



ENEPEX

ENCONTRO DE ENSINO,
PESQUISA E EXTENSÃO

8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DE VIDROS MISTOS OXI-HALOGENETOS À BASE DE BORO

Daiane de Lima Alves¹, Seila Rojas de Souza²

UFGD-FACET – Tel.(67) 3410-2094, CEP 79804-970 - Dourados, MS. E-mail: daianelimaddos@hotmail.com

¹Bolsista de Iniciação Científica CNPq; ²Professora Orientadora

RESUMO

Neste trabalho, realizaram-se a preparação e caracterização estrutural de vidros mistos oxi-halogenetos de amostras de dois sistemas vítreos I: $B_2O_3 - PbO - PbCl_2$ e II: $BO_{1,5} - PbO - PbCl_2$ em porcentagens molares e catiônicas, respectivamente. As amostras vítreas foram obtidas pelo tradicional método de fusão e moldagem. A caracterização das propriedades estruturais no que diz respeito à ordem a curto e médio alcances foi feita através da técnica de espectroscopia por Transformada de Fourier na região do infravermelho médio – FTIR. Foram indexadas as bandas de absorção referentes às vibrações de diversos grupamentos B-O, confirmando a mudança de coordenação do elemento boro de 3 para 4. O segundo sistema vítreo, que possui menor concentração do composto formador B_2O_3 , resultou em espectros mais intensos e melhor resolvidos quando comparados aos espectros obtidos das amostras do primeiro sistema.

Palavras-chave: Vidros mistos oxi-halogenetos; FTIR; anomalia do boro.

INTRODUÇÃO

O vidro é uma das descobertas históricas mais surpreendentes do homem, e sua história é cheia de mistérios. Embora os historiadores não disponham de dados precisos sobre sua origem, foram descobertos objetos de vidro nas necrópoles egípcias, que o considerava como sendo uma pedra preciosa, devido seu aspecto físico, por isso imagina-se que o vidro já era conhecido há pelo menos 4.000 anos antes da era cristã [1]. Inúmeros pesquisadores buscam a definição exata de vidro, tomando por base suas



ENEPEX

ENCONTRO DE ENSINO,
PESQUISA E EXTENSÃO

8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

características físicas e estruturais, entretanto, as opiniões e afirmações variam. A definição mais completa que adotamos neste trabalho é a de Shelby (1997) [2]:

“Vidro é um sólido amorfo, com ausência completa de ordem a longo alcance e periodicidade, exibindo uma região de transição vítrea. Qualquer material, inorgânico, orgânico ou metal, formado por qualquer técnica que exibe um fenômeno de transição vítrea, é um vidro”.

A arte de fabricar o vidro é muito antiga, ignorando-se a forma como surgiu. Os chamados vidros naturais (obsidianas e tektitas) podem ser formados quando alguns tipos de rochas são fundidas a elevadas temperaturas, como ocorre em erupções vulcânicas, e em seguida, solidificadas rapidamente. Esses vidros naturais permitiram aos humanos da idade da pedra, confeccionar ferramentas de corte para usos domésticos, para caça e para sua defesa [2].

Nas últimas décadas o desenvolvimento da área de vidros tem sido especialmente marcado por sua aplicação nos mais diferentes campos da atividade humana, ganhando novas definições ao longo da história [3]. Seu estudo torna-se, então, cada vez mais importante e promissor, pois os avanços relacionados à produção e modificação de suas propriedades acarretam grandes benefícios tanto à ciência, quanto à população em geral [3].

Vidros boratos contendo óxido de chumbo (PbO), são uma classe de vidros bem conhecida, por serem altamente transparentes nas regiões do ultravioleta visível (UV-Vis) e infravermelho, por ter boas condições térmicas para produção, ou seja, podem ser produzidos em um intervalo de temperatura adequado para fornos elétricos tradicionais, e boa blindagem contra radiação, uma vez que o isótopo estável do boro é um absorvedor de nêutrons térmicos, tornando o chumbo, material de blindagem para raios-x e γ . O PbO é amplamente utilizado em vidros porque melhora a resistência contra devitrificação e aumenta a durabilidade química. Quando adicionado à rede vítrea, pode atuar tanto como modificador, quanto formador, dependendo de sua concentração [4].



ENEPEX

ENCONTRO DE ENSINO,
PESQUISA E EXTENSÃO

8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

Os vidros à base de chumbo têm sido usados frequentemente em pesquisas, sobretudo na detecção e determinação da energia de partículas subatômicas de alta velocidade: elétrons, pósitrons, raios cósmicos etc. Muitos deles são também utilizados em dosímetros para radiação γ (gama), assim como na fabricação de equipamentos destinados ao bloqueio dos outros tipos de radiação α (alfa) ou β (beta), daí a importância da compreensão sobre suas propriedades físicas [3,4].

Além disso, os vidros boratos são sujeitos a complexas modificações estruturais por uma dependência na concentração de modificador com relação ao formador B_2O_3 que pode formar defeitos complexos na estrutura do vidro, pelo mesmo possuir uma interessante característica estrutural, já bem conhecida e chamada “fenômeno de anomalia do boro” [5].

Inicialmente, a adição de um modificador ao composto B_2O_3 proporciona principalmente o aumento do número de coordenação dos átomos boro de 3 para 4, como consequência da conversão de triângulos $(BO_3)^{-3}$ em tetraedros $(BO_4)^{-5}$, que são as chamadas unidades estruturais básicas. Esta conversão de triângulos em tetraedros $(BO_4)^{-5}$ resulta na formação de oxigênios não ligantes (non-bridging oxygens: NBO), isto é, oxigênios “soltos” que não ligam suas unidades estruturais provocando uma diminuição na conectividade do sistema. A técnica de caracterização por *Transformada de Fourier* na região do infravermelho médio (FT-IR) é uma importante ferramenta para a análise e compreensão das complexas estruturas formadas nos vidros boratos [5].

Além disso, o entendimento sobre o comportamento com relação à formação vítrea e a ordem estrutural, considerando-se para um vidro as ordens a curto e médio alcance, é imprescindível para relacionar corretamente suas características estruturais às suas propriedades físicas. Neste contexto, o presente trabalho tem como objetivo analisar materiais vítreos inorgânicos à base de boro em composições: $50B_2O_3 - (50-x)PbO - xPbCl_2$ (com $x = 00, 02, 05$ em porcentagem em mol) para o sistema I, e $50BO_{1,5} - (50-x)PbO - xPbCl_2$ (com $x = 00, 02, 05$ e 7 em porcentagem catiônica) para



ENEPEX

ENCONTRO DE ENSINO,
PESQUISA E EXTENSÃO

8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

o sistema II e caracterizá-los de acordo com sua estrutura vítrea através da técnica de FT-IR.

MATERIAIS E MÉTODOS

O presente trabalho divide-se em algumas etapas: primeiramente a preparação das amostras vítreas, e posteriormente sua caracterização através da técnica de espectroscopia no infravermelho por *Transformada de Fourier* (FT-IR).

As amostras foram preparadas no Grupo Crescimento de Cristais e Materiais Cerâmicos – CCMC da Universidade de São Paulo – USP, em São Carlos – SP, devido ao fato do laboratório de preparação de amostras vítreas na UFGD ainda estar em fase de implantação. Os vidros foram obtidos pela seguinte relação estequiométrica: Sistema I: $50\text{B}_2\text{O}_3 - (50-x)\text{PbO} - x\text{PbCl}_2$ (com $x = 00, 02, 05$ em % em mol) e para o Sistema II: $50\text{BO}_{1,5} - (50-x)\text{PbO} - x\text{PbCl}_2$ (com $x = 00, 02, 05$ e 07 em % catiônica) As nomenclaturas utilizadas neste trabalho para os dois sistemas vítreos foram BPCL1 para as amostras referentes ao sistema I e BPCL2 para as amostras referentes ao sistema II. As amostras foram sintetizadas em um processo convencional de fusão e moldagem dos reagentes de elevado grau de pureza: B_2O_3 – *Alfa Aesar* (99,98%) e massa molecular $\text{MM} = 69,62 \text{ g.mol}^{-1}$; PbO – *Alfa Aesar* (99,99%) e $\text{MM} = 223,19 \text{ g.mol}^{-1}$; e PbCl_2 – *Riedel de Häen* (99%) e $\text{MM} = 278,11 \text{ g.mol}^{-1}$.

O processo de fusão ocorreu em forno equipado com elevador em atmosfera aberta. Inicialmente foi preparado o vidro de B_2O_3 puro e posteriormente, as amostras segundo quantidades estequiométricas foram fundidas a uma temperatura de 850°C por um tempo total de 20 minutos em cadinho de Pt/Au. Foram feitas homogeneizações (agitação manual do cadinho) para a obtenção de um líquido homogêneo antes de verter o fundido em um anel de latão apoiado sobre um molde de aço inox. Após este preparo, as amostras foram submetidas a um processo de recozimento a 250°C por um período de 5 horas para o alívio de estresse térmico proveniente do processo de super-



ENEPEX

ENCONTRO DE ENSINO,
PESQUISA E EXTENSÃO

8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

resfriamento. Na Figura 1 apresenta-se um fluxograma com as etapas seguidas para a preparação das amostras com relações estequiométricas presentes na Tabela 1.

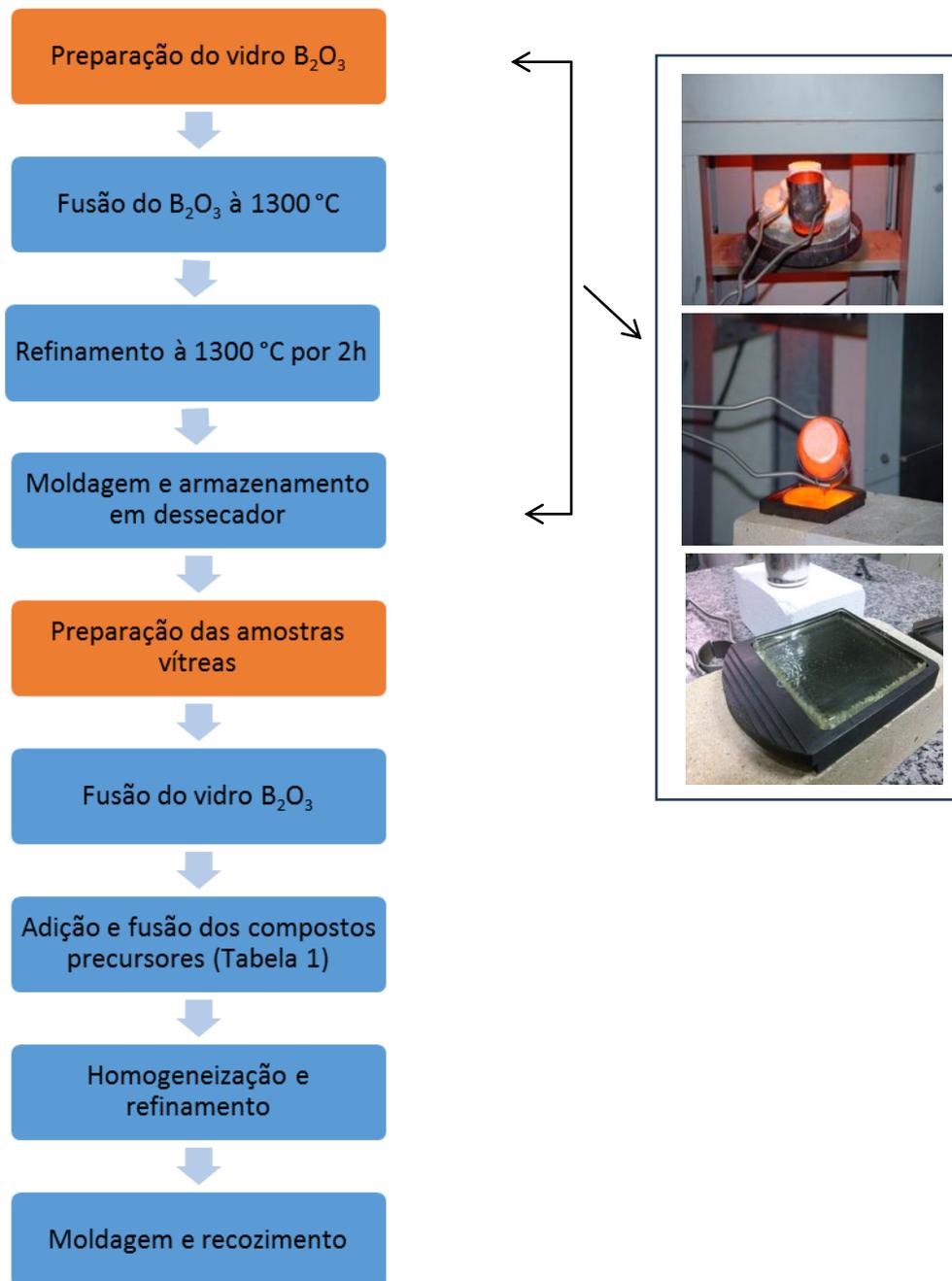


Figura 1- Etapas necessárias à obtenção das amostras vítreas dos sistemas I e II.



ENEPEX

ENCONTRO DE ENSINO,
PESQUISA E EXTENSÃO

8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

Na tabela 1 estão indicadas as composições nominais e aspectos visuais de todas as amostras preparadas. A primeira série foi preparada segundo quantidades estequiométricas em porcentagem em mol, enquanto a segunda série (sistema II) possui uma quantidade menor do composto formador B_2O_3 com relação a primeira série, uma vez que leva em consideração as composições em porcentagem catiônica.

Tabela 1- Composições nominais das amostras preparadas.

Amotras Sistema I	Composição nominal (% em mol)	Aspectos Visuais/coloração
BPCL1-00	$50B_2O_3 - 50PbO$	vidro/amarelo claro
BPCL1-02	$50B_2O_3 - 48PbO - 02PbCl_2$	vidro/amarelo claro
BPCL1-05	$50B_2O_3 - 45PbO - 05PbCl_2$	cristalizada/amarelo claro
Amotras Sistema II	Composição nominal (% catiônica)	Aspectos visuais
BPCL2-00	$50BO_{1,5} - 50PbO$	vidro/amarelo claro
BPCL2-02	$50BO_{1,5} - 48PbO - 02PbCl_2$	vidro/amarelo claro
BPCL2-05	$50BO_{1,5} - 45PbO - 05PbCl_2$	vidro/amarelo claro
BPCL2-07	$50BO_{1,5} - 43PbO - 07PbCl_2$	cristalizada/amarelo claro

A técnica de FT-IR, é um método de caracterização física para análises qualitativas e determinações quantitativas de traços de elementos. Isto é possível porque as moléculas formadas a partir de combinações atômicas possuem frequências específicas de vibração, que variam de acordo com a estrutura e composição. Para varrer essa gama de frequência utiliza-se o infravermelho [6]. Observando graficamente



ENEPEX

ENCONTRO DE ENSINO,
PESQUISA E EXTENSÃO

8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

cada banda formada, pode-se identificar, com o auxílio da literatura, qual o tipo de vibração molecular presente naquele determinado intervalo de número de onda.

Para a análise das amostras obtidas foi utilizada a técnica de preparação de pastilhas de brometo de potássio – KBr, no mesmo dia de coleta dos espectros. O composto KBr utilizado foi previamente tratado em um forno a uma temperatura de 200°C por 2 horas para a eliminação completa de água. O processo de desidratação, tanto do KBr quanto das amostras é de extrema importância, pois vapores de água apresentam na atmosfera normal, absorção de radiação infravermelha, e podem dificultar a análise dos espectros obtidos. As amostras vítreas foram cuidadosamente maceradas em almofariz de ágata até a obtenção de um pó fino e a conformação desejada foi obtida com o auxílio de um pastilhador manual uniaxial.

Os espectros vibracionais dos vidros foram obtidos através de um espectrofotômetro de absorção por *Transformada de Fourier* FT-IR 4100 (Jasco), com possibilidade de varredura de 400 à 4000 cm^{-1} , e resolução de 1 cm^{-1} . As massas utilizadas foram 0,129 g de KBr para 10% de massa de cada amostra. A atmosfera inerte na qual o instrumento é operado, gás N_2 , é fundamental para diminuir efeitos como o sinal do dióxido de carbono, e por este motivo realizou-se o procedimento de purga mais de uma vez durante as análises. Os gráficos obtidos foram tratados com auxílio do software Origin 8.5.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O sistema vítreo binário de compostos B_2O_3 -PbO, preparado por Shelby [8], recebeu a adição do composto PbF_2 na intenção de se obter amostras mais estáveis do ponto de vista químico e físico, sendo chamado de sistema oxifluoroborato de chumbo, B_2O_3 -PbO- PbF_2 (BPP). Com essa modificação, Shelby, pode determinar que há um limite de solubilidade no vidro, ou seja, acima de uma determinada concentração de componente modificador, ocorre o fenômeno de devitrificação. Para o sistema proposto, esse limite de solubilidade (ou saturação, x_L), está situado em $20 < x_L < 30$ PbF_2 em %



ENEPEX

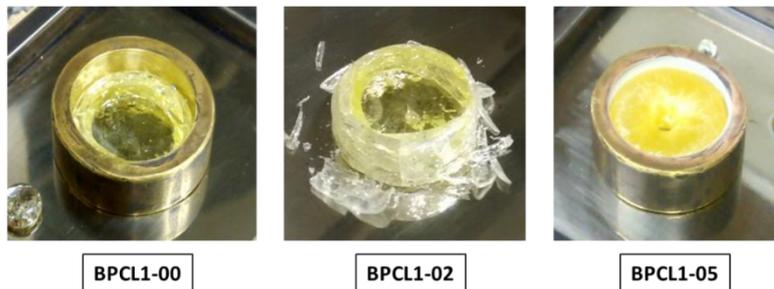
ENCONTRO DE ENSINO,
PESQUISA E EXTENSÃO

8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

catiônica. Souza [9], em seu trabalho, faz um estudo do sistema vítreo oxifluoroborato de chumbo, BPP e, em seus resultados, obtém uma amostra cristalizada, concordando com os resultados de intervalo de solubilidade obtidos por Shelby.

No presente trabalho, após a preparação das amostras obteve-se vidros transparentes, homogêneos, com ausência de bolhas e em coloração amarelada. A maior parte das amostras resultou em vidros, com exceção às amostras de BPCL1-05 e BPCL2-07, nas quais ocorreu o fenômeno de devitrificação, ou seja, um processo de cristalização não controlado não pode ser evitado com as taxas de resfriamento adotadas neste trabalho. O método de *splat-cooling*, resfriamento forçado da amostra entre duas placas de aço inox, foi aplicado para estas duas composições, BPCL1-05 e BPCL2-07, porém, ainda assim a devitrificação não pode ser evitada. A figura 2 apresenta imagens dos vidros produzidos, para os sistemas I e II.

Sistema I: $50\text{B}_2\text{O}_3 - (50 - x)\text{PbO} - x\text{PbCl}_2$



Sistema II: $50\text{BO}_{1,5} - (50 - x)\text{PbO} - x\text{PbCl}_2$

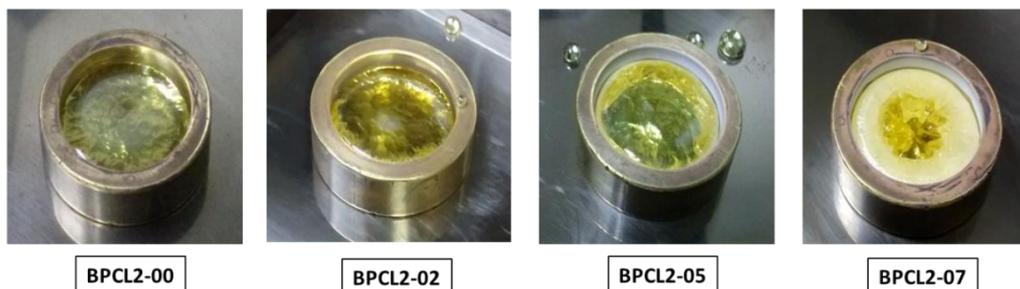


Figura 2- Fotografias das amostras obtidas para os sistemas I e II. O fenômeno da cristalização não pode ser evitado para as amostras BPCL1-05 e BPCL2-07.



ENEPEX

ENCONTRO DE ENSINO,
PESQUISA E EXTENSÃO

8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

Com base no trabalho de Shelby [8] e Souza [9], pode-se afirmar que a devitrificação das amostras não pode ser evitada por estarmos próximos ao limite de solubilidade do composto $PbCl_2$ nos diferentes sistemas.

Na figura 3 é apresentada uma fotografia das amostras BPCL2-00 e BPCL2-07, deixando mais evidente os aspectos visuais referentes à formação de um vidro homogêneo (BPCL2-00) e o processo da devitrificação (BPCL2-07).

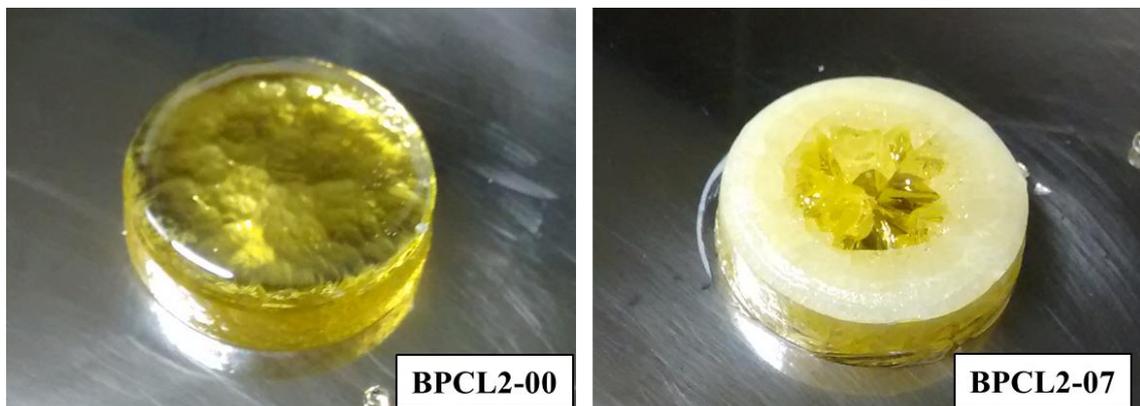


Figura 3- Fotografias das amostras BPCL2-00, mostrando um vidro homogêneo, e BPCL2-07, na qual o fenômeno da devitrificação não pode ser evitado.

O processo da devitrificação nos sistemas BPCL I e II são decorrentes do limite de solubilidade do composto $PbCl_2$ na matriz vítrea, bem como, dos processos de perda por evaporação do cloreto de chumbo (pressão de vapor alta) durante o processo de fusão, o que implica em perda da estequiometria desejada.

A absorção na região do infravermelho médio para diferentes vidros boratos é tipicamente observada em três regiões de número de onda que se estendem de 400 cm^{-1} até 1500 cm^{-1} [7]. As demais regiões não apresentam bandas significativas de interesse, que seriam devidas à absorção de hidroxilas (OH) e gás carbônico (CO_2).

Para a interpretação dos espectros utiliza-se a nomenclatura O para oxigênios não ligantes e \emptyset para oxigênios ligantes. A banda centrada em aproximadamente 700



ENEPEX

ENCONTRO DE ENSINO,
PESQUISA E EXTENSÃO

8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

cm^{-1} é relacionada à vibração angular de B-Ø-B ligados na estrutura do vidro. Vibrações entre 800 e 1150 cm^{-1} são devidas a grupos formados por BØ_4 e BØ_3 sem a formação de oxigênios não ligados, e finalmente a região entre 1150 e 1500 cm^{-1} são devidas às vibrações de estiramento das unidades B-Ø e B- O^- em triângulos BØ_3 e $\text{BØ}_2\text{O}^-$ [7]. Na figura 4 apresentam-se as duas unidades básicas, triângulos BO_3 e tetraedros BO_4 , bem como, algumas das superestruturas que podem ser formadas por combinação destas duas unidades básicas na estrutura amorfa dos vidros boratos.

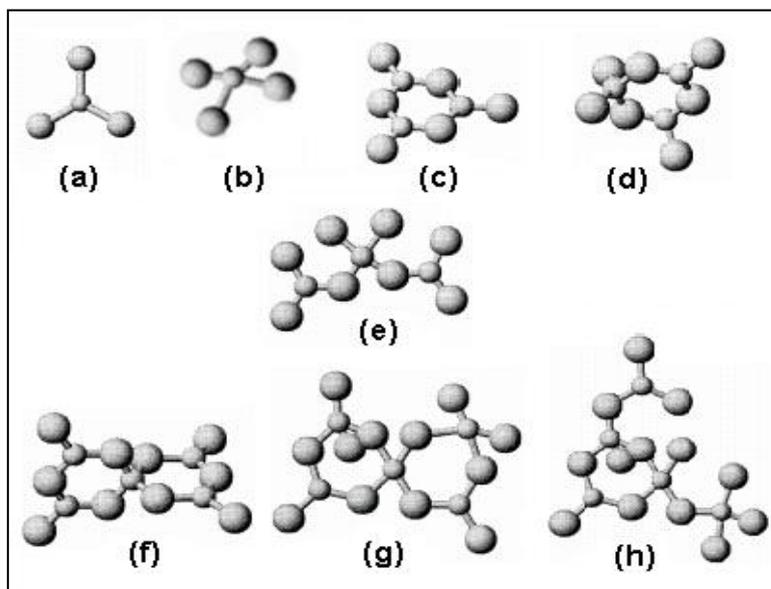


Figura 4. Unidades básicas e grupos estruturais de boratos: (a) triângulos $(\text{BO}_3)^{-3}$; (b) tetraedros $(\text{BO}_4)^{-5}$; (c) anel boroxol $(\text{B}_3\text{O}_6)^{-3}$; (d) triborato $(\text{B}_3\text{O}_7)^{-5}$; (e) ditriborato $(\text{B}_3\text{O}_8)^{-7}$; (f) pentaborato $(\text{B}_5\text{O}_{10})^{-5}$; (g) tripentaborato $(\text{B}_5\text{O}_{12})^{-9}$ e (h) $(\text{B}_5\text{O}_{13})^{-7}$.

Como esperado, os espectros obtidos para os vidros BPCL são caracterizados por três regiões com bandas centradas a aproximadamente 680 cm^{-1} , 932 cm^{-1} e 1324 cm^{-1} para o sistema BPCL1 e 700 cm^{-1} , 910 cm^{-1} e 1260 cm^{-1} para o sistema BPCL2.



ENEPEX

ENCONTRO DE ENSINO,
PESQUISA E EXTENSÃO

8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

Todos os espectros obtidos neste trabalho foram normalizados com auxílio do software Origin 8.5, considerando a intensidade máxima em cada espectro como um valor 1 para a intensidade de absorção.

Nas Figuras 5 e 6 apresentam-se os espectros obtidos para as duas séries de amostras vítreas analisadas, BPCL1 e BPCL2. As linhas tracejadas indicam os números de onda de cada atribuição feita segundo a referência [9]. O eixo das abcissas (escala horizontal) indica o número de onda em cm^{-1} e o eixo das ordenadas (escala vertical) indica a intensidade de absorção, absorbância, em unidades arbitrárias.

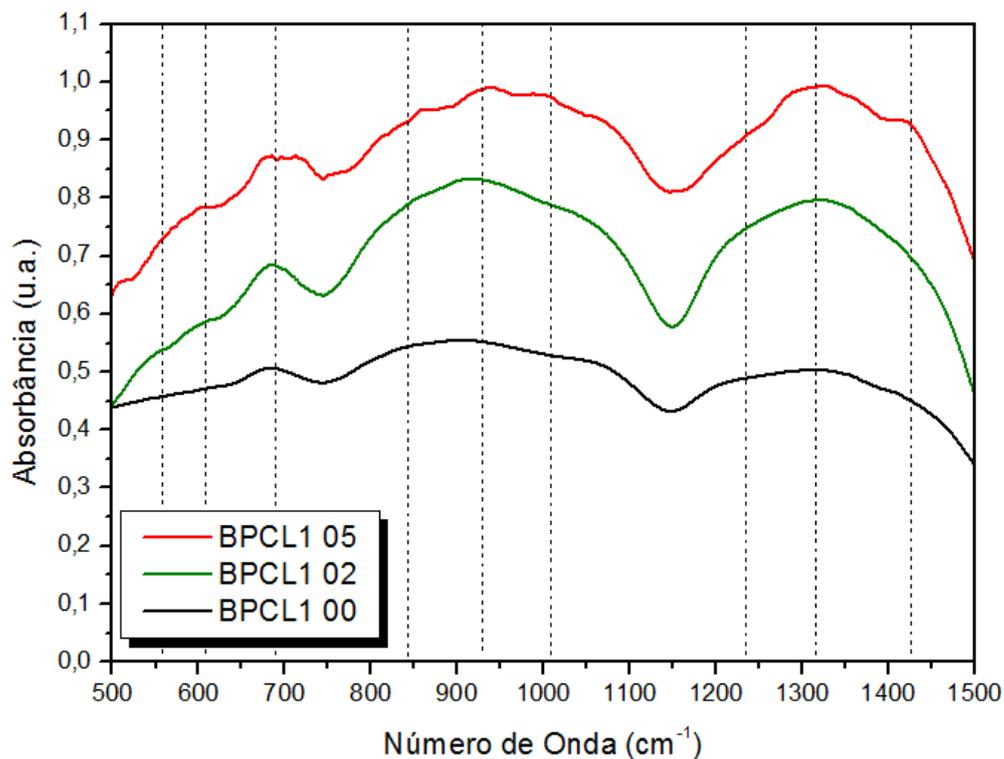


Figura 5. Espectros de absorção no IR médio obtidos para o sistema BPCL1.



ENEPEX

ENCONTRO DE ENSINO,
PESQUISA E EXTENSÃO

8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

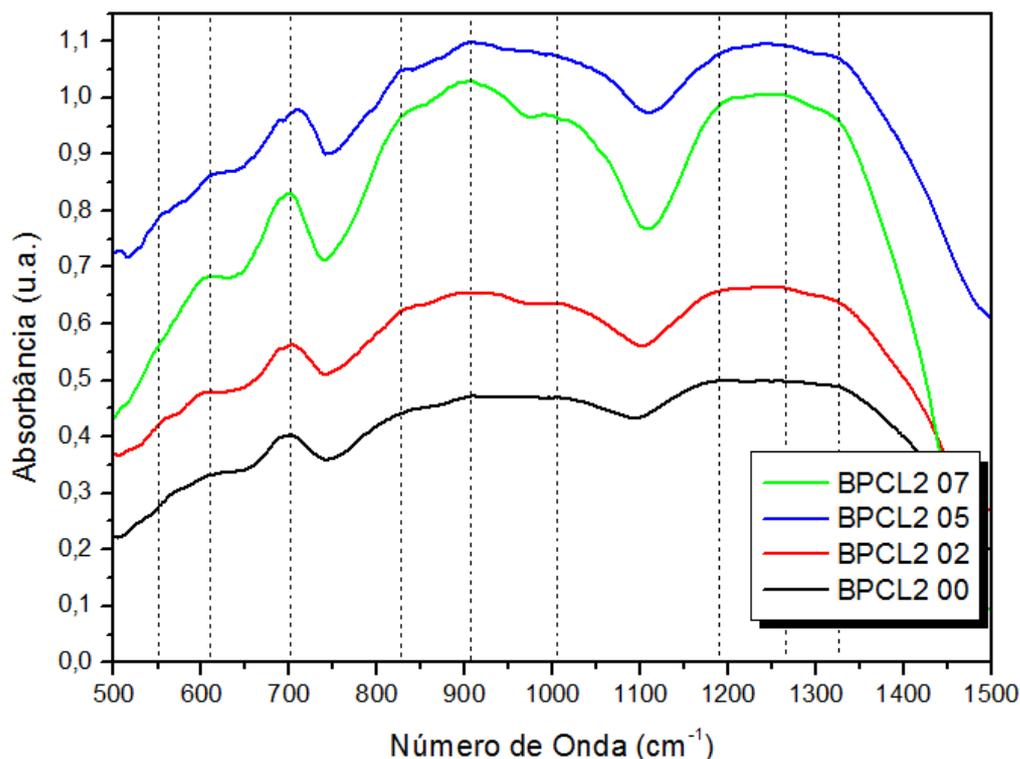


Figura 6. Espectros de absorção no IR médio obtidos para o sistema BPCL2.

Os espectros obtidos para a primeira série de amostras (BPCL1), indicam ombros entre ~ 560 e ~ 623 cm^{-1} , um pico em ~ 680 cm^{-1} , e duas bandas largas e intensas, estando a primeira entre ~ 770 e ~ 1126 cm^{-1} , e a segunda entre ~ 1180 e ~ 1470 cm^{-1} , respectivamente.

O ombro observado em ~ 560 cm^{-1} pode ser atribuído às vibrações de grupos metaboratos com alto teor de Pb. Já o segundo ombro, formado em ~ 623 cm^{-1} , pode ser atribuído às vibrações do tipo anel metaborato (anéis formados por unidades $\text{B}\text{O}_2\text{O}^-$). O pico centrado em ~ 680 cm^{-1} é característico de grupos metaborato do tipo cadeia (também formados por unidades $\text{B}\text{O}_2\text{O}^-$). Essas bandas de absorção ocorrem devido às vibrações angulares de B-O-B em triângulos BO_3 nos quais estão presentes oxigênios não ligantes [9].



ENEPEX

ENCONTRO DE ENSINO,
PESQUISA E EXTENSÃO

8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

A primeira banda larga observada entre ~ 770 e $\sim 1126 \text{ cm}^{-1}$, é possivelmente composta por três diferentes vibrações características de superestruturas formadas a partir das unidades básicas BO_3 e BO_4 . A primeira banda centrada em $\sim 848 \text{ cm}^{-1}$, é atribuída a possíveis vibrações de grupos pentaboratos, entretanto, alguns autores atribuem-nas às possíveis vibrações de grupos piroboratos. Os outros máximos observados, em ~ 932 e $\sim 1010 \text{ cm}^{-1}$, são atribuídos aos grupos pentaborato e diborato, respectivamente [9].

A segunda larga e intensa banda observada entre ~ 1180 e $\sim 1470 \text{ cm}^{-1}$ pode ser atribuída a sobreposição de três diferentes modos vibracionais: estiramento B-O^- em unidades BO_2^- , vibração de triângulos BO_2^- conectados a unidades BO_4 e estiramentos em triângulos BO_3 que estão assimetricamente conectados a outras unidades estruturais [9]. Essas vibrações são associadas aos máximos em ~ 1241 , ~ 1324 e $\sim 1424 \text{ cm}^{-1}$.

As indexações referentes aos sistemas I e II estão dispostas de forma mais clara na Tabela 2.

Tabela 2. Atribuições referentes às bandas de absorção observadas por FT-IR.

Sistema I Posição observada (cm^{-1})	Sistema II Posição observada (cm^{-1})	Posição relatada ref. [9] (cm^{-1})	Atribuições IR
~ 560	~ 550	~ 560	Grupos diboratos isolados
~ 623	~ 608	~ 620	Vibrações de grupos metaboratos tipo anel
~ 680	~ 700	~ 700	Vibrações de grupos metaborato tipo cadeia
~ 848	~ 825	~ 820	Presença de grupos piroborato
~ 932	~ 910	~ 915	Possível presença de grupos pentaborato
~ 1010	~ 1006	~ 1020	Grupos diborato
~ 1241	~ 1190	~ 1185	Estiramento B-O^- em unidades BO_2^-
~ 1324	~ 1260	~ 1265	Vibrações de BO_2^- ligados a unidades BO_4
~ 1424	~ 1325	~ 1320	Estiramento de unidades BO_3 assimetricamente conectadas.



ENEPEX

ENCONTRO DE ENSINO,
PESQUISA E EXTENSÃO

8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

Para a segunda série de amostras (BPCL2), os espectros obtidos indicam ombros em ~ 550 e $\sim 608 \text{ cm}^{-1}$. Observou-se, também, um pico em $\sim 700 \text{ cm}^{-1}$ e outras duas bandas largas e intensas: uma de ~ 790 à $\sim 1090 \text{ cm}^{-1}$, com máximos em ~ 825 , ~ 910 e $\sim 1006 \text{ cm}^{-1}$, e a segunda banda, localizada de ~ 1130 à $\sim 1400 \text{ cm}^{-1}$, com máximos em ~ 1190 , ~ 1260 e $\sim 1325 \text{ cm}^{-1}$. As atribuições referentes às bandas observadas nesta segunda série são as mesmas observadas para os espectros do sistema I. Observou-se ainda que, nas amostras com maiores concentrações de cloro (BPCL2-05 e BPCL2-07), as bandas de absorção foram mais significativas e com intensidade maior em relação às demais.

CONCLUSÕES

Neste trabalho, realizou-se a preparação das amostras vítreas segundo as seguintes relações estequiométricas: $50\text{B}_2\text{O}_3 - (50-x)\text{PbO} - x\text{PbCl}_2$ (com $x = 00, 02, 05$ em % em mol) para o sistema I – BPCL1, e $50\text{BO}_{1,5} - (50-x)\text{PbO} - x\text{PbCl}_2$ (com $x = 00, 02, 05$ e 7 em % catiônica) para o sistema II – BPCL2, realizando, posteriormente, a caracterização através da técnica de espectroscopia por *Transformada de Fourier* na região do infravermelho médio – FTIR. Com a preparação, obtiveram-se vidros homogêneos e de coloração amarelada, exceto para as amostras BPCL1-05 e BPCL2-07, nas quais ocorreu o fenômeno da devitrificação, resultando em amostras quebradiças e cristalizadas.

Observou-se que no sistema II, a menor concentração de B_2O_3 como componente formador, resultou em espectros de absorção mais intensos em relação a primeira série. As diferentes concentrações de PbCl_2 utilizadas em cada amostra, também implicaram um aumento na intensidade de absorção para diferentes bandas. Foram identificadas as vibrações de diferentes grupamentos boratos, confirmando a mudança de coordenação do elemento boro de 3 para 4 e os principais grupamentos observados foram do tipo metaborato, diborato, piroborato e pentaborato.



ENEPEX

ENCONTRO DE ENSINO,
PESQUISA E EXTENSÃO

8° ENEPE UFGD • 5° EPEX UEMS

REFERÊNCIAS

- [1] **O Vidro**. Disponível em http://garantevidros.com.br/downloads/historia_vidro.pdf
- [2] ALVES, O. L.; GIMENEZ, I. de F.; MAZALI, I. O. **Vidros**. Cadernos Temáticos, Química Nova na Escola. Edição Especial, Fevereiro de 2001.
- [3] ALVES, O. L. **Modernas Aplicações dos Vidros**. LQES – Laboratório de Química do Estado Sólido. Instituto de Química, UNICAMP, SP, Brasil.
- [4] FERREIRA, F. A. de S. **Preparação de vidros boratos dos sistemas $50\text{B}_2\text{O}_3\text{-}15\text{PbO}\text{-(}35\text{-x) Li}_2\text{O-xNa}_2\text{O}$ e $50\text{B}_2\text{O}_3\text{-}15\text{PbO}\text{-(}35\text{-x) LiF-xNaF}$ e determinação do efeito dos alcalinos mistos**. Instituto de Física de São Carlos, USP, 2010.
- [5] ROJAS, S. S. **Propriedades térmicas e estruturais do sistema $\text{CaB}_4\text{O}_7\text{ – CaB}_2\text{O}_4$ visando o desenvolvimento de dosímetro termoluminescente**. Instituto de Física de São Carlos, USP, 2005.
- [6] FIORINI, E. de J.; DAMIANI, Furio.; TATSCH, Peter J. **Fourier Transform Infrared Spectroscopy – FTIR**. Medidas de Caracterização e análise de materiais, Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Elétrica, 2000.
- [7] ROJAS, S.S.; SOUZA, J. E. de; HERNANDES, A. C.; YUKIMITU, K. **Structural thermal and optical properties of CaBO and CaLiBO glasses doped with Eu^{3+}** . Journal of Non-Crystalline Solids, Ed. Elsevier, 2014.
- [8] GRESSLER, C. A.; SHELBY, J. E. **Properties and structure of $\text{PbO-PbF}_2\text{-B}_2\text{O}_3$ glasses**. Journal of Applied Physics, v. 66, n. 3, p. 1127-1131, Aug. 1989.
- [9] SOUZA, J. E. de. **Cristalização Induzida Eletronicamente em Vidros $\text{B}_2\text{O}_3\text{-PbO-PbF}_2$ abaixo da Temperatura de Cristalização Vítreas**. Instituto de Física de São Carlos, USP. 2010.