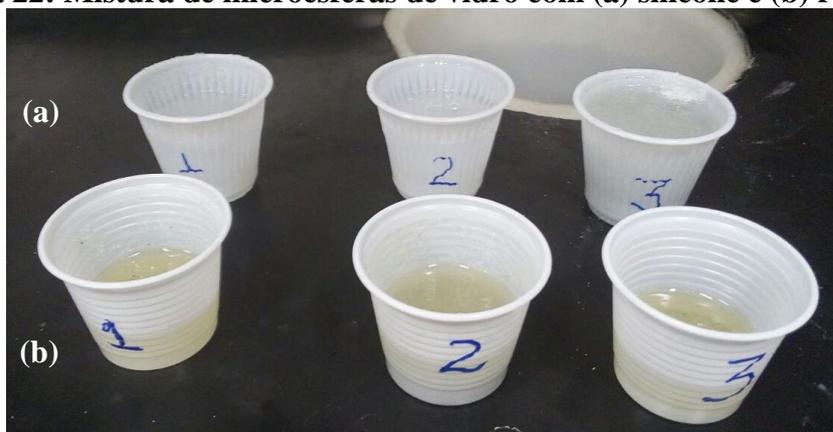
Fonte: Autora

Outros corpos de prova foram obtidos através do embutimento das esferas de vidro com borracha de silicone e resina epóxi, figura 22. Para isto utilizou-se nos corpos de prova de silicone, figura 22-a, proporção de 1:5, isto é, uma parte de endurecedor (6,00g) para cinco

partes (30,00g) de borracha de silicone em cada pote de poliestireno com 10,00g do vidro e a mistura foi homogeneizada, sendo o sistema mantido em repouso por 24h para que a reticulação ocorresse.

Para a resina epóxi foi utilizada proporção de 2:1, isto é, duas partes de resina (10,00g) para um parte de endurecedor (5,00g). De modo análogo, as misturas, figura 22-b, contendo 6,00g de vidro foram homogeneizadas e reservadas em potes durante 24h para que houvesse a cura do material.

**Figura 22: Mistura de microesferas de vidro com (a) silicone e (b) resina epóxi.**



Fonte: Autora

Por fim, obtiveram-se corpos de prova a partir da plastificação de tinta acrílica utilizada na sinalização viária horizontal, uma vez que é sabida a melhor interação das esferas e microesferas com tinta termoplástica. Para tal, utilizou-se 10,00g de tinta termoplástica plastificada a 140°C e 5,00g de esferas e microesferas de vidro. A massa foi posta em molde e conformada em prensa mecânica, gerando o corpo de prova da figura 23.

Todos os corpos de prova tiveram suas superfícies lixadas a fim de que a base e a face onde as esferas se encontravam ficassem planas para realizar a medição no microdurômetro, sem que houvesse interferência no momento da indentação.

**Figura 23: Corpo de prova obtido a partir de tinta termoplástica**



Fonte: Autora

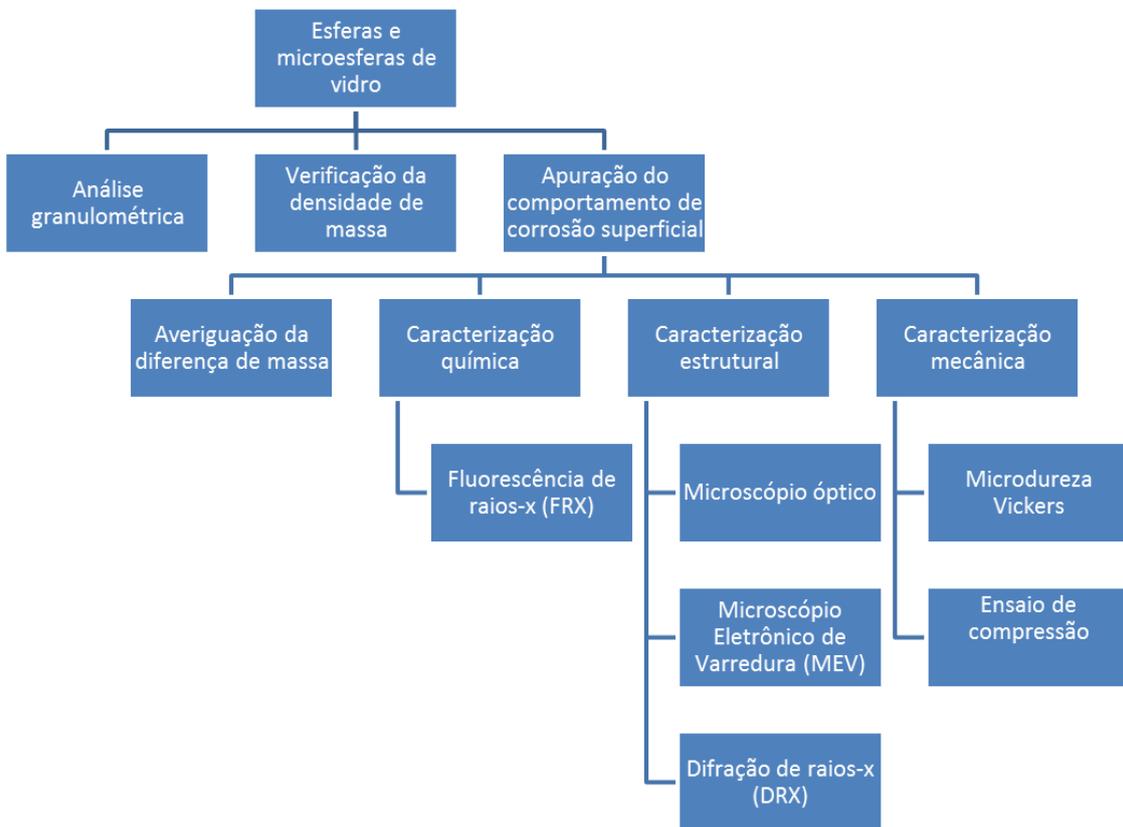
Todos os corpos de prova obtidos foram levados ao microdurômetro para realização do teste de microdureza.

- **Ensaio de compressão**

Com os corpos de prova de resina epóxi produzidos, sessão 4.5, o ensaio de compressão foi realizado sem uso de extensômetro a uma velocidade de 2mm/min. O primeiro corpo de prova possuía diâmetro de 34,00mm e altura de 13mm; e o segundo corpo de prova 33,00mm e 14mm respectivamente.

A figura 9 apresenta o fluxograma que descreve a rotina de procedimentos experimentais adotada neste trabalho.

**Figura 9: Etapas de caracterização da amostra**



Fonte: Autor

## 5.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Análise granulométrica

A tabela 7 traz os valores de esferas e microsferas de vidro retidas em cada uma das aberturas das peneiras.

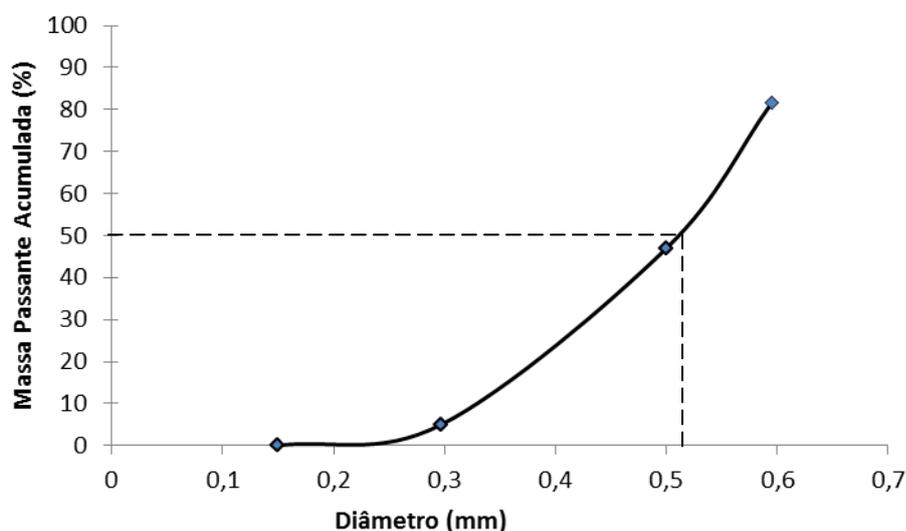
**Tabela 7- Análise granulométrica em massa da amostra de esferas e microsferas de vidro**

Malha N°	Abertura (mm)	Peso (g)	% Retido individual	% Retido acumulado
28	0,595	54,99	18,34	18,34
35	0,500	121,25	40,42	58,76
48	0,297	108,73	36,25	95,01
100	0,149	14,93	4,99	100
Total		299,90	100	100

Fonte: Autora

Observa-se, contudo, através do gráfico 2, que o valor médio do diâmetro do material é de, aproximadamente 0,51565mm. Ao contrário do esperado, a média do diâmetro foi de 12,10% maior comparativamente a análise realizada pela empresa Vimaster, (0,46mm) estando, portanto, fora do padrão esperado. Contudo, há diferença na abertura (mm) das peneiras, o que poderia explicar o erro encontrado, pois não é um método tão preciso.

**Gráfico 2: Análise de granulométrica: massa passante acumulada (%) versus diâmetro da abertura da peneira (mm)**

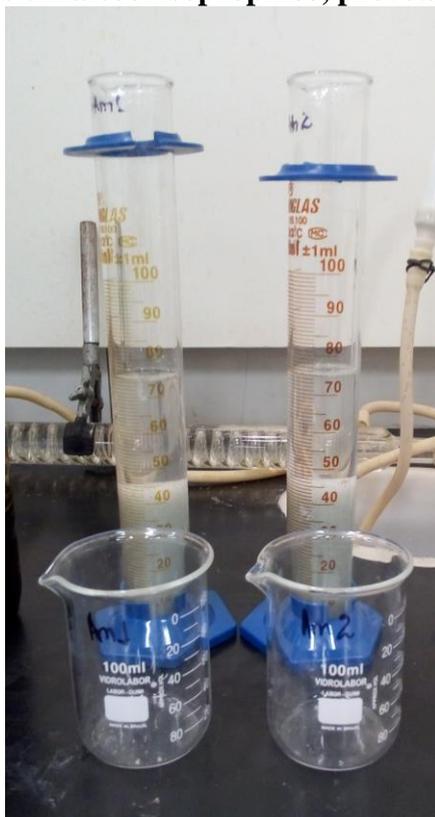


Fonte: Autora

### 5.2 Determinação da densidade de massa

Aguardado o tempo para que as bolhas de ar desprendessem do álcool isopropílico, o volume lido em ambas provetas foi de 74,00mL, como mostrado na figura 24.

**Figura 24: Esferas imersas em álcool isopropílico, provetas indicando o volume final**



Fonte: Autora

O cálculo de densidade de massa foi realizado a partir da equação 2. Sabendo-se massa das amostras foi de 60,00g, o volume inicial de álcool isopropílico foi de 50,00mL e o volume final lido de 74,00mL, a densidade de massa é de 2,50g/mL. Logo, afirma-se as esferas estarem de acordo com a literatura (FALCONE).

### 5.3 Avaliação da resistência à corrosão

A princípio a corrosão foi mensurada a partir da variação de massa das amostras imersas em cada fluido após sua completa secagem. As tabelas 8, 9, 10, 11 e 12 mostram as massas iniciais, finais e a redução percentual das esferas e microesferas de vidro que foram imersas em seus respectivos líquidos.

**Tabela 8- Valores em massa obtidos na resistência à corrosão em água destilada**

	Amostra 1	Amostra 2
Massa inicial (g)	1,5012	1,5008
Massa final (g)	1,4932	1,4927
Redução percentual (%)	0,533	0,539

Fonte: Autora

**Tabela 9- Valores em massa obtidos na resistência à corrosão sob ação de ácido clorídrico**

	Amostra 1	Amostra 2
Massa inicial (g)	10,0000	10,0000
Massa final (g)	9,9882	9,9946
Redução percentual (%)	0,118	0,054

Fonte: Autora

**Tabela 10- Valores em massa obtidos na resistência à corrosão sob ação de água da chuva**

	Amostra 1	Amostra 2
Massa inicial (g)	1,5001	1,5001
Massa final (g)	1,4696	1,4963
Redução percentual (%)	2,03	0,253

Fonte: Autora

**Tabela 11- Valores em massa obtidos na resistência à corrosão sob ação água marinha**

	Amostra 1	Amostra 2
Massa inicial (g)	1,5001	1,5001
Massa final (g)	1,5084	1,4953
Redução percentual (%)	-5,59*	0,319

Fonte: Autora

\* Houve aumento percentual na amostra

**Tabela 12- Valores em massa obtidos na resistência à corrosão sob ação de gasolina**

	Amostra 1	Amostra 2
Massa inicial (g)	1,5001	1,5001
Massa final (g)	1,4743	1,4856
Redução percentual (%)	1,72	0,969

Fonte: Autora

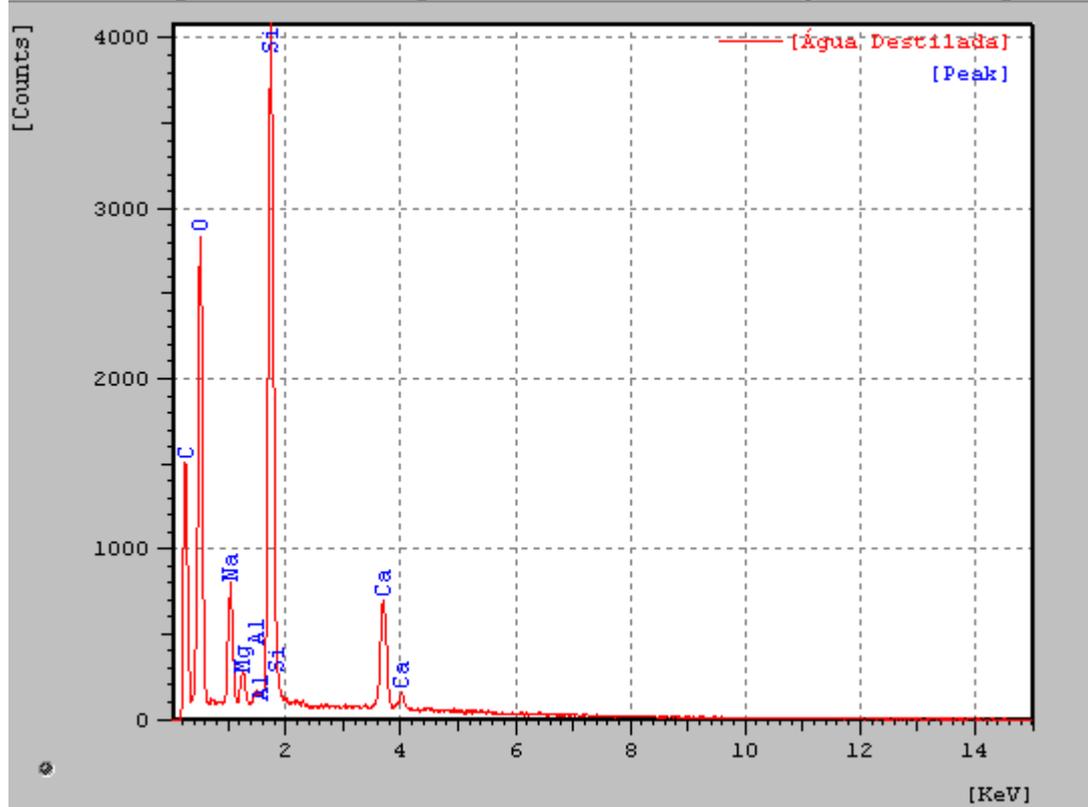
De um modo geral, houve perda de massa nos testes realizados para as amostras, com menor variação percentual para a segunda amostra de ácido clorídrico (0,054%) e maior variação para a primeira amostra de água da chuva (2,03%). Esta diferença pode estar relacionada à perda de material durante a pesagem, uma vez que as esferas possuem alta fluidez (BARBOSA, 2002), à perda do recobrimento com silanol (VIMASTER, 2016), por esferas retidas nos potes onde foram armazenadas durante o tempo para estudo ou mesmo à pontos de corrosão na amostra.

Observou-se, contudo, que mesmo após seca a amostra de gasolina permaneceu com aspecto úmido e aglomerada devido ao processo de silanização sofrido pela amostra que aumenta a interação química entre o composto inorgânico (vidro) e o composto orgânico (gasolina).

#### **5.4 Caracterização química**

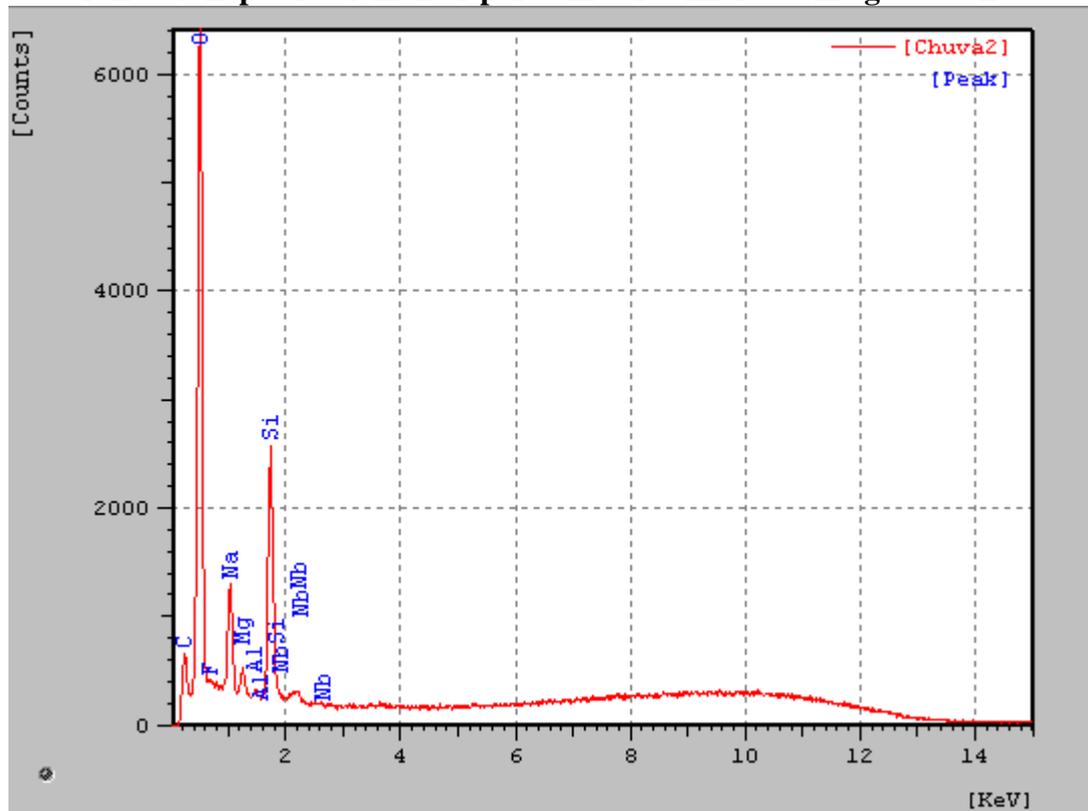
Após os testes em meios líquidos, as análises de fluorescência de raio-X (FRX) foram realizadas com o intuito de obter a composição química elementar de cada uma delas (FERRETI, 2009). Os espectros gerados trazem os picos dos elementos das amostras seguem nos gráficos 3, 4, 5, 6 e 7.

**Gráfico 3: Espectro elementar para amostras imersas em água destilada (padrão)**



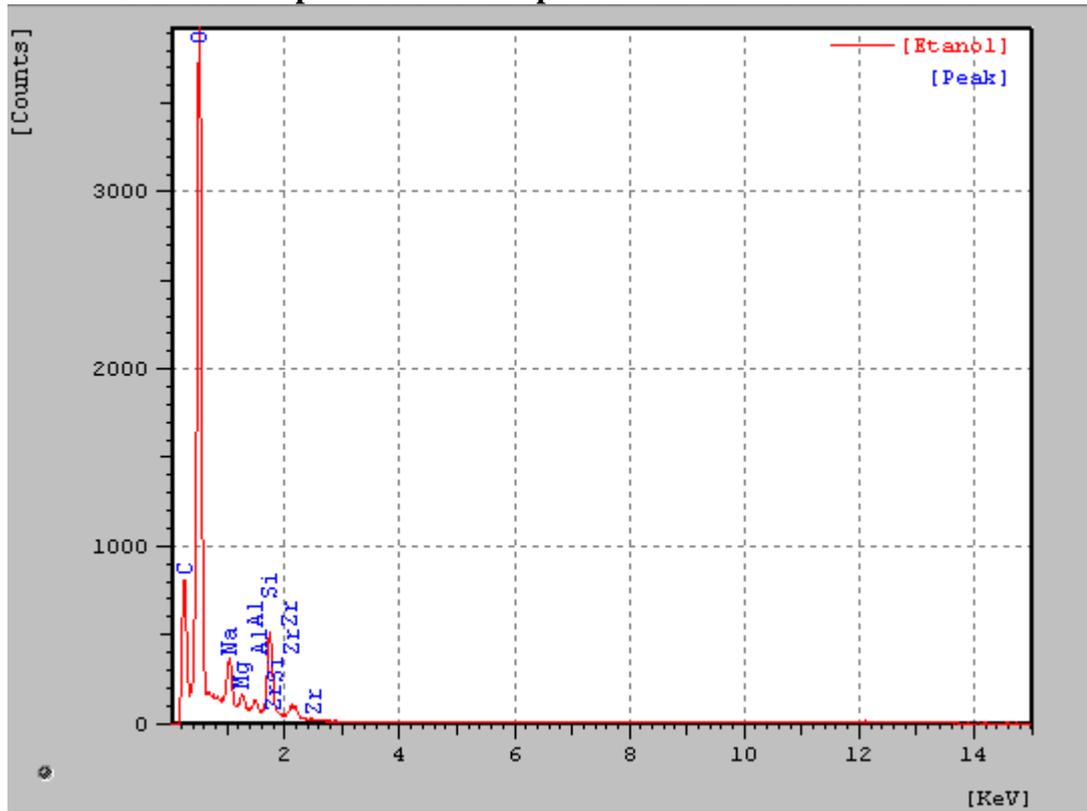
Fonte: Autora

**Gráfico 4: Espectro elementar para amostras imersas em água da chuva**



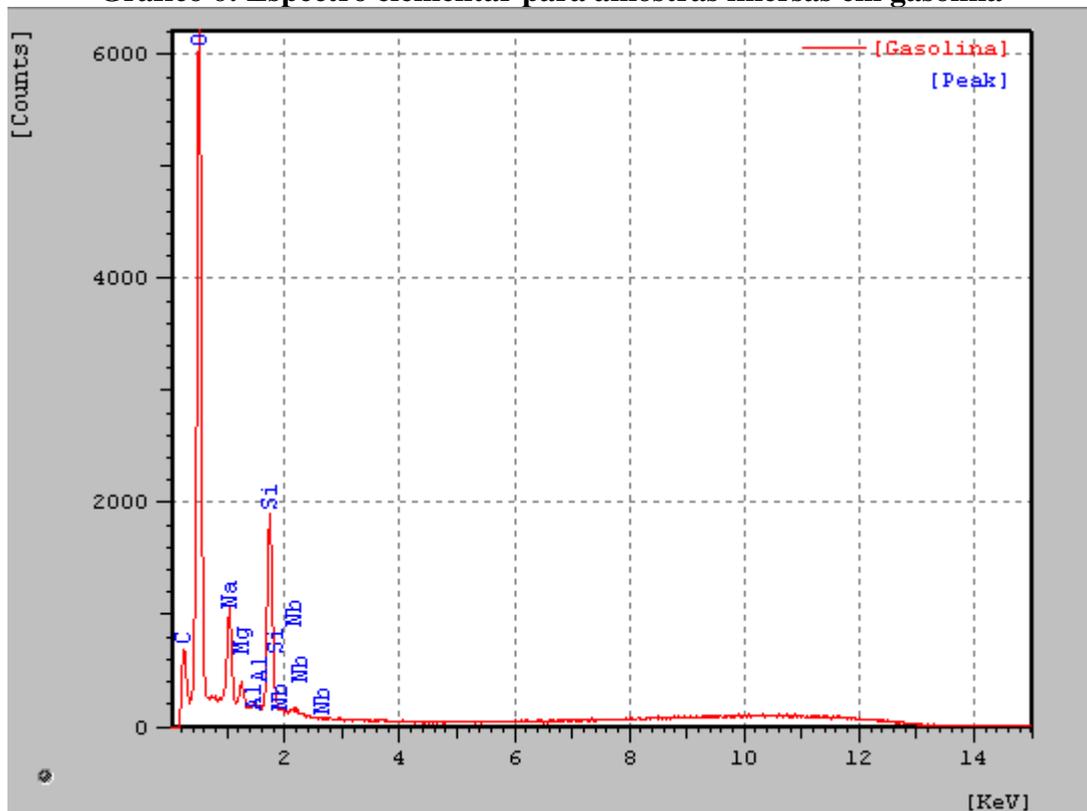
Fonte: Autora

Gráfico 5: Espectro elemental para amostras imersas em etanol



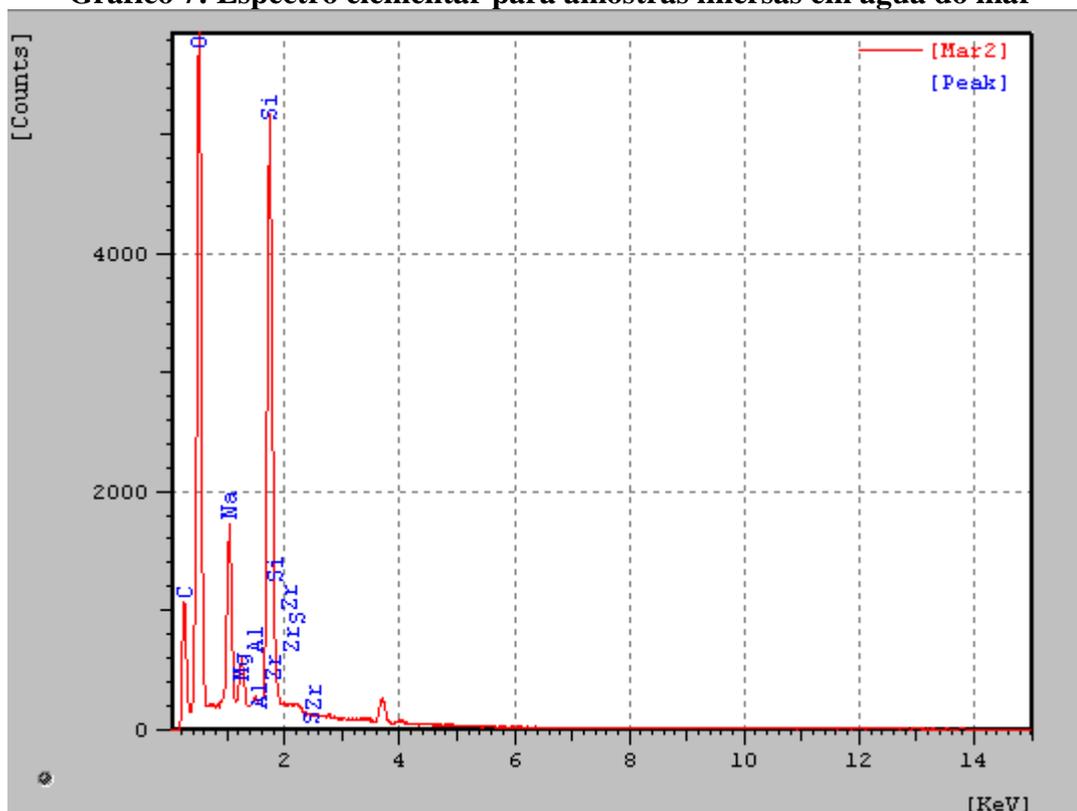
Fonte: Autora

Gráfico 6: Espectro elemental para amostras imersas em gasolina



Fonte: Autora

**Gráfico 7: Espectro elementar para amostras imersas em água do mar**



Fonte: Autora

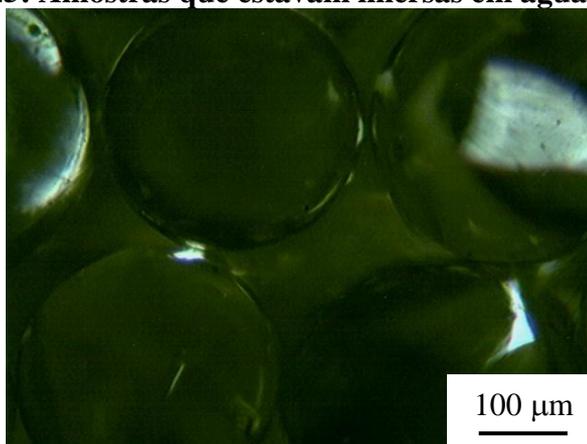
Como era esperado, de acordo com a amostra recebida, tabela 6, e confirmado pelos espectros elementares mostrados, a composição das amostras é baseada nos elementos: Si, Na, Mg e Al. A presença de oxigênio é explicada pelo fato de todos os compostos estarem em forma de óxidos (-XO). Observa-se na amostra padrão a existência de cálcio (Ca) que era previsto de acordo com a amostra recebida. Entretanto, nos outros meios corrosivos os picos relacionados ao elemento cálcio não estão evidenciados. O carbono (C) é um elemento que aparece em todos os gráficos, justifica-se por serem etanol e gasolina compostos orgânicos, hidrocarbonetos, compostos essencialmente de carbono e hidrogênio (CAMPOS, 2012), a água da chuva possui dióxido de carbono ( $\text{CO}_2$ ) dissolvido, bem como a água destilada e a água do mar (SILVA, 2014). Outra justificativa para a os picos de carbono (C) é o fato de o recobrimento com silano orgânico, isto é, de cadeia carbônica principal (ARKLES, 2014). A amostra de etanol apresentou Zinco (Zn) em sua composição, este explicado por resíduo do processamento do fluido (MUÑOZ, 2006). Não foram encontradas na bibliografia referências que justifiquem a presença de nióbio (Nb) nas composições químicas da água da chuva e gasolina, bem como zircônio (Zr) nas amostras imersas em água do mar.

## 5.5 Caracterização estrutural

### 5.5.1 Microscopia óptica

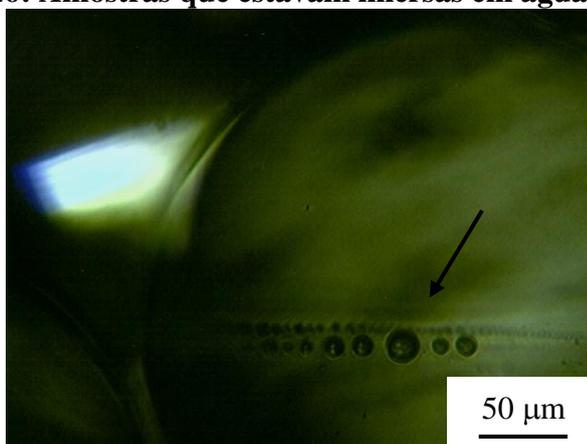
Por ser a água destilada uma água relativamente pura (apesar de destilada, em contato com a atmosfera dilui dióxido de carbono (SILVA, 2014)) e com pH entre 6 e 7 medido com pHmêtro, será utilizada como imagem de comparação para as amostras seguintes. As figuras 25 e 26 mostram a superfície do vidro.

**Figura 25: Amostras que estavam imersas em água destilada**



Fonte: Autora

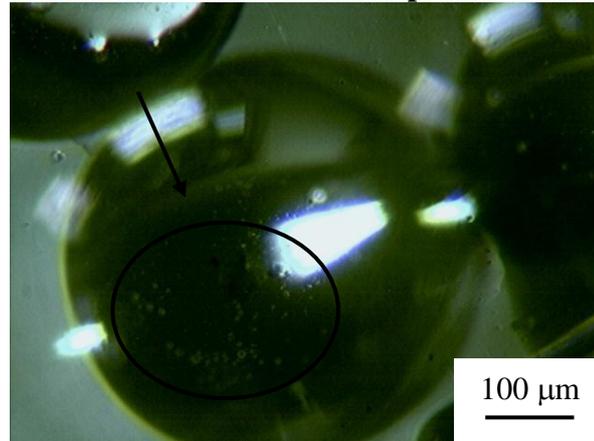
**Figura 26: Amostras que estavam imersas em água destilada**



Fonte: Autora

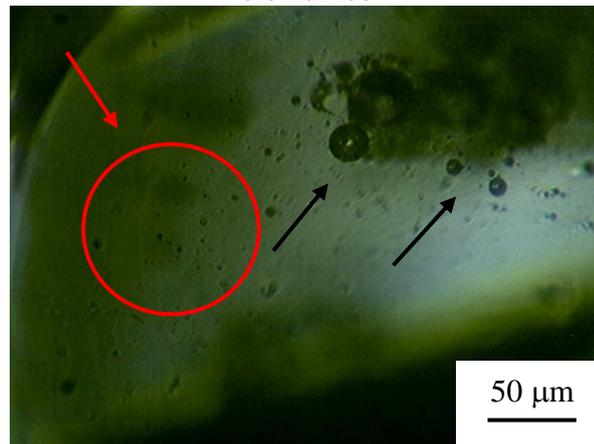
Observa-se que não há pontos ou manchas correspondentes à corrosão nas amostras, apenas defeitos pontuais, como a existência de bolhas inclusas de ar indicadas por seta na figura 26. As figuras 27 e 28 mostram as superfícies de microesferas após ação do ácido clorídrico analisadas em microscópio óptico com ampliação de 100 e 200 vezes, respectivamente, como especificado na norma NBR 16184.

**Figura 27: Superfície de uma esfera de vidro após imersão em ácido clorídrico**



Fonte: Autora

**Figura 28: Superfície de uma amostra de esfera de vidro após imersão em ácido clorídrico**

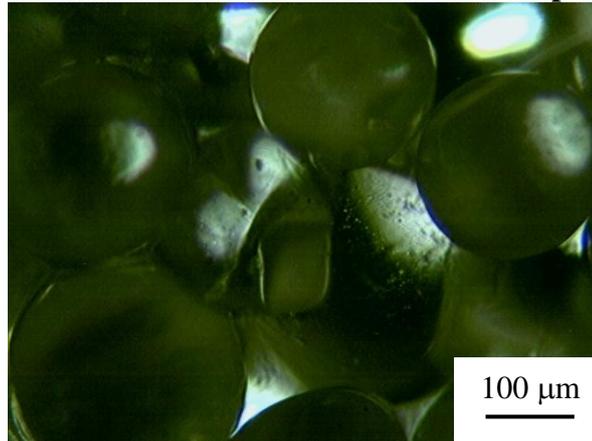


Fonte: Autora

Na figura 27 pode ser vista a inclusão de bolhas na amostra, enquanto na figura 28 observa-se pontos de corrosão no vidro.

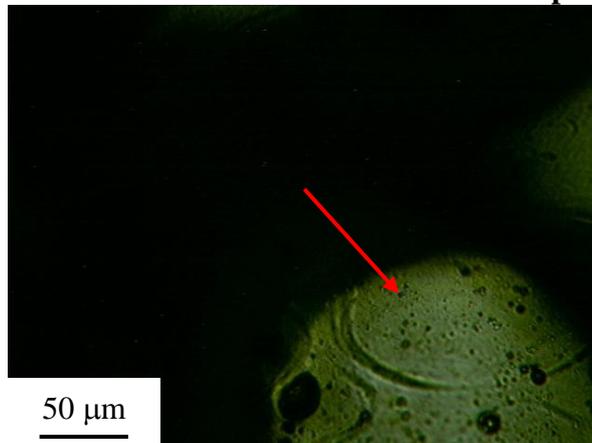
A verificação da resistência à corrosão ao etanol por microscopia óptica pode ser analisada pelas figuras 29 e 30.

**Figura 29: Superfície de uma amostra de esfera de vidro após imersão em etanol**



Fonte: Autora

**Figura 30: Superfície de uma amostra de esfera de vidro após imersão em etanol**

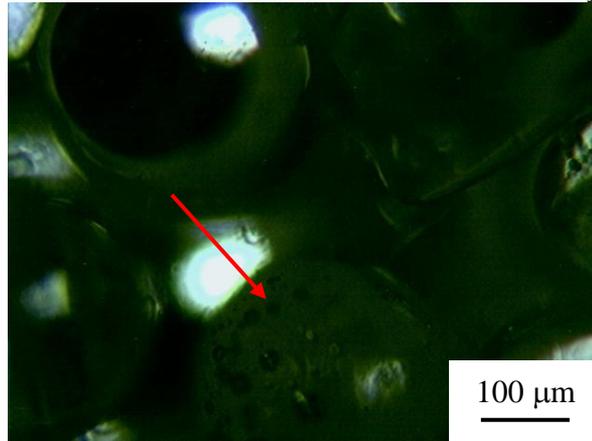


Fonte: Autora

As amostras ficaram imersas sob pH 7,5 o que demonstra baixa alcalinidade no meio. Na figura 30 a superfície do material com alta densidade de imperfeições, estas podem ser pela corrosão sofrida ou mesmo por resquícios de etanol na amostra.

As figuras 31 e 32 foram obtidas para análise de corrosão em água da chuva. É possível observar mais uma vez na figura 31 a presença de inclusões de bolhas.

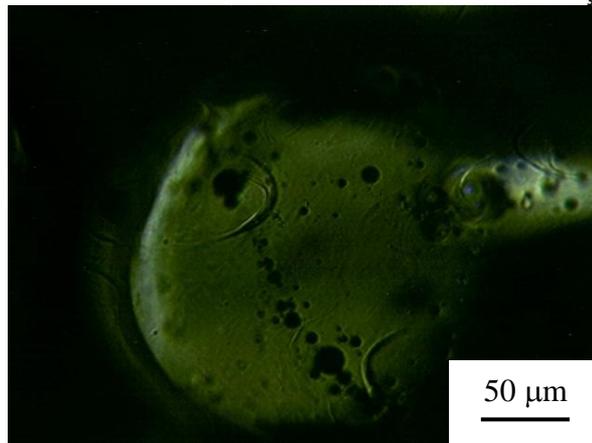
**Figura 31: Superfície de uma amostra de esfera de vidro sob ação da água da chuva**



Fonte: Autora

Na figura 32 há superfície não uniforme, quando comparada com a água destilada, indicando a presença de pontos de corrosão. Ressalta-se que o pH 5,4 para da água da chuva é ácido, o que aumenta as chances de corrosão do material.

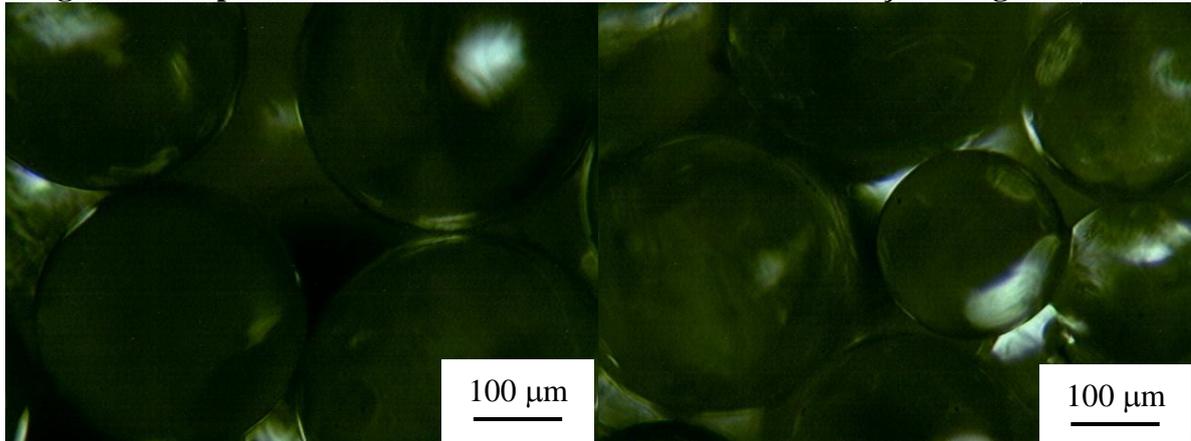
**Figura 32: Superfície de uma amostra de esfera de vidro sob ação da água da chuva**



Fonte: Autora

A superfície do vidro após contato com água marinha, figura 33, assemelha-se à da amostra padrão de água destilada. Isto é, aparentemente, não sofrendo corrosão.

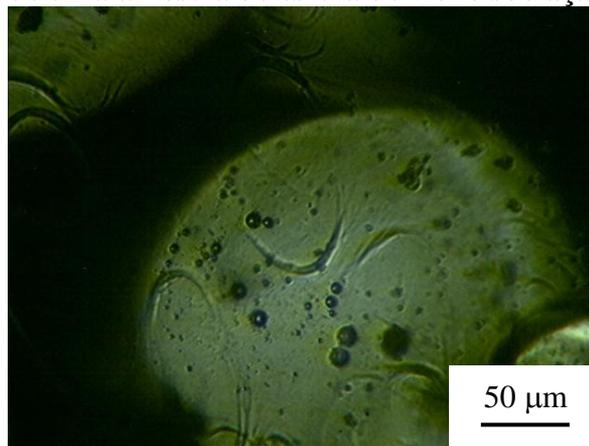
**Figura 33: Superfície de uma amostra de esfera de vidro sob ação da água marinha**



Fonte: Autora

Entretanto, ao ser analisada a figura 34, a amostra apresenta irregularidades tanto como bolhas de ar do processamento, quanto aparência de sujidades decorrentes da água do mar.

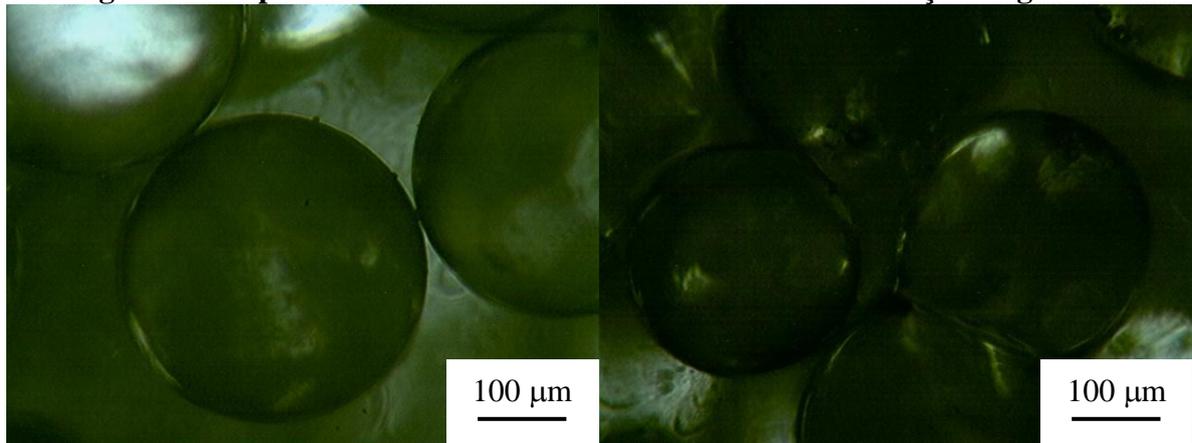
**Figura 34: Superfície de uma amostra de esfera de vidro sob ação da chuva marinha**



Fonte: Autora

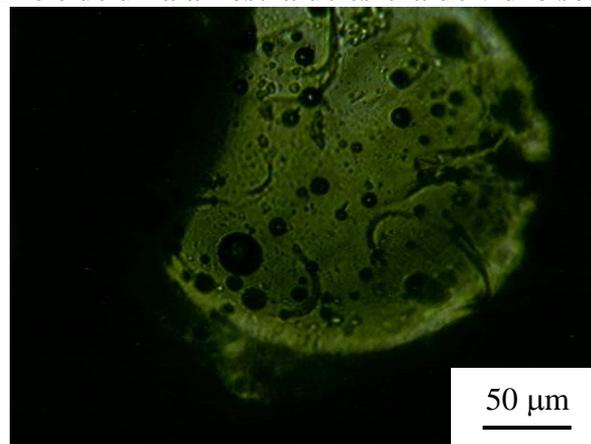
A figura 35 aparenta normalidade na superfície do vidro quando exposto à gasolina. Entretanto, na figura 36, a superfície possui aspecto molhado, o que justifica a aglomeração do material após os testes. Deduz-se que resíduos de gasolina ficaram dispersos sobre as superfícies das esferas.

**Figura 35: Superfície de uma amostra de esfera de vidro sob ação de gasolina**



Fonte: Autora

**Figura 36: Superfície de uma amostra de esfera de vidro sob ação de gasolina**



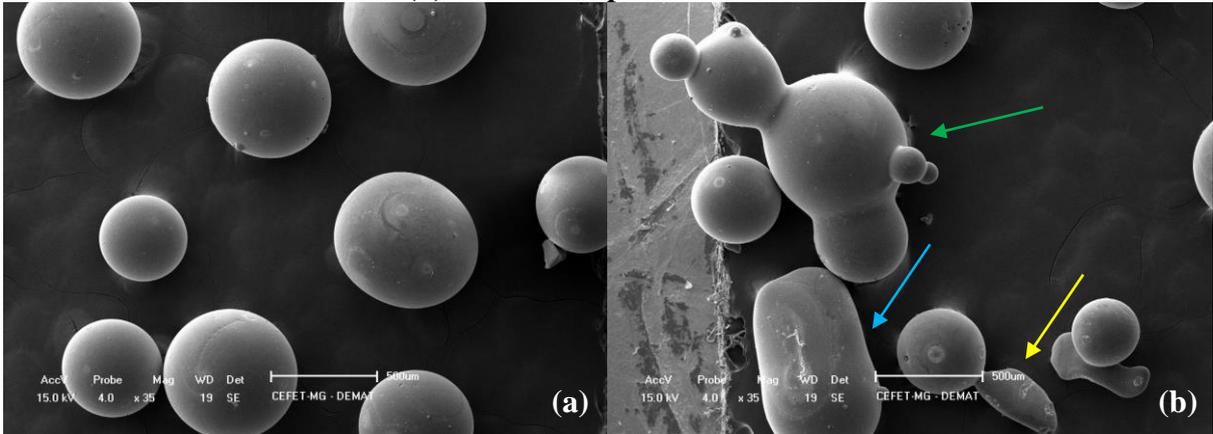
Fonte: Autora

### 5.5.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Com a utilização de um microscópio eletrônico de varredura foi possível melhor visualizar, após metalização, as superfícies de três das amostras testadas: água da chuva (padrão para comparação), água do mar e gasolina. Para a visualização, as esferas foram fixas com fita adesiva no porta amostras de modo que não fluíssem durante a análise.

Como relatado na revisão bibliográfica, o material é esferoidizado, figura 37-a, porém no processamento podem ocorrer casos de falta de fusão do vidro, indicado na figura 37-b pela seta amarela, fusão incompleta gerando partícula em bastonete, indicada pela seta azul, ou mesmo a junção de várias esferas criando uma deformidade no material, indicado pela seta verde.

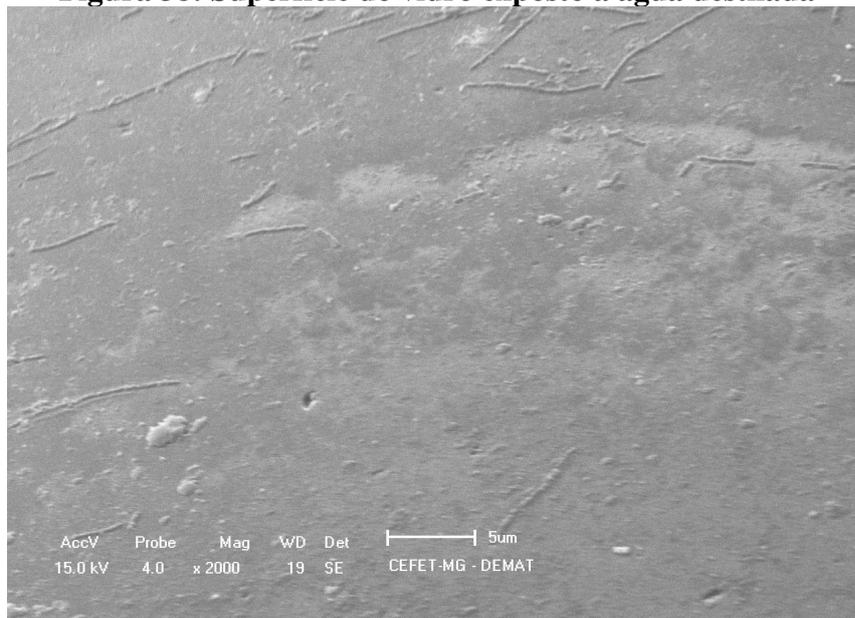
**Figura 37: Imagem de MEV para amostras expostas a água destilada (a) esferoidizada; (b) defeitos de processamento**



Fonte: Autora/ Laboratório de Caracterização- CEFET-MG

A figura 38 traz a superfície do vidro exposto à água destilada. Observa-se que a superfície é relativamente lisa, sem presença de manchas ou pontos que possam indicar a corrosão.

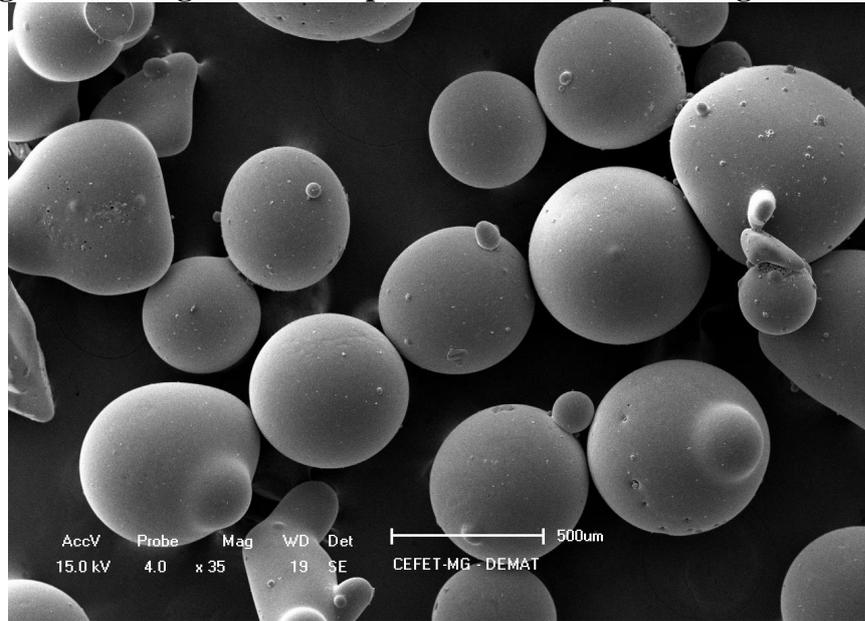
**Figura 38: Superfície do vidro exposto à água destilada**



Fonte: Autora/ Laboratório de Caracterização- CEFET-MG

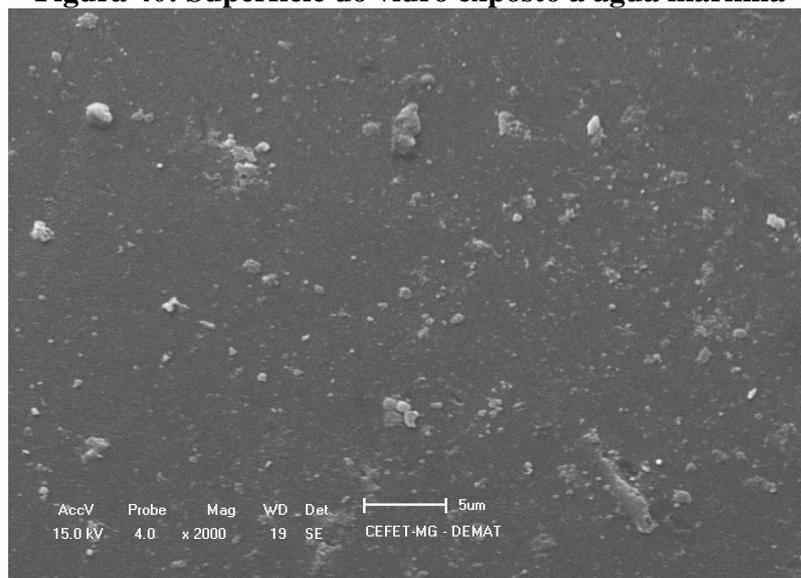
As esferas que estavam sob ação da água do mar, figura 39, ao contrário das da água destilada, apresentam pontos em sua superfície, figura 40, que podem estar relacionados à sujidades e à corrosão (PERKOFF, 2011).

**Figura 39: Imagem de MEV para amostras expostas à água marinha**



Fonte: Autora/ Laboratório de Caracterização- CEFET-MG

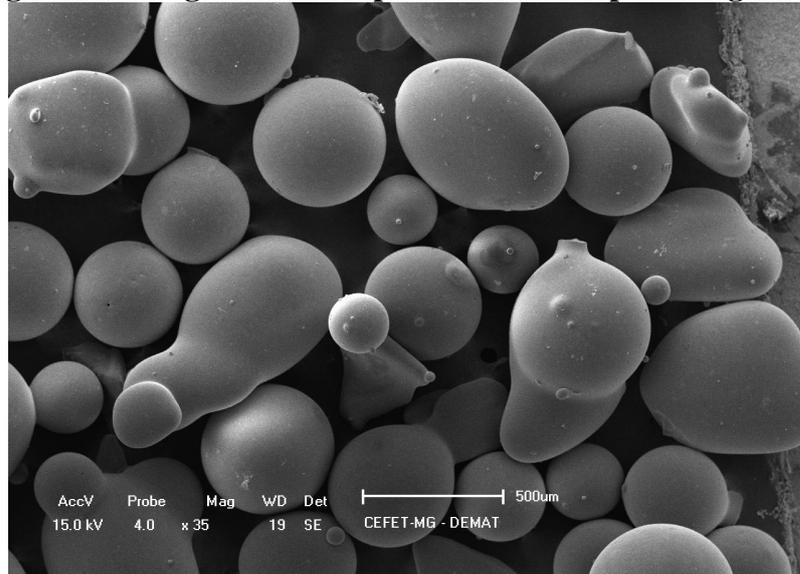
**Figura 40: Superfície do vidro exposto a água marinha**



Fonte: Autora/ Laboratório de Caracterização- CEFET-MG

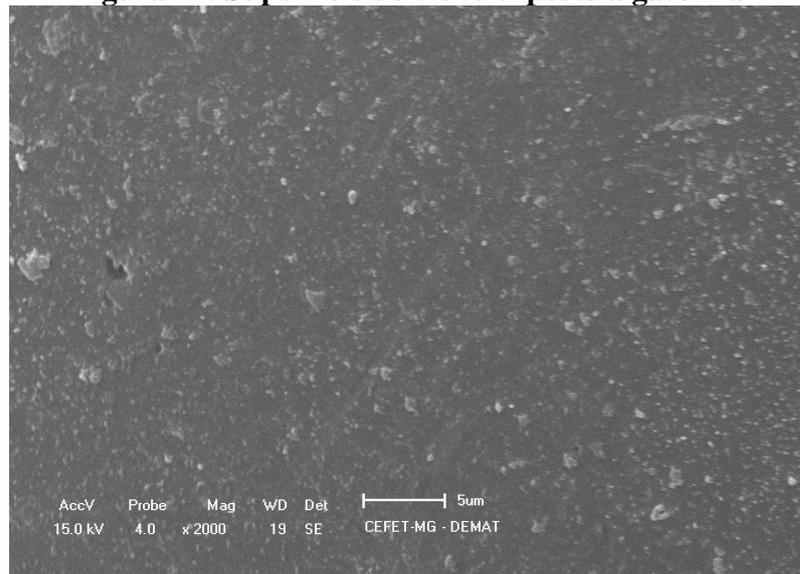
As amostras submetidas à ação de gasolina, quando comparadas a primeira e a segunda, apresentaram maior densidade de pontos brancos (que podem estar relacionados à corrosão e/ou sujidade, resíduos de gasolina ou deposição de sílica (GEISLER, 2014)) tanto para a figura 41, quanto para a figura 42.

**Figura 41: Imagem de MEV para amostras expostas à gasolina**



Fonte: Autora/ Laboratório de Caracterização- CEFET-MG

**Figura 42: Superfície do vidro exposto a gasolina**

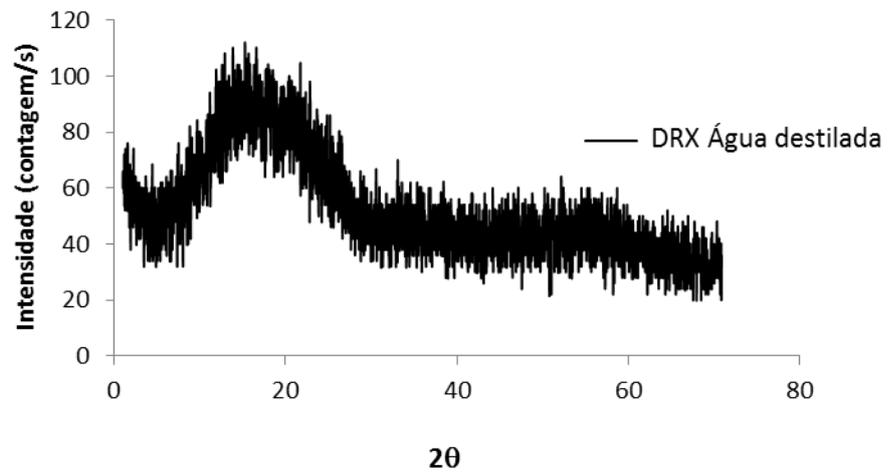


Fonte: Autora/ Laboratório de Caracterização- CEFET-MG

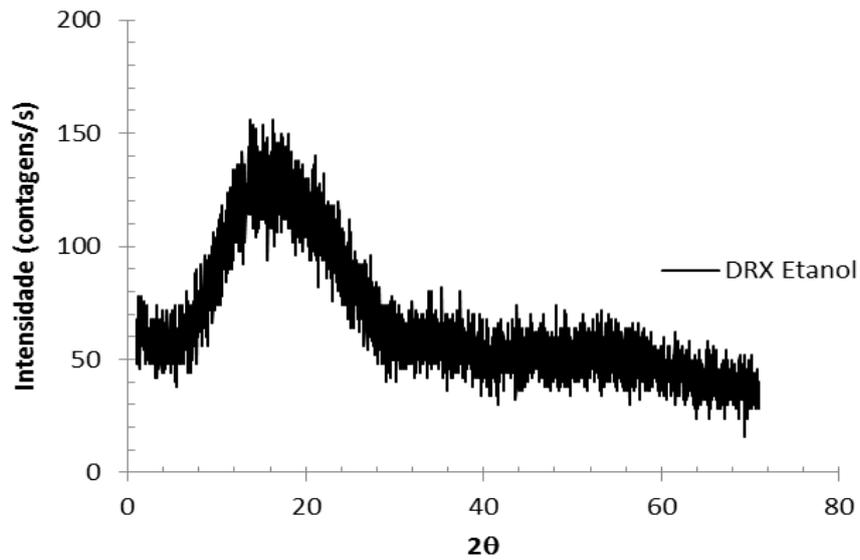
Estudo realizado por Tournié (2008) mostra a superfície do vidro em imagens de MEV que podem ser relacionadas à crateras de corrosão/ pites.

### 5.5.3 Difração de raio-x (DRX)

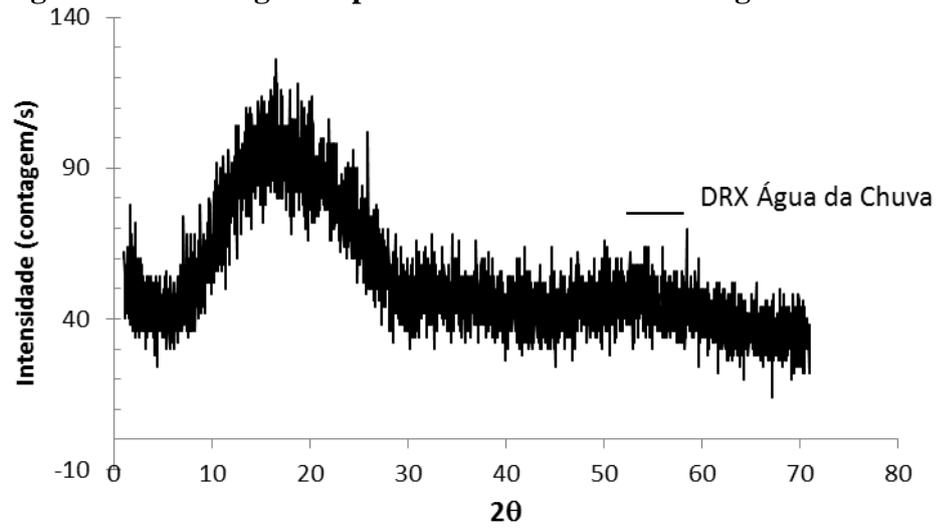
Os difratogramas gerados pelo dispositivo de DRX indicam que todos os sistemas apresentam estruturas semelhantes. Não sendo possível identificar picos cristalinos nos gráficos, diz-se ser um material amorfo. A seguir, nas figuras de 43 a 47, os difratogramas para cada tipo de amostra.

**Figura 43: Difratoograma para a amostra imersa em água destilada**

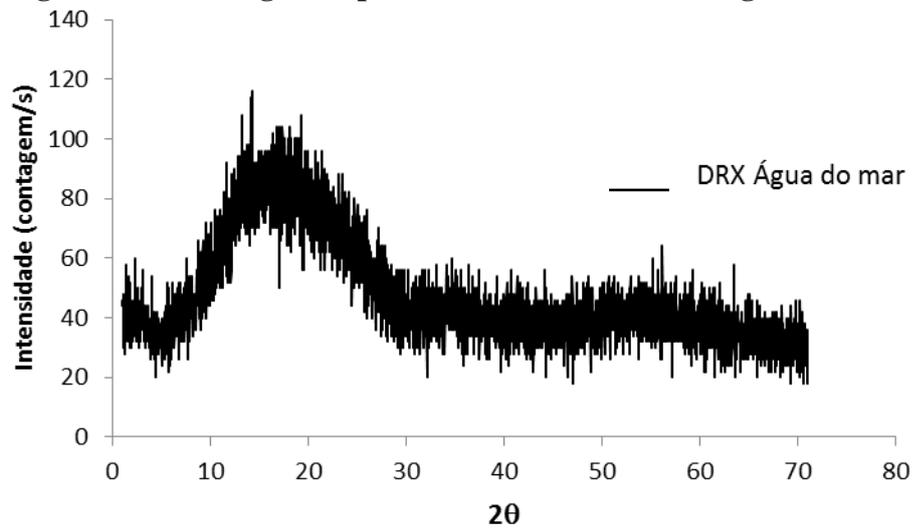
Fonte: Autora

**Figura 44: Difratoograma para a amostra imersa em etanol**

Fonte: Autora

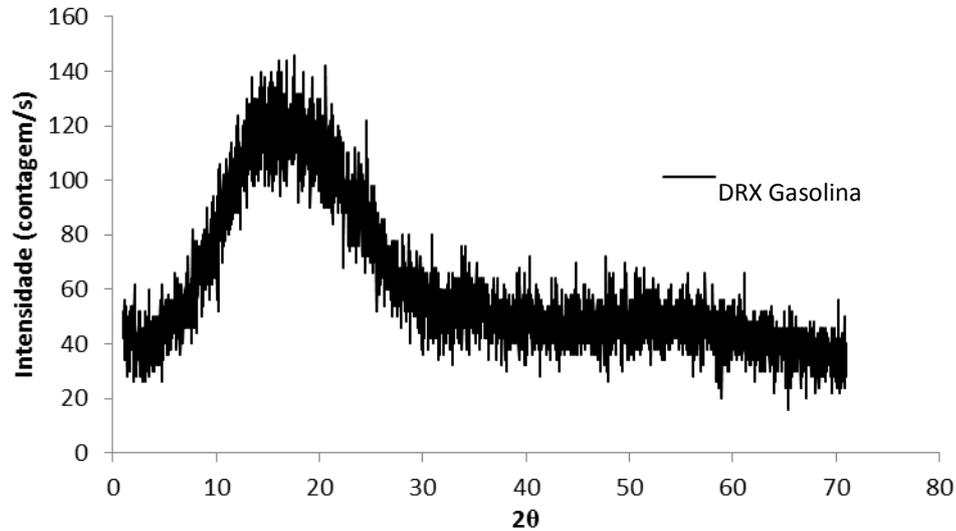
**Figura 45: Difratoograma para a amostra imersa em água da chuva**

Fonte: Autora

**Figura 46: Difratoograma para a amostra imersa em água do mar**

Fonte: Autora

**Figura 47: Difratoograma para a amostra imersa em gasolina**

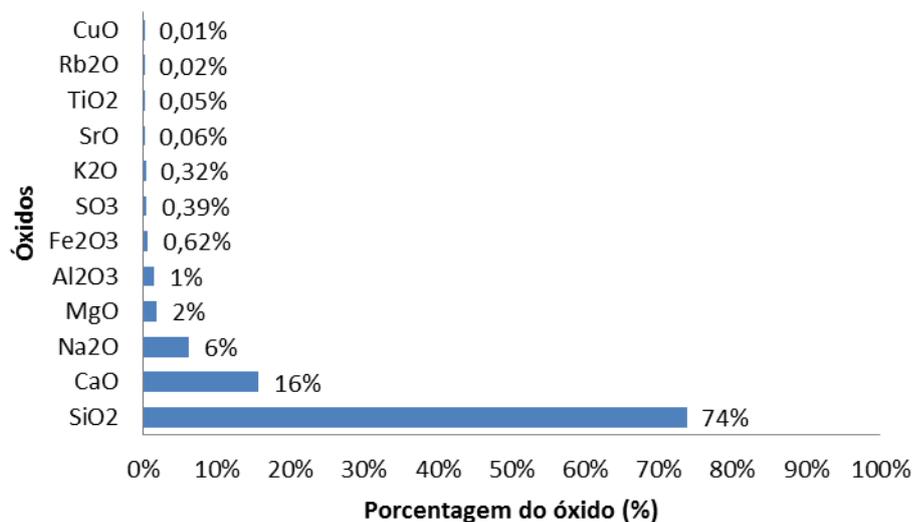


Fonte: Autora

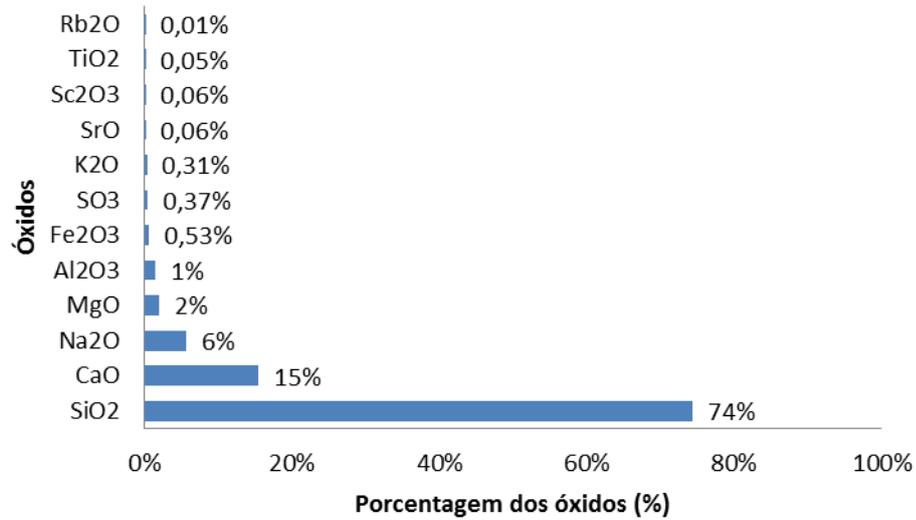
#### 5.5.4 Espectrometria de energia dispersiva de raios-x – (EDS)

A análise química também foi realizada em porcentagem de óxido para cada amostra. Os gráficos de 8 a 12 a seguir mostram a parcela de cada óxido na amostra após os testes de corrosão. De acordo com o material recebido, tabela 6, a composição química básica em óxido, dada por porcentagem, seria: >65% SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1%, CaO 10%, MgO 4%, Na<sub>2</sub>O 12%, K<sub>2</sub>O 2% e Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,2%, não havendo contagem dos óxidos secundários. A média observada para a composição química básica foi: SiO<sub>2</sub> 74%, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 1%, CaO 16%, MgO 2%, Na<sub>2</sub>O 6%, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,62%, K<sub>2</sub>O 0,32%. Apesar de não aparecer nos espectros elementares da difração de raio-X (DRX) o cálcio, componente primordial para o vidro sodo-cálcico, aparece em percentuais similares na análise por EDS.

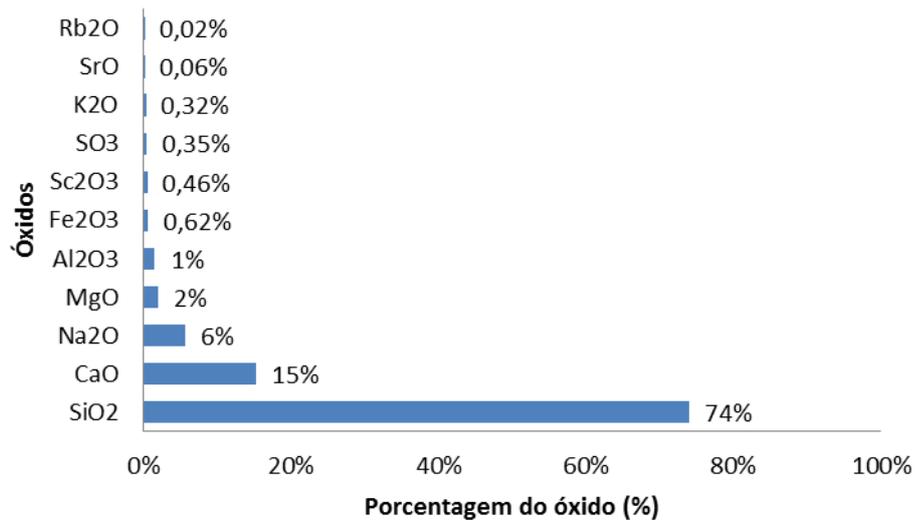
**Gráfico 8: Porcentagem de óxido na amostra de água destilada**



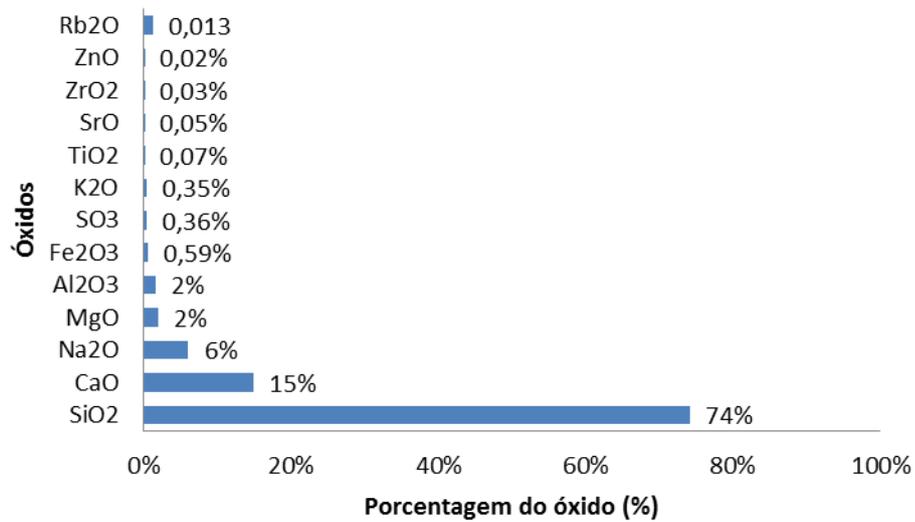
Fonte: Autora

**Gráfico 9: Porcentagem de óxido na amostra de água da chuva**

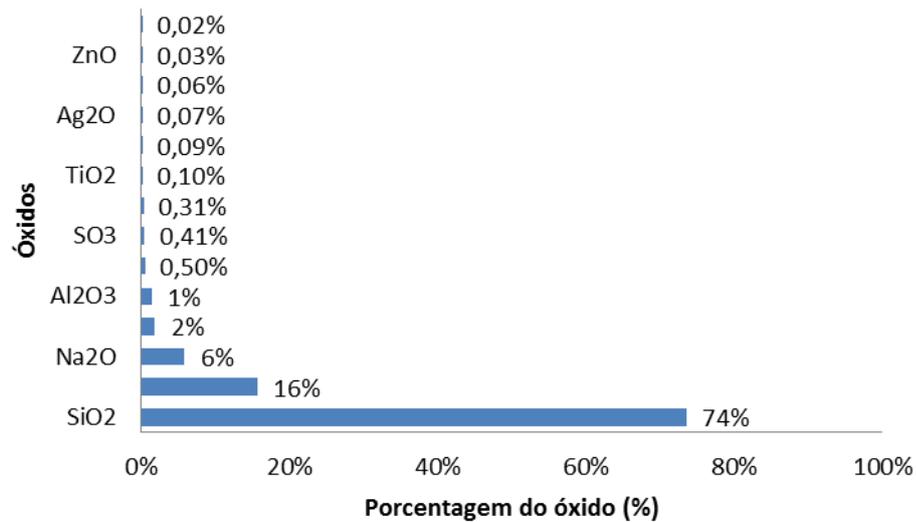
Fonte: Autora

**Gráfico 10: Porcentagem de óxido na amostra de etanol**

Fonte: Autora

**Gráfico 11: Porcentagem de óxido na amostra de água marinha**

Fonte: Autora

**Gráfico 12: Porcentagem de óxido na amostra de gasolina**

Fonte: Autora

## 5.6 Caracterização mecânica

### 5.6.1 Ensaio de microdureza

Os ensaios de microdureza foram feitos com as esferas embutidas em resina acrílica e resina epóxi, uma vez que não houve adesão suficiente do vidro a borracha de silicone e com a tinta termoplástica o contraste foi insuficiente para visualização das mesmas.

Não foi possível realizar o cálculo de microdureza quando em resina epóxi, pois a diagonal do prisma não era suficientemente nítida para tal.

Em resina acrílica, 12 (doze) medidas de microdureza foram feitas e, em seguida, calculada a média aritmética entre elas, com devido desvio padrão de 31,329839. A tabela 13 mostra os resultados individuais e a média final das medidas.

**Tabela 13- Valores de microdureza**

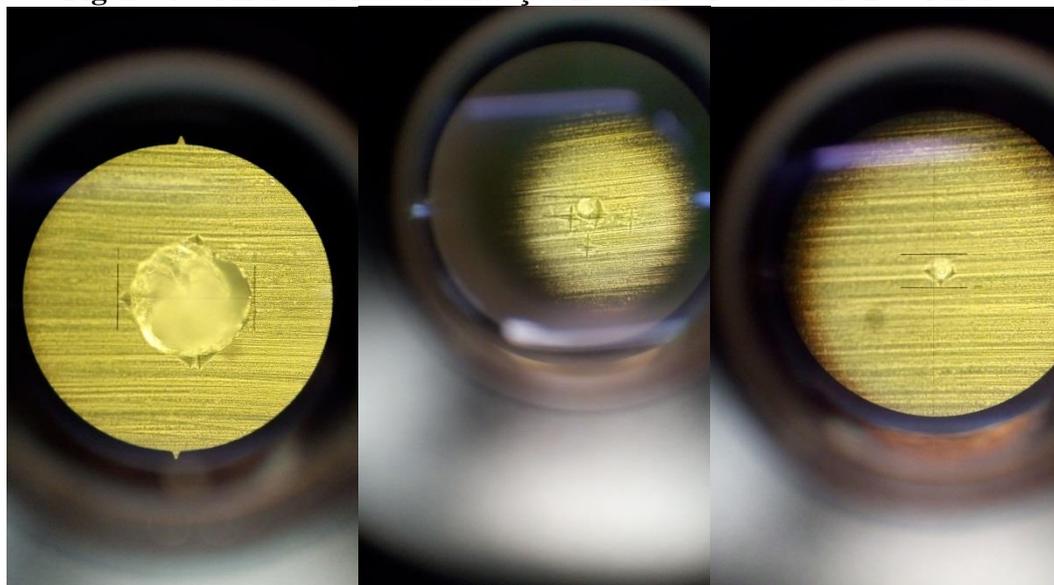
Medição	Valor (HV)
1	14,9
2	17,5
3	88,1
4	98,07
5	23,8
6	21,6
7	13,3
8	0,66
9	0,56
10	1,94
11	6,55
12	15,6
Média aritmética	25,215

Fonte: Autora

Em seguida, também, realizou-se o ensaio apenas na resina, resultando num valor de 14,5HV. Estima-se que a dureza Vickers das esferas e microesferas de vidro esteja entre 447HV e 554HV (GLASSBEADS, 2016), logo o teste de microdureza foi ineficaz.

A figura 49 mostra algumas das microesferas encontradas no corpo de prova e utilizadas para a realização do ensaio.

**Figura 49: Microesferas e identificação nas amostras de dureza Vickers**



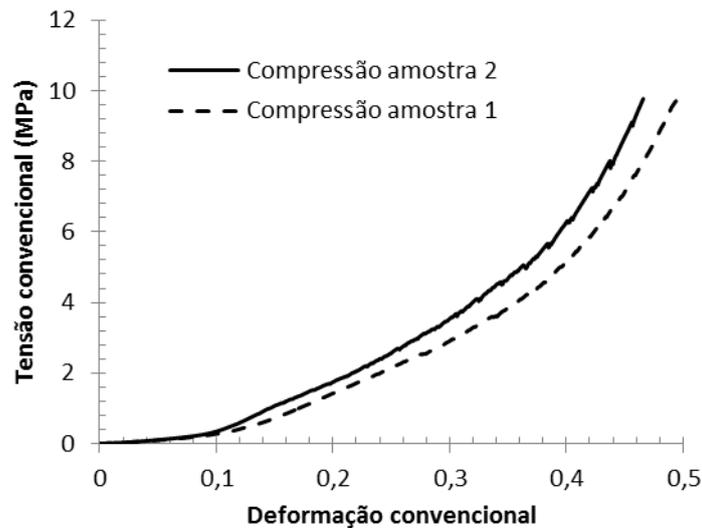
Fonte: Autora

### 5.6.2 Ensaio de compressão

Durante o ensaio de compressão observou-se que houve deslizamento da camada de esferas e microesferas de vidro que estavam na resina epóxi. Este deslizamento deve-se à segregação do vidro por ter havido baixa dispersão no polímero, além de alta quantidade de carga. Por

isso, o ensaio foi cessado antes da ruptura dos corpos de prova. O gráfico 13 traz as curvas de tensão convencional (MPa) *versus* deformação convencional para as amostras 1, 2. A evidência que as amostras possuíram diferença pouco significativa de deformação para uma mesma tensão. Por exemplo, para uma tensão de 8MPa a deformação convencional para a amostra 1 é de, aproximadamente, 0,47 e para a amostra 2 é de, aproximadamente, 0,44.

**Gráfico 13: Sobreposição das curvas de tensão convencional (MPa) *versus* deformação convencional de ambas amostras**



Fonte: Autora

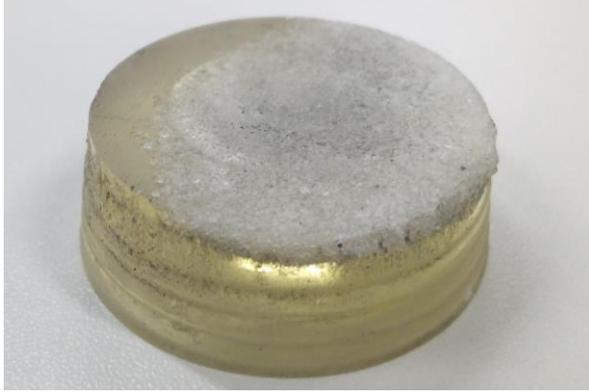
Os corpos de prova após a o ensaio de compressão são mostrados na figura 50 e 51.

**Figura 50: Amostra 1 após ensaio de compressão**



Fonte: Autora

**Figura 51: Amostra 2 após ensaio de compressão**



Fonte: Autora

## 6. CONCLUSÃO

- a) Os resultados advindos das diferentes técnicas de caracterização utilizadas neste trabalho demonstraram que as esferas e as microesferas de vidro estão em conformidade com a análise fornecida pela empresa e que se trata de um material halo amorfo, isto é, não cristalino;
- b) A análise estrutural identificou corrosão superficial no vidro, além de resíduos de líquidos utilizados, como foi o caso da gasolina, algo que merece estudos mais aprofundados em pesquisas futuras;
- c) Verificou-se a perda de massa das esferas e microesferas de vidro após o mergulho em todos os meios avaliados neste trabalho;
- d) A caracterização mecânica foi inconclusiva, pela dificuldade em desenvolver um método que seja adequado ao tamanho minimizado das esferas de vidro.

## 7. REFERÊNCIAS

3M COSMETIC MICROSPHERES. **Soluções simples para problemas complexos.** Disponível em: <[http://solutions.3m.com.br/3MContentRetrievalAPI/BlobServlet?locale=pt\\_BR&lmd=1260943342000&assetId=1258559160567&assetType=MMM\\_Image&blobAttribute=ImageFile](http://solutions.3m.com.br/3MContentRetrievalAPI/BlobServlet?locale=pt_BR&lmd=1260943342000&assetId=1258559160567&assetType=MMM_Image&blobAttribute=ImageFile)> Acesso em: 19 de janeiro de 2016.

ABNT NBR 16184. **Sinalização horizontal viária- Esferas e Microesferas de vidro- Requisitos e métodos de ensaio.** ABNT. 2013. 29p.

AKERMAN, Mauro. **Natureza, estrutura e propriedades do vidro.** Saint-Goblan: vidros Brasil. CETEV- Centro Técnico de Elaboração de Vidros. Nov. 2000. p.14-17.

ARKELS, B. **Silane coupling agents: Connecting across boundaries**, v3. 0, Gelest. Inc, Morrisville, PA, 2014.

BARBOZA, A. C. R. N.; De Paoli, M. A. **Polipropileno Carregado com Microesferas Ocas de Vidro (Glass Bubbles™): Obtenção de Espuma Sintática.** São Paulo. Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 12, nº 2, p. 130-137, 2002.

BARROS, C. **Apostila de vidros: materiais de construções/edificação.** Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Sul Rio-Grandense. Campus Pelota. Outubro de 2010. p 5-6.

BARROS, E.C. F; J.R.Martinelli; F.F.Sene. **Estudo do processo de esferoidização por queda gravitacional de partículas vítreas visando à aplicação em radioterapia interna seletiva.** 55º Congresso Brasileiro de Cerâmica, 29 de maio a 01 de junho de 2011, Porto de Galinhas, PE, Brasil.

BEDIN, Valcimir. **Microesferas.** Fevereiro de 2011. Disponível: <<http://www.cosmeticsonline.com.br/2011/noticias/detalhes-colunas/41/microesferas>>. Acesso em 16 de janeiro 2016.

BÍBLIA. Português. Marcos. **Bíblia Sagrada.** Tradução da CNBB. São Paulo: Editora Canção Nova, 2011. p.1254.

BRANCO, M. Adriano. **Segurança rodoviária.** São Paulo. Editora CL-A Cultural Ltda. 1999.

BRASIL. **Código de trânsito brasileiro.** Disponível em: <[http://www.planalto.gov.br/ccivil\\_03/LEIS/L9503.htm](http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/LEIS/L9503.htm)>. Acesso em 25 de novembro de 2015.

BRASIL. **DENATRAN.** Disponível em: <<http://www.denatran.gov.br/snt.htm>>. Acesso em 25 de novembro de 2015.

**Capítulo 4- Resultados experimentais para a determinação dos novos propantes.** Disponível em: <[http://www.maxwell.vrac.puc-rio.br/16581/16581\\_5.PDF](http://www.maxwell.vrac.puc-rio.br/16581/16581_5.PDF)> Acesso em: 2 de Março de 2016

CASTILHO, F. B. **Sobre a Compiscuidade, legibilidade e retrorefletividade das placas de sinalização viária.** 2009. 100. Dissertação- Escola de Engenharia de São Carlos. São Paulo, 2009.

DAY, Delbert; Worse, Paul. **Microesferas de vidro rastreiam explosivos.** Universidade Missouri-Rolla. Estados Unidos, 2003. Disponível em:

<<http://www.inovacaotecnologica.com.br/noticias/noticia.php?artigo=010160031118>>  
Acesso em 23 de setembro de 2015.

DNER, 1998. **Esferas de vidro para sinalização rodoviária horizontal**. Disponível em: <http://ipr.dnit.gov.br/normas-e-manuais/normas/especificacao-de-material-em/dner-em379-98.pdf>. Acesso em 01 de Dezembro de 2016.

FALCONE, Roberto; Ceola, Stefano; Daeno, Antonio; Maurina, Stefano. **The role of sulfur compounds in coloring and melting kinetics of industrial glass**. Reviews in Mineralogy & Geochemistry. Vol. 73, p. 113-141, 2011. Disponível em: <<http://rimg.geoscienceworld.org/content/73/1/113/F2.large.jpg>> Acesso: 4 de Março de 2016.

FERRETTI, Marco; TIRELLO, Regina Andrade. Princípios e aplicações de espectroscopia de fluorescência de Raios X (FRX) com instrumentação portátil para estudo de bens culturais. **Revista CPC**, n. 7, p. 74-98, 2009.

GEISLER, Thorsten et al. The mechanism of borosilicate glass corrosion revisited. **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 158, p. 112-129, 2015.

GLASSBEADS. **Esferas e microesferas de vidro: especificações técnicas**. Disponível em <<http://www.glassbeads.com.br/>> Acesso em 01 de dezembro de 2016.

GRASS, N. Robert; Heckel, Reinhard; Puddu, Michaela; Paunescu, Daniela; Stark, J. Wendelin. **Robust Chemical Preservation of Digital Information on DNA in Silica with Error-Correcting Codes**. Angewandte Chemie International Edition. Vol.: 54, 8, 2552-2555, 2015.

HERNANDES, L. Noel. **Forno para produção de micro esferas de vidro ou qualquer outro material termoplástico com características físico/térmica controláveis dentro da faixa operacional do forno**. São Paulo. Patentes Online. nº 1810. 2015. Disponível em: <<http://www.patentesonline.com.br/forno-para-produ-o-de-micro-esferas-de-vidro-ou-qualquer-outro-material-termopl-stico-72249.html>> Acesso em: 15 de janeiro de 2016.

MAGNANELLI, Nelí P, 2012. **Composição da gasolina**. Disponível em <[http://www.cvs.saude.sp.gov.br/up/8%20-%20Composi%C3%A7%C3%A3o%20da%20Gasolina%20-%20Nel%C3%AD%20Pires%20Magnanelli%20\(DVST\).pdf](http://www.cvs.saude.sp.gov.br/up/8%20-%20Composi%C3%A7%C3%A3o%20da%20Gasolina%20-%20Nel%C3%AD%20Pires%20Magnanelli%20(DVST).pdf)> Acesso em 01 de dezembro de 2016.

MICROESFERA. **Microesfera de vidro para jateamento**. Disponível em: <<http://www.microesfera.com.br/?products=microesfera-de-vidro>> Acesso em 25 de Março de 2016.

MUÑOZ, Rodrigo Alejandro Abarza. **Desenvolvimento de métodos eletroanalíticos (análise por redissolução e eletroforese capilar) para a determinação de metais e ânions em combustíveis e derivados de petróleo**. 2006. Tese de Doutorado. Universidade de São Paulo.

OMS. **Global Status of road safety 2015**. WHO Library Cataloguing-in-Publication Data. 2015.

PEDRETTI, Ivana. **Pó compacto Mezzo**. 20 de setembro de 2015. Disponível: <<http://www.ivanapedretti.com.br/blog/tag/fotoprotetor/>>. Acesso em: 16 de janeiro de 2016.

Perkoff, S., Bers, S.: **Destruction of glass surfaces: Inevitable or preventable?**, Int. Glass Rev., 2, (2001), 23-28.

R.G.P International. **Esferas em vidro sodo-cálcico**. Disponível em: <<http://www.rgpballs.com/pt/products/ESFERAS/ESCOLHA-%C3%81PIDA/VIDRO/esferas-em-vidro-s%C3%B3dico-c%C3%A1lcico>> Acesso em: 2 de Março de 2016.

RIBEIRO, JLP et al. Predição das propriedades elásticas de compósitos termoestruturais com reforço multidirecional. **Revista Matéria**, v. 13, n. 1, p. 33-48, 2008.

RODRIGUES, Joyce. **Bubble Glass**. 17 de agosto de 2015. Disponível em: <<http://www.negocioestetica.com.br/bubble-glass/>>. Acesso em: 19 de janeiro de 2016.

RODRIGUES, M. Carlos. **Manual do planeamento de acessibilidades e transportes: sinalização rodoviária**. Porto: CCDRN, dezembro de 2008. 72p.

SFEROLUX. **Ficha de informações de segurança de produtos químicos**. 2014. Disponível em: <<http://sferolux.com.br/ckfinder/userfiles/files/FICHA%20DE%20SEGURAN%C3%87A%20ME.pdf>>. Acesso em 26 de janeiro de 2016.

SILVA, Ronaldo da Luz, 2014. **Qual a diferença entre água destilada e água deionizada?**. Disponível em <<http://quimicaensinada.blogspot.com.br/2014/10/qual-e-diferenca-entre-agua-destilada-e.html>> Acesso em 31 de novembro de 2016.

SITE 3M. **Sobre as microesferas de vidro: a história das 3M glass bubble**. Disponível em: <[http://solutions.3m.com.br/wps/portal/3M/pt\\_BR/Glass/Bubbles/Products/About\\_Glass\\_Bubbles/](http://solutions.3m.com.br/wps/portal/3M/pt_BR/Glass/Bubbles/Products/About_Glass_Bubbles/)> Acesso em: 25 de novembro de 2015.

TECJATO. **Microesfera de vidro**. Disponível: <<http://www.tecjato.com.br/abrasivos/microesfera-de-vidro>> Acesso em 15 de janeiro de 2016.

TOURNIÉ, A.; RICCIARDI, P.; COLOMBAN, Ph. Glass corrosion mechanisms: A multiscale analysis. **Solid State Ionics**, v. 179, n. 38, p. 2142-2154, 2008.

VIAS SEGURAS. **Base de dados de acidentes**. 2012. < [http://vias-seguras.com/infra\\_estrutura/bases\\_de\\_dados](http://vias-seguras.com/infra_estrutura/bases_de_dados)> Acesso em: 25 de novembro de 2015.

VIAS-SEGURAS . **Temas de segurança em matéria de infra-estrutura**. 16 de setembro de 2009. Disponível em: < [http://vias-seguras.com/infra\\_estrutura/engenharia\\_rodoviaria/temas\\_de\\_seguranca\\_em\\_materia\\_de\\_infra\\_estrutura](http://vias-seguras.com/infra_estrutura/engenharia_rodoviaria/temas_de_seguranca_em_materia_de_infra_estrutura)> Acesso em: 25 de novembro de 2015.

VIDROS. **CAP XV**. Portugal. p.2. Disponível em: <[http://www.civil.uminho.pt/lftc/Textos\\_files/construcoes/cp2/Cap.%20XV%20-%20Vidros.pdf](http://www.civil.uminho.pt/lftc/Textos_files/construcoes/cp2/Cap.%20XV%20-%20Vidros.pdf)> Acesso em: 26 janeiro de 2016.

VIMASTER. Via e-mail. Em 22 de janeiro de 2016, as 15h17min.

WICKS, G.G; HEUNG, L.K; SHUMACHER, R.F. **Microspheres and Microworlds**. American Ceramic Society Bulletin. American Ceramic Society. Bulletin: emerging ceramics & glass technology. Junho de 2008.

ZIRTEC. **Limpeza: esferas de vidro**. Disponível: <<http://www.zirtec.com.br/html/02-maquinas/04-jateamento/03-limpeza/02-esferas-de-vidro.php>> Acesso em: 15 de janeiro de 2016.