



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

*Este exemplar foi entregue à Direção Técnica da
Faculdade de Engenharia Mecânica, e aprovado
para a obtenção do Título de Mestre em Engenharia de
Materiais, em 24 de setembro de 1990.*

Delson Torikai

"ESTUDOS EXPERIMENTAIS DE UM PROCESSO DE MOAGEM DE LASCAS DE
QUARTZO EM MOINHO DE BOLAS ROTATIVO À SÊCO E AS
CARACTERÍSTICAS DE FUSÃO EM 'QUARTZ GLASS'"

Delson Torikai

23/90

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP, para obtenção do Título de Mestre em Engenharia Mecânica.

CAMPINAS
Estado de São Paulo - Brasil
Setembro de 1.990



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

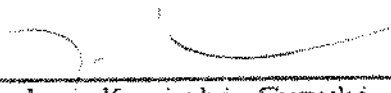
Tese de : *Mestrado*

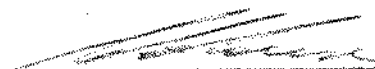
Título da Tese: *"Estudos Experimentais de um Processo de moagem
de Lascas de Quartzo e as Características de
Fusão em 'Quartz Glass'".*

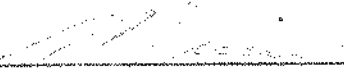
Autor: *Delson Torikai*

Orientador: *Prof. Dr. Carlos Kenichi Suzuki†*

Aprovado por:



Prof. Dr. Carlos Kenichi Suzuki, Presidente

Prof. Dr. Colin Graham Rouse

Prof. Dr. Ettore Bresciani Filho

Campinas, 26 de Setembro de 1990.



Agradecimentos:

- Ao Prof. Dr. Carlos Kenichi Suzuki, pela orientação, apoio e incentivo à esta formação;
- Aos amigos Armando H. Shinohara e Daniele C.A. Hummel, pelo convívio, pelas discussões científicas, pelo apoio e contínuo incentivo;
- Ao Dr. Hiroshi Shimizu, pela orientação, apoio e incentivo;
- Ao Dr. Yoshitaka Kuwahara, pelas medidas de distribuição granulométrica, discussões técnicas e incentivo;
- Ao Prof. Dr. Roberto de Toledo Assumpção, pelo apoio e orientação;
- Ao Dr. Koyama, pelo incentivo e fornecimento de material à esta pesquisa;
- Ao Dr. Shigeoka, pelo incentivo e discussões técnicas;
- A todos os colaboradores do Laboratório de Quartzo;
- Aos meus pais, pela compreensão, apoio e incentivo.



- Ao Laboratório de Tecnologia de Quartzo pelas instalações, equipamentos e facilidades que tornaram possível a realização deste trabalho;
- À FAPESP pelo apoio financeiro à minha Bolsa de Mestrado e ajuda ao Laboratório de Quartzo;
- Ao Departamento de Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia Mecânica - UNICAMP;
- À JICA;
- Ao GIRIN/AIST/MITI;
- Ao Canal de Cooperação ITIT;
- Ao CNPq - RHAE
- Às Empresas: . Kyucera,
 . Tocera,
 . Sumikim e
 . Nitto Kagaku
pelas visitas técnicas e fornecimento de materiais para realização desta pesquisa.

RESUMO:

Atualmente, o Quartzo é uma das matérias-primas mais importantes em alta tecnologia, principalmente nas áreas da micro-eletrônica (obtenção de osciladores, controladores de frequência, *fillers*, etc.), da telecomunicação (fibras ópticas, filtros ópticos, etc.) e como material estrutural (na composição de materiais cerâmicos, barras, tubos e placas de *quartz glass*, etc.). O Brasil é detentor de cerca de 90% das reservas mundiais do quartzo de boa qualidade e se caracteriza como exportador primário dessa matéria-prima, sem qualquer processo de beneficiamento.

O trabalho desenvolvido nesta tese discute alguns pontos básicos, do ponto de vista tecnológico, de dois processos de beneficiamento do quartzo: 1) o processo de moagem do quartzo para obtenção do pó e 2) o processo de fusão em *quartz glass* pelo método de Verneuil.

O estudo do processo de *powdering* foi realizado num moinho de bolas rotativo, construído em *quartz glass*, sendo utilizado lascas de quartzo de 2a. graduação como matéria-prima, e as próprias lascas de quartzo como bolas (lascas sem a etapa do *quenching*). Os principais parâmetros operacionais como: fator de preenchimento do moinho, K ; relação entre lascas e bolas, R ; temperatura do *quenching*, T_q ; e o tempo de moagem, t , foram analisados independentemente. Como resultado, Verificou-se uma influência linear do fator R no rendimento da moagem, apresentando a maior produção para $R \cong 0,50$; a máxima produção e rendimento como função da temperatura do *quenching* se verificou para $T_q \cong 550^\circ\text{C}$ (próximo à transição $\alpha \leftrightarrow \beta$); e o melhor tempo de

moagem foi obtido para $t \cong 8$ horas, à partir da qual a moagem começou a se tornar ineficiente.

No estudo da fusão em *quartz glass* pelo método de Verneuil, foi construído um forno de Verneuil simplificado, na qual se analisou os principais parâmetros operacionais do forno na fusão, isto é, a temperatura de fusão, a mistura dos gases da chama (para chamas de H_2/O_2 e GLP/O_2), a posição dos queimadores, velocidade de rotação e de descida do tarugo em fusão, o fluxo de pó adicionado, etc... O controle dos parâmetros operacionais se verificou fundamental na fusão de *quartz glass* livre de bolhas, principalmente o controle do fluxo de pó adicionado. A fusão em chama de GLP/O_2 se verificou mais eficiente no rendimento da fusão, cujos materiais fundidos apresentaram menores concentrações de radicais OH (melhor transmitância na região do infravermelho) do que os fundidos em chama de H_2/O_2 , não se verificando diferenças significativas da transmitância na região do ultra-violeta, para os materiais obtidos com os dois tipos de chamas.



TÍTULO: "ESTUDOS EXPERIMENTAIS DE UM PROCESSO DE MOAGEM DE LASCAS
DE QUARTZO EM MOINHO DE BOLAS ROTATIVO À SÊCO E AS
CARACTERÍSTICAS NA FUSÃO EM "QUARTZ GLASS".

SUMÁRIO:	PAG.
1- INTRODUÇÃO:.....	1
2- TRABALHOS PRÉVIOS:.....	3
2.1- COMINUIÇÃO E MOAGEM:.....	3
2.2- FUSÃO EM <i>QUARTZ GLASS</i> :.....	6
3- ESTUDO DE UM PROCESSO DE MOAGEM DE LASCAS DE QUARTZO EM MOINHO DE BOLAS ROTATIVO À SÊCO:.....	8
3.1- ESTUDOS FUNDAMENTAIS:.....	8
3.2- EQUIPAMENTOS E INSTRUMENTOS UTILIZADOS NO ESTUDO DA MOAGEM:.....	15
3.2.1- MOINHO DE <i>QUARTZ GLASS</i> :.....	15
3.2.2- BALANÇA ANALÍTICA:.....	17
3.2.3- FORNO ELÉTRICO:.....	17
3.2.4- TERMÔMETRO DIGITAL:.....	18
3.2.5- MALHA GRANULOMÉTRICA:.....	18
3.2.6- MICROSCÓPIO ÓPTICO:.....	19
3.2.7- MEDIDOR DE DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA:.....	19
3.3- TRATAMENTO PRÉVIO DAS LASCAS ANTES DA MOAGEM:.....	19
3.4- INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS OPERACIONAIS DO MOINHO:.....	21
3.4.1- FATOR DE PREENCHIMENTO DO MOINHO, $[K]$, E DA PROPORÇÃO DE LASCAS E BOLAS NA MOAGEM, $[R]$:.....	22
3.4.2- TEMPERATURA DO <i>QUENCHING</i> , $[T_q]$:.....	28
3.4.3- TEMPO DE MOAGEM, $[t]$:.....	36
3.4.4- INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS K , R , T_q E T NA DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA:.....	38



3.5- OBSERVAÇÕES MICROGRÁFICAS DOS PÓS:.....	42
4- FUSÃO DO QUARTZO PELO MÉTODO DE VERNEUIL:.....	83
4.1- PROJETO E MONTAGEM DE UM FORNO DE VERNEUIL SIMPLIFICADO E OS EQUIPAMENTOS UTILIZADOS NO ESTUDO DA FUSÃO DE QUARTZO:..	84
4.1.1- FORNO DE VERNEUIL SIMPLIFICADO:.....	84
4.1.2- MEDIDORES DE VAZÃO:.....	85
4.1.3- PIRÔMETRO ÓPTICO:.....	85
4.1.4- ESPECTRÔMETRO DE INFRA-VERMELHO:.....	85
4.1.5- ESPECTRÔMETRO DE ULTRA-VIOLETA:.....	85
4.2- INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS OPERACIONAIS DO FORNO DE VERNEUIL SIMPLIFICADO NA FUSÃO DO QUARTZO:..	85
4.2.1- ESTUDO DO FLUXO DO PÓ E SUA DISTRIBUIÇÃO DENTRO DA CHAMA EM FUNÇÃO DA POSIÇÃO DOS QUEIMADORES:..	88
4.2.2- INFLUÊNCIA DA VELOCIDADE DE ROTAÇÃO DO LINGOTE EM FUSÃO:.....	90
4.2.3- INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA E DA MISTURA DA CHAMA, PARA CHAMAS DE H_2/O_2 E C_3H_8/O_2 :.....	93
4.3- CARACTERIZAÇÃO DOS LINGOTES FUNDIDOS EM CHAMAS DE H_2/O_2 E C_3H_8/O_2 POR:.....	100
4.3.1- INSPECTOSCOPIA ÓPTICA:.....	100
4.3.2- ESPECTROSCOPIA ÓPTICA NA REGIÃO DE INFRA-VERMELHO E DO ULTRA-VIOLETA:.....	102
4.3.3- MEDIDAS DE DENSIDADE:.....	105
5- CONCLUSÃO:.....	148
6- REFERÊNCIAS:.....	152



PALAVRAS CHAVES (KEY WORDS):

- 1- Quartzo Fundido;
- 2- Vidros de Quartzo;
- 3- Quartz Glass;
- 4- Fused Quartz;
- 5- Fusion of Quartz;
- 6- Vidros de Silica;
- 7- Silica/Silicates;
- 8- Silica Glass/Silicate Glasses;
- 9- Vitreous Silica;
- 10- Moagem de Minérios;
- 11- Comminution;
- 12- Crushing/Grinding;
- 13- Particle Size Distribution;
- 14- Non-Metallic Powders;
- 15- Infra-red Absorption in Quartz;
- 16- Hydroxyl in Vitreous Silica.

1- INTRODUÇÃO:

O quartzo é um dos minerais mais abundantes da crosta terrestre, podendo ser encontrado na forma cristalina e mais comumente associado a diversos outros minerais. A sua ocorrência na forma de jazidas de quartzo são mais restritas, sendo que o Brasil possui cerca de 90% da reserva mundial do quartzo de boa qualidade, isto é, do quartzo cristalino com baixa concentração de impurezas.

Devido às suas propriedades físico-químicas, o quartzo se tornou uma das matérias-primas mais importante em alta tecnologia, sendo aplicado em diversas áreas, principalmente nas da micro-eletrônica (obtenção de osciladores, controladores de frequência, transdutores, fillers para chips, etc.), telecomunicações (fibras ópticas, filtros ópticos, lentes especiais, etc.) e como material estrutural (na composição de cerâmicas especiais, em barras, tubos, placas e outros utensílios de quartz glass, etc.). No campo do quartz glass, desenvolveu-se uma área não tão sofisticada, mas de grande potencial consumidor como os setores de vidraria química, tubos para lâmpadas de alta potência e revestimentos de resistências de aquecimentos, dos materiais de apoio às indústrias de semi-condutores como jarras, cadinhos, almofarizes, câmaras de fornos em processos CVDs, etc.; sendo o pó de quartzo a sua principal matéria-prima.

O Brasil, apesar de possuir as maiores reservas do quartzo de boa qualidade, aliado à grande expansão mundial no consumo dos produtos de quartzo, ainda se caracteriza como exportador primário dessa matéria-prima, não se beneficiando com o seu processamento. Um dos objetivos deste trabalho é incentivar o processamento do quartzo bruto

através de uma contribuição básica em tecnologia de moagem e de fusão do quartzo, partindo-se do estudo de um processo de obtenção de pó de quartzo, com enfoque para seu uso em fusão, e do processo de fusão em *quartz glass* pelo método de Verneuil, acrescentando-se ainda um estudo fundamental da correlação entre a qualidade da matéria-prima inicial (lascas de quartzo) ao seu pó e ao seu material fundido.

Para facilitar o desenvolvimento do trabalho, o estudo foi dividido em duas frentes principais: 1) a do estudo de um processo de moagem de lascas de quartzo em moinho de bolas rotativo à seco e 2) o estudo do processo de fusão em *quartz glass* pelo método de Verneuil. Em ambas as etapas foi dado maior ênfase aos aspectos tecnológicos do processo, não se restringindo muito aos detalhes teóricos envolvidos.

2- TRABALHOS PREVIOS:

Os trabalhos publicados na área de cominuição e/ou moagem é bastante vasto, sendo limitado neste capítulo, à menção dos trabalhos fundamentais, necessários na conceituação e entendimento do processo de moagem desenvolvidos nesta tese. Na área de fusão de *quartz glass* os trabalhos publicados são mais restritos devido à tecnologia envolvida (*know how*) no processo de fusão, sendo grande parte do conhecimento da fusão em *quartz glass* de posse de poucas indústrias beneficiadoras do produto.

2.1- COMINUIÇÃO E MOAGEM:

Os processos de redução de tamanho (cominuição ou moagem) é uma das principais etapas do processo de conversão da matéria-prima em produto final, sendo as operações de moagem estudadas extensivamente por diversos autores. Durante quase um século, os processos de cominuição foram estudados em termos de energia consumida, pois a operação de cominuição é responsável pela maior parte dos custos no tratamento de minérios, e a energia consumida representa o maior custo na redução de tamanhos.

As principais proposições para a relação energia/redução de tamanhos foram propostas por Rittinger em 1967, por Kick em 1885 e Bond em 1952. Rittinger sugeriu que a energia requerida seria proporcional à área superficial produzida no processo de moagem; Kick propôs que a energia consumida deveria ser constante para uma mesma



relação de redução em volume, independentemente do tamanho original da partícula; e Bond considerou a relação da fratura com a existência de micro-trincas, normalmente nas superfícies das partículas, através da concentração de tensão nessas micro-trincas [14, 19, 35, 76, 82]. Hukki, em 1961 [34] propôs uma fórmula mais geral para a relação energia/redução de tamanho, através da expressão:

$$dE = -\frac{K}{x} \frac{dx}{f(x)} \quad (2-1)$$

à partir da qual as proposições de Rittinger, Kick e Bond podem ser derivadas, substituindo $f(x)$ por 1, 2 e 1,5 respectivamente. O mérito do trabalho de Hukki consiste na suposição de que o expoente de x não é uma constante, mas um valor variável que depende da dimensão x do produto.

A cominuição pode ser melhor considerada como um resultado da operação mecânica do moinho, onde a redução de tamanho é resultado indireto do consumo de energia; uma vez que a maior parte da energia é perdida nas transmissões do acionamento do moinho, na forma de atrito (calor), som, deformação das partículas, etc., resultando numa eficiência de moagem muito baixa, ou seja, da ordem de 1 a 2% da energia fornecida, segundo Beke e Austin (Lynch [82]).

Para a discussão qualitativa dos processos de moagem, a variável mais importante é a distribuição granulométrica de partículas. Epstein (Lynch [82]) demonstrou que a função de distribuição, após n etapas do processo de quebra sucessiva, à qual pode ser descrita como uma função de probabilidade e uma função de distribuição, se aproxima assintoticamente da curva logarítimo-normal, sendo a lei de distribuição log-normal aplicado por diversos outros autores. Mais



recentemente, modificações na distribuição log-normal têm sido apresentado, como a proposição de Irani [35, 81] e de Peleg et alii [62], cujas funções são apropriadas para simulação de processos onde a população de partículas são limitadas superiormente por alguma suposição física, como o corte das partículas maiores em uma determinada malha granulométrica:

$$\text{Por Irani: } f(x) = \exp \left[- \left[\frac{\ln \frac{(x - x_i)(x_m - x_i)}{(x_m - x)^m}}{\sqrt{2} \ln \sigma} \right]^2 \right] \quad (2-2)$$

onde: x é o tamanho da partícula;

x_i é o limite inferior do tamanho das partículas;

x_m é o limite superior do tamanho das partículas;

σ é o desvio padrão e

m é o tamanho correspondente ao pico da distribuição.

$$\text{Por Peleg: } f(x) = \frac{x_m - x^2}{x_m - x^2 + B} \exp \left[- \left(\frac{x - m}{C} \right)^2 \right] \quad (2-3)$$

onde B é um fator de correção arbitrário e

C é uma medida de espalhamento (equivalente a σ).

Charles [19] e shuhmann [66] verificaram que na moagem por batelada em moinho de bolas rotativo, o material de alimentação se reduz rapidamente a um tipo de distribuição granulométrica, à partir da qual a operação de moagem converte as partículas grosseiras em partículas finas sem alterar o formato do perfil da distribuição granulométrica, simplesmente deslocando a curva no sentido dos grãos de menores dimensões.

Hogg [32] observou que as partículas grosseiras são cominuidas mais efetivamente pelas bolas maiores, enquanto que as bolas pequenas



são mais eficientes na moagem de partículas finas. Isto implica na existência de uma distribuição ótima de tamanhos de bolas que seja mais efetivo na operação de cominuição, para uma dada alimentação e um dado produto requerido.

2.2- FUSÃO EM "QUARTZ GLASS":

Três razões principais são responsáveis pelo grande interesse prático e teórico no SiO_2 , especialmente nos vidros de quartzo: a) excelentes propriedades físicas (mecânica, térmica e óptica) aliado à sua grande durabilidade química; b) as características anômalas dos vidros de sílica em comparação a outros tipos de vidros e c) a significativa participação do SiO_2 como componente principal da grande variedade de classes de vidros.

A crescente demanda dos produtos de *quartz glass* têm contribuído no desenvolvimento dos processos de fusão do quartzo, sendo que atualmente existem quatro tipos de *quartz glass* comercialmente viáveis [16]:

Tipo I- *Quartz glass* produzidos à partir do quartzo natural por fusão elétrica à vácuo ou em atmosfera de gás inerte. Produto com pouca concentração de radicais OH (abaixo de 5 ppm), mas de alta concentração de impurezas metálicas (30 a 100 ppm de Al, ~4 ppm de Na, etc.).

Tipo II- *Quartz glass* produzido à partir de pó de quartzo cristalino, por fusão em chama (método de Verneuil). Nesse processo, devido à volatilização parcial e a ausência de cadinhos, as impurezas

metálicas são inferiores à do tipo I. Devido a atmosfera da chama de H_2/O_2 a concentração de radicais OH são elevadas (em torno de 150 a 400 ppm). Nesses materiais, um tratamento térmico em atmosfera oxidante pode resultar num material de boa transparência óptica na região do ultra-violeta.

Tipo III- Quartz glass sintético produzido por hidrolização de $SiCl_4$ quando vaporizado em chama de H_2/O_2 . Seu material é praticamente livre de impurezas metálicas, mas contém alta concentração de OH (da ordem de 1000 ppm).

Tipo IV- Quartz glass sintético produzido à partir de $SiCl_4$, vaporizado num arco de plasma livre de vapor de água. Seu produto é livre de impurezas metálicas e apenas ~0,4 ppm de OH, mas cerca de 200 ppm de Cl.

No processo de fusão do tipo I e do tipo II, evitar a formação de bôlhas têm sido um dos principais entraves tecnológicos enfrentados, por ser inviável a remoção dessas bôlhas do material fundido, em razão da alta viscosidade do quartz glass ($\sim 10^8$ poise à $1600^\circ C$) [3]. Para a fusão do tipo II, Muhlich [50] recomenda a utilização de matéria-prima livre de inclusões, e um contrôlê preciso da temperatura de fusão e da velocidade de deposição, que deve ser lenta para se produzir cilindros de alta homogeneidade e baixa concentração de bôlhas. A velocidade de fusão do quartzo é bastante lenta, podendo ocorrer fusão parcial dos grãos e com isso produzir heterogeneidades no material fundido [3, 47].

3- ESTUDO DE UM PROCESSO DE MOAGEM DE LASCAS DE QUARTZO EM MOINHO DE BOLAS ROTATIVO A SECO:

Sendo o pó de quartzo à partir de lascas uma importante matéria-prima em diversas aplicações tecnológicas, o estudo do seu processo de obtenção, assim como da sua caracterização é de interesse científico, tecnológico e econômico, principalmente para o Brasil que necessita agregar valor a esta vasta matéria-prima que é o quartzo.

Para entender melhor o papel do processo de moagem (*powdering*) na relação de qualidade das lascas de quartzo, do pó obtido à partir dessas lascas e do seu produto de fusão, foram realizados alguns estudos básicos fundamentais, com o objetivo de entender melhor os mecanismos de moagem.

3.1- ESTUDOS FUNDAMENTAIS:

Nesta etapa foi correlacionada a densidade de inclusões fluidas* nas lascas de quartzo à sua permanência nos grãos após a moagem e à geração de bôlhas no pó fundido, tendo-se utilizado lascas de quartzo graduadas de 1a., mista e 2a. [83] provenientes das regiões de Cristalândia no estado de Tocantins e Diamantina em Minas Gerais, num total de cinco jazidas.

* Doravante, passaremos a denominar o termo "INCLUSÕES FLUIDAS" apenas por "INCLUSÕES".

As amostras foram caracterizadas por inspectoscopia óptica [29] e microscopia óptica para uma análise qualitativa da densidade de inclusões presentes nas lascas (como se observa no exemplo da figura 3-1.). Para tanto, as amostras foram denominadas por A, B, C, D, ..., N, e M, e nessa ordem, para densidades de inclusões crescentes observadas por inspectoscopia óptica e relacionadas na tabela 3-1.

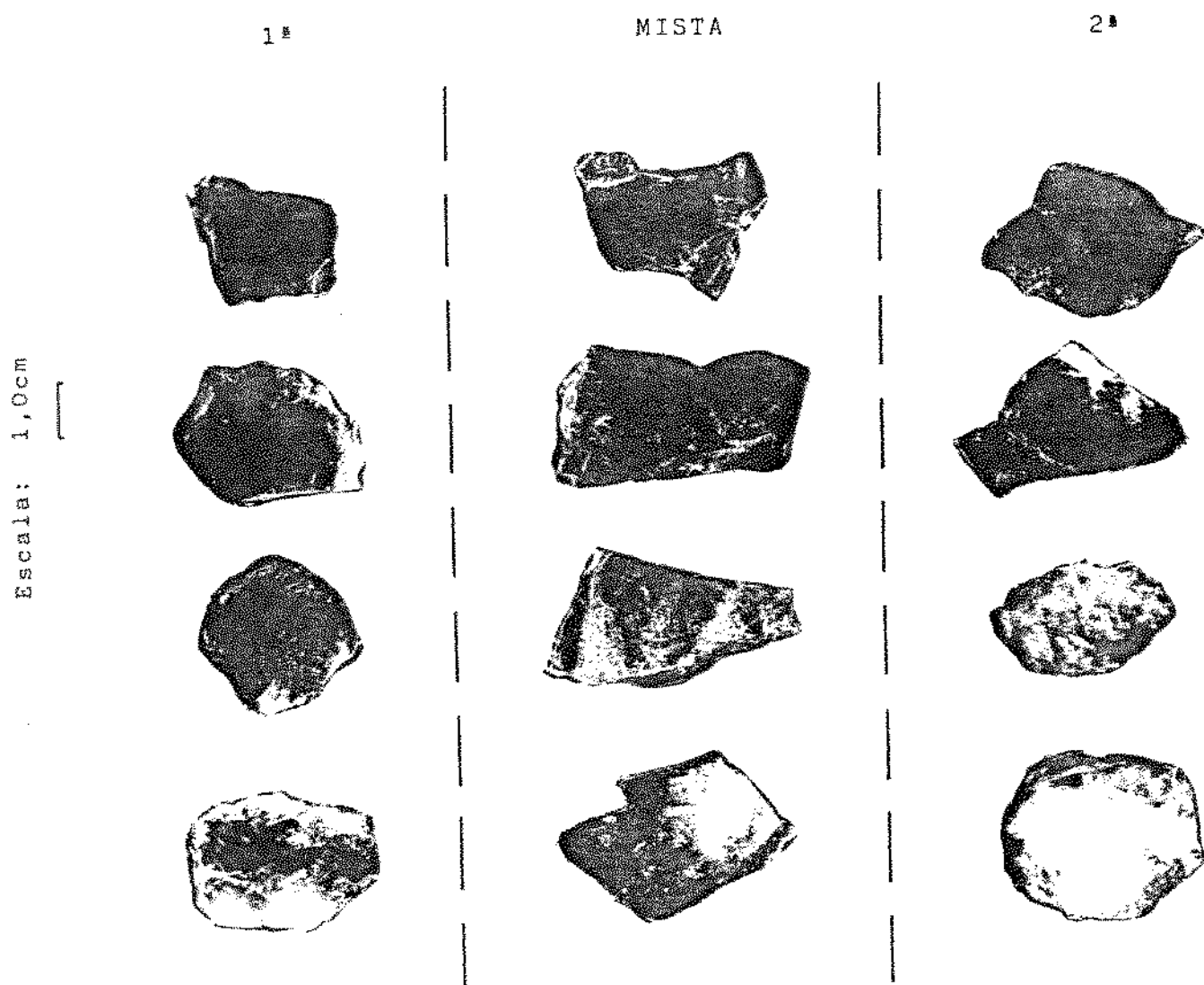


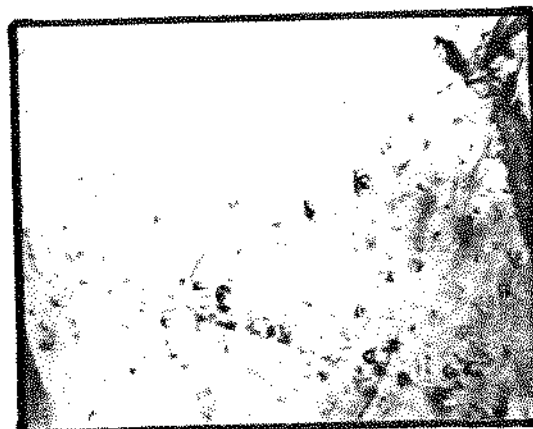
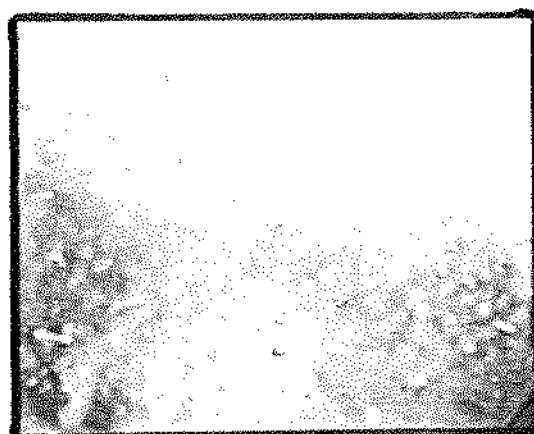
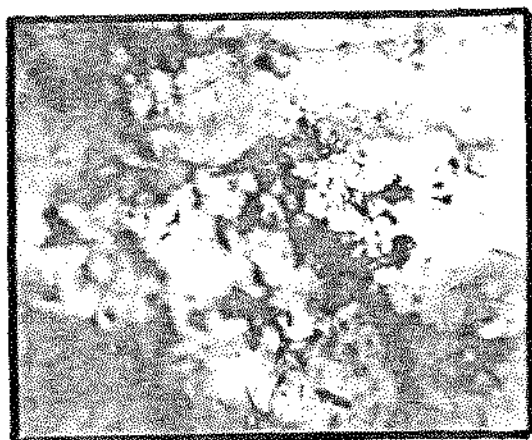
Figura 3-1. Inspectoscopia Óptica em lascas de quartzo de diferentes graduações.

Tabela 3-I. Classificação das amostras utilizadas quanto à densidade crescente de inclusões, observadas por inspectoscopia óptica e a correspondente percentagem de grãos com inclusões no pó:

AMOSTRAS	GRADUAÇÃO	CLASSIFICAÇÃO	% DE GRÃOS COM INCLUSÕES
Baixa	1a.	A	~0,08
Batatal	1a.	B	--
Canarinho	1a.	C	--
Limoeiro	mista	D	~0,02
Felipe	mista	E	~0,10
Baixa	2a.	F	~0,30
Canarinho	2a.	G	~0,04
Batatal	mista	H	~0,90
Limoeiro	1a.	I	~0,20
Canarinho	mista	J	~0,05
Batatal	2a.	K	~0,70
Limoeiro	2a.	L	~0,07
Felipe	2a.	M	~0,50

-- não detectado.

Na inspectoscopia óptica observou-se que mesmo as lascas de 1a. graduação, que a princípio deveriam ser isentas de jaças e trincas, contém inclusões, e às vezes em grandes quantidades. Por microscopia óptica essas inclusões foram identificadas como inclusões líquido-gasosas (*liquid-rich* e *gas-rich*) e sólido-líquido-gasosas (com *daughter minerals*) [65], como as observadas na figura 3-2., e cujas dimensões situam-se na faixa da ordem de micron à milímetro para a maioria das amostras (considerando-se o limite visual do microscópio utilizado da ordem de micron). As lascas mais transparentes apresentam inclusões com dimensões geralmente inferiores a 100 μm .



Escala: 1mm

Figura 3-2. Inclusões Típicas observadas em lascas de quartzo (líquido-gasosas com liquid-rich e gas-rich, sólido-líquido-gasosas com daughter minerals).

Após serem caracterizadas por inspectoscopia óptica e micrografia óptica as amostras foram submetidas a um processo de moagem constituído das seguintes etapas básicas:

- Aquecimento em forno elétrico com posterior choque térmico em água destilada (e deionizada) - *quenching*;
- Trituração em almofariz de ágata;
- Separação granulométrica em malha de #80 mesh;
- Lixiviação em água destilada para arraste dos grãos menores;
- Secagem do pó sobre papel de filtro à temperatura ambiente.

A granulometria dos pós obtidos por esse processo situa-se na faixa de 80 a 150 mesh, dimensões normalmente utilizadas na produção de quartz glass.

Observando-se os pós por micrografia óptica constatou-se que as inclusões remanescentes nos grãos são geralmente menores que 30 μm . Foi realizado uma estimativa percentual do número de grãos contendo inclusões, espalhando-se os pós sobre lâminas de vidro, de modo a se ter os grãos próximos uns dos outros, mas sem a sobreposição dos mesmos, e analisadas sob uma ampliação de 40 vezes. Nessas condições, o campo visual do microscópio abrangia a quantidade média de 800 grãos, sendo a contagem realizada nesse espaço amostral. Os resultados estão representados na tabela 3-I., cujos dados são referentes à média de três valores obtidos para cada amostra.

Comparando-se a ordem crescente da densidade de inclusões nas lascas, denominadas de A a M, com a ordem crescente da percentagem de grãos com inclusões no pó (ver figura 3-3.), verifica-se uma alteração nas posições indicando que lascas visualmente mais limpas podem gerar pós com maiores percentagens de inclusões do que outras lascas visualmente mais "entupidas" de inclusões.

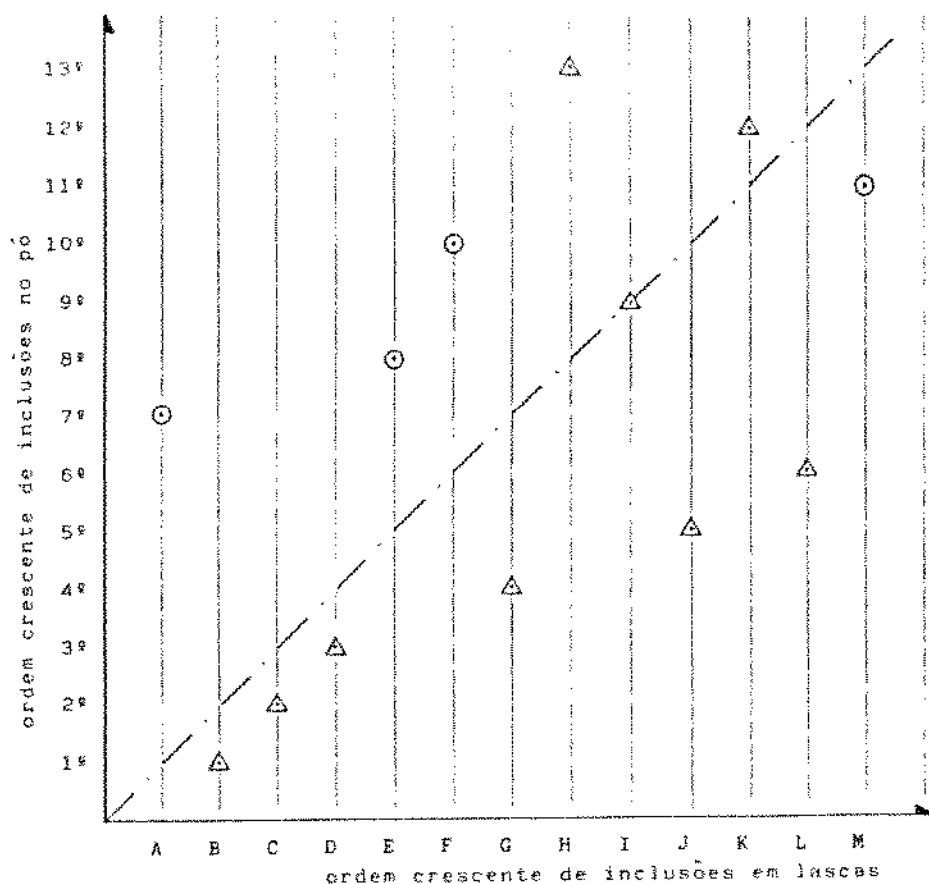
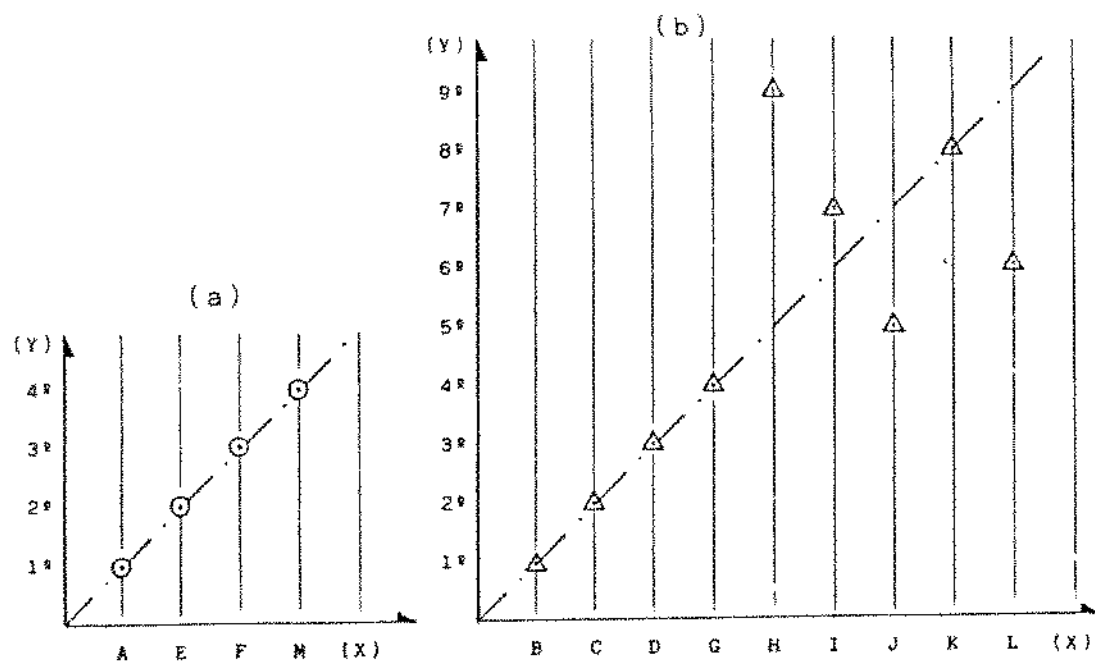


Figura 3-3. Relação de ordem da Densidade de Inclusões nas lascas e da Percentagem de Grãos com Inclusões nos seus respectivos pós.

Separando-se as amostras quanto às suas origens, ou seja, amostras A, E, F e M da região de Cristalândia e as amostras B, C, D, G, H, I, J, K, e L de Diamantina, observou-se uma boa correlação entre a densidade de inclusões nas lascas e a quantidade de grãos com inclusões no pó, isto é, quanto maior a densidade de inclusões nas lascas, maior é a percentagem de grãos com inclusões no pó, como mostra a figura 3-4.

Esses resultados revelam que a relação entre a quantidade de inclusões nas lascas e no pó dependem das características das inclusões e conduz portanto, à afirmação de que há dependência do tipo de formação geológica e condições de crescimento do quartzo nas jazidas.



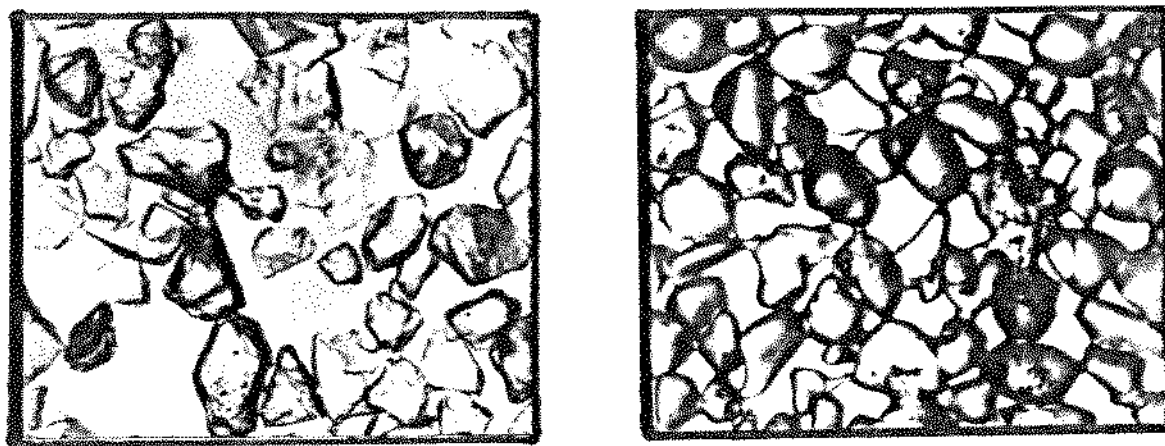
(X) ordem crescente da densidade de inclusões nas lascas
(Y) ordem crescente da densidade de inclusões no pó

Figura 3-4. Relação de ordem da Densidade de Inclusões nas lascas e da Percentagem de Grãos com Inclusões nos pós, para lascas da região de Cristalândia (a) e para lascas da região de Diamantina (b).

Para-se tentar relacionar a influência das inclusões presentes nos grãos com respeito à geração de bôlhas no material fundido, foram realizados testes de fusão nos pós, de modo a se ter os grãos de quartzo fundidos isoladamente. Neste processo, os pós foram espalhados sobre placas de *quartz glass* e fundidos sob chama de GLP/O₂.

Na micrografia dos pós fundidos observou-se a presença de bôlhas no interior de alguns grãos. Uma observação sistemática em várias dezenas de testes de fusão, revelou uma boa correspondência da quantidade de bôlhas com a quantidade de inclusões presentes no pó, isto é, pós que apresentavam maiores quantidades de inclusões geraram material fundido com maiores quantidades de bôlhas.

Na figura 3-5., tem-se uma comparação entre inclusões no pó e bôlhas no material fundido, usando-se lascas de quarta graduação



Escala: 200 μ m

Figura 3-5. Observação da Correlação Inclusões-bólhas, antes e após o Teste de Fusão.

(altas concentrações de inclusões), que enfatiza ainda mais esta correspondência.

A moagem como um processo de eliminação de inclusões e também de facilitar o processo de purificação do quartzo por lixiviação química, aumentando a área superficial específica, assume uma etapa importante no processamento do quartzo natural visando a sua aplicação em quartz glass de boa qualidade.

3.2- EQUIPAMENTOS E INSTRUMENTOS UTILIZADOS NO ESTUDO DA MOAGEM:

3.2.1- MOINHO DE QUARTZ GLASS: Tendo-se em vista o aproveitamento do pó de quartzo, obtidos no estudo do *powdering*, nas etapas posteriores de fusão, de modo a se poder correlacionar mais diretamente a qualidade das lascas às características do pó e do seu

fundido, independentemente da etapa de purificação, optou-se pela construção de um moinho de bolas rotativo, totalmente confeccionado de *quartz glass* de alta pureza*, com o objetivo principal de minimizar ou mesmo de eliminar as contaminações no processo de *powdering*.

Primeiramente foi construído um moinho cilíndrico, com a superfície interna lisa, nas dimensões de:

- Comprimento útil: 124,5 mm;
- Diâmetro interno: 83,5 mm;
- Espessura da parede: 2 mm;
- Volume interno: 682 cm^3 ,

preparado à partir de cilindro de *quartz glass* da Heraeus, conforme a figura 3-6., denominado de moinho A.

Devido a fragilidade deste moinho de quartzo, após um certo número de corridas de moagem, o mesmo teve que ser substituído por outro mais reforçado, nas seguintes dimensões:

- Comprimento útil: 175 mm;
- Diâmetro interno: 96 mm;
- Espessura da parede: 10 mm;
- Volume interno: 1267 cm^3 ,

cujo material foi especialmente preparado, para a presente pesquisa, pela Kyushu Ceramics, Nagasaki, Japão, tendo sido denominado de moinho B.

* A idéia original deste moinho surgiu da visita do Prof. Carlos K. Suzuki, em 1982, aos Laboratórios da Nippon Sheet Glass, que em contato com o Sr. Ikeda, chefe da equipe que desenvolveu o SELFOC GLASS, para fibras ópticas. Nesta ocasião, o Dr. Ikeda gentilmente cedeu informações a respeito do processo de moagem sem contaminação por eles desenvolvidos.

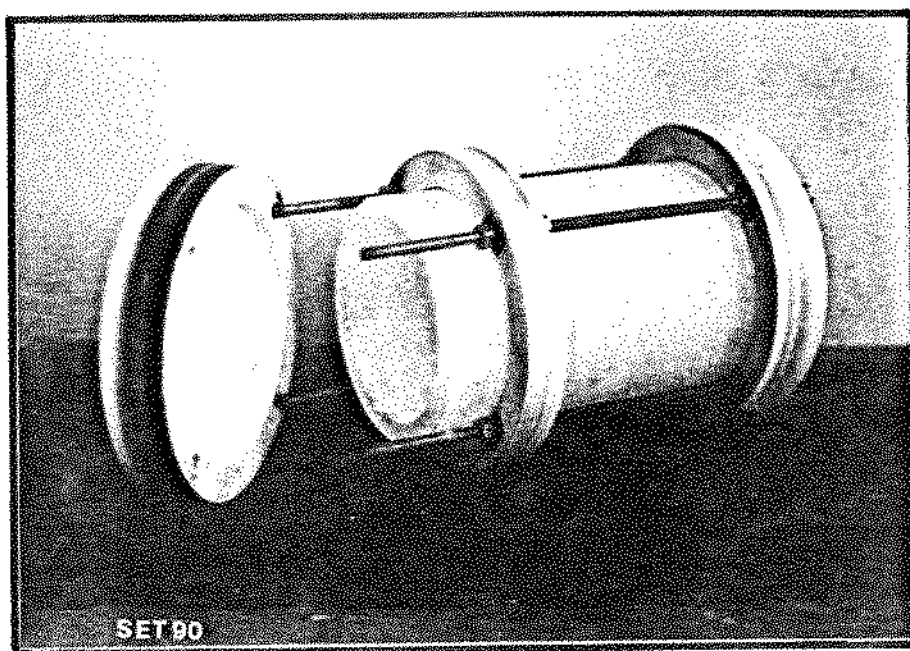


Figura 3-6. Moinho construído em *quartz glass* utilizado no estudo da moagem das lascas de quartzo.

O moinho A foi utilizado somente no primeiro ensaio, sendo os demais realizados no moinho B.

O sistema de acionamento do moinho (ver figura 3-7.) foi projetado e construído de modo a fornecer uma rotação ao moinho A de 100 rpm (aproximadamente 70% da velocidade crítica), sendo acionado por um motor elétrico ac. com 1 CV. de potência.

3.2.2- BALANÇA ANALÍTICA: Foi utilizado uma balança analítica com precisão de $\pm 0,19$ para a pesagem das lascas, bolas e do pó produzido.

3.2.3- FORNO ELÉTRICO: Na etapa do *quenching* o aquecimento foi realizado num forno elétrico construído especialmente para o Laboratório de Quartzo - UNICAMP, pela Optron, e capaz de atingir temperaturas de até $\sim 800^{\circ}\text{C}$. O forno é de grande inércia térmica para

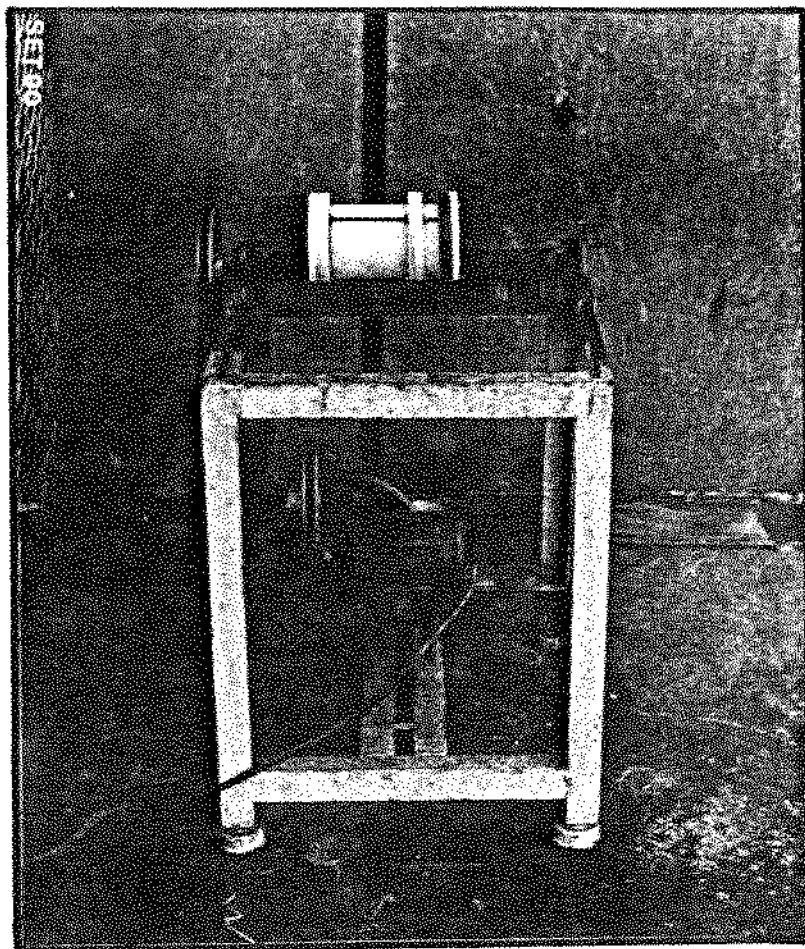


Figura 3-7. Sistema de acionamento do moinho.

.....
facilitar o aquecimento e o resfriamento das amostras de quartzo sem produzir trincas, sendo a temperatura controlada manualmente através de um variac.

3.2.4- TERMÔMETRO DIGITAL: Para as medidas de temperaturas das lascas no processo do *quenching*, utilizou-se um termômetro digital modelo 084 PK da Brastec, com termo-par de cromel-alumel, capaz de medir faixas de temperaturas de -70 a 1200°C . O termômetro foi previamente calibrado, conseguindo-se uma precisão em torno de $\pm 5^{\circ}\text{C}$ para temperaturas próximas de 600°C .

3.2.5- MALHA GRANULOMÉTRICA: Para análise do produto final, isto é, determinação do rendimento, produção, etc., o pó de quartzo

foi separado granulometricamente em malhas de.

- #16 mesh → abertura de aproximadamente 1x1 mm e
- #80 mesh → abertura de aproximadamente 180x180 μm .

3.2.6- MICROSCÓPIO ÓPTICO: Na caracterização micrográfica das lascas, assim como do pó (antes e após a fusão), foi utilizado um microscópio óptico modelo SZ-TR-BR da Olympus/Micronal, com ampliação variável de 7 a 40 vezes (para ocular de 10x) e um microscópio óptico biológico, modelo Labophot da Nikkon, com ampliação de 100, 200 e 400 vezes.

3.2.7- MEDIDOR DE DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA: As medidas de distribuição granulométrica foram realizadas em dois equipamentos distintos: no modelo SK LASER MICRON SIZER 7000 S da Seishin Enterprise Co. e no modelo HORIBA LA-500 da Horiba, ambos utilizando a técnica da difração de um feixe de laser, conhecido como fenômeno de Fraunhofer, capazes de analisar partículas na faixa de 0,1 a 200 μm de dimensão.

3.3- TRATAMENTO PRÉVIO DAS LASCAS ANTES DA MOAGEM:

Atualmente, a maioria das indústrias que produzem pó de quartzo à partir de lascas utilizam-se do choque térmico como etapa intermediária para craquear o material e facilitar o processo de moagem, dado ser o quartzo um material de alta dureza (7 na escala Moh) além de não possuir planos de fratura bem definidos que facilitem a sua moagem [36].

Para o estudo do processo de *powdering* foi utilizado um

procedimento análogo, constituído das seguintes etapas prévias ao *powdering*: seleccionamento das lascas; lavagem superficial das lascas e o *quenching*.

a) SELECIONAMENTO DA LASCAS: As lascas foram seleccionadas por tamanho, entre 10 e 25 gramas, sendo utilizado lascas de 2a. graduação, provenientes de Cristalândia, estado de Tocantins, cujos teores médios de impurezas estão relacionados na tabela 3-II.

b) LAVAGEM SUPERFICIAL DAS LASCAS: Todas as amostras foram submetidas a um processo de lavagem superficial em solução ácida de aproximadamente 10% de ácido fluorídrico, por uma hora, sendo seguido da lavagem com água destilada.

c) *QUENCHING* DAS LASCAS: Todo material a ser transformado em pó foi submetido ao processo de *quenching*, constituído das seguintes etapas:

- Aquecimento em forno elétrico até a temperatura de 550°C ;
- Choque térmico em água destilada à temperatura ambiente,
- Secagem das lascas em estufa à temperatura de 120°C .

O pré-estabelecimento da temperatura do *quenching* $T_q = 550^{\circ}\text{C}$ é resultado de um estudo básico anterior, detalhado no item 3.4.2 deste capítulo.

Tabela 3-II. Concentração média de impurezas das lascas de quartzo utilizadas no estudo do *powdering*:

ELEMENTO	Al	Fe	Na	K	Ca	Mg	Mn	Li
CONC. [PPM] _{wt}	47	15	63	6	0,6	0,5	0,2	2

Análise por Espectroscopia de Absorção Atômica.

3.4- INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS OPERACIONAIS DO MOINHO:

Após o tratamento prévio das lascas de quartzo, as amostras foram submetidas à moagem em moinho de bolas rotativo à seco. Neste processo de *powdering*, além de se utilizar um moinho de quartzo fundido, as bolas foram preparadas à partir das próprias lascas (sem a etapa do *quenching*) para se evitar possíveis contaminações durante a moagem. As lascas utilizadas como bolas foram arredondadas quebrando-se os cantos das mesmas e rodando-se durante algumas horas no moinho. As bolas foram selecionadas nas dimensões entre 10 e 25 gramas, distribuídos homogeneamente.

Devido à complexidade dos mecanismos de quebra das partículas, aliado ao grande número de parâmetros operacionais envolvidos na moagem, foram estabelecidos condições padrões variando-se um único parâmetro de cada vez, entre uma corrida e outra. Dessa forma foram estudados os parâmetros mais significativos como: o fator de preenchimento do moinho, [K]; a proporção entre lascas e bolas, [R]; a temperatura do *quenching* das lascas, [T_q]; e o tempo de moagem, [t].

Para definir e caracterizar esses parâmetros, estabeleceu-se as seguintes representações:

- W_L : massa das lascas a serem moidas;
- W_{B1} : massa das bolas antes da moagem;
- W_{B2} : massa das bolas após a moagem;
- W_{P16} : massa do pó produzido, passante em malha de 16 mesh;
- W_{P80} : massa do pó produzido, passante em malha de 80 mesh;
- W_{Pf} : massa do pó produzido na faixa de 50 a 180 μm de dimensão;
- V: volume útil do moinho;
- ρ : densidade do quartzo;

- Y: rendimento da moagem, $Y [\%] = (W_P / W_L) \times 100$ (3-1)

- K: fator de preenchimento do moinho, $K = [(W_L + W_{B1}) / \rho] / V$ (3-2)

- R: proporção entre lascas e bolas, $R = W_L / (W_L + W_{B1})$ (3-3)

3.4.1- FATOR DE PREENCHIMENTO DO MOINHO, K, E DA PROPORÇÃO ENTRE LASCAS E BOLAS, R:

Para o estudo da influência do fator de preenchimento do moinho e da proporção entre a quantidade de lascas e bolas, estabeleceu-se valores de K e R, ensaiados no moinho A e mantendo-se os outros parâmetros constantes.

As condições padrões adotadas nestes testes foram:

- Temperatura do quenching de 550°C;
- Tempo de moagem de 8 horas por corrida;
- Rotação do moinho de 100 rpm, correspondente a ~70% da velocidade crítica do moinho;
- Fator de preenchimento do moinho $K = 0,30; 0,40$ e $0,50$;
- Proporção entre lascas e bolas $R = 0,3; 0,5; 0,7$ e $1,0$.

Para cada par de valor de K e R foi calculada a quantidade de W_L e W_{B1} , procurando-se compor a carga o mais próximo possível desses valores. Após cada corrida de moagem, realizada ininterruptamente durante o tempo t, o pó produzido foi separado granulometricamente em malha de 16 mesh, sendo pesado as quantidades W_{P16} e W_{B2} .

A tabela 3-III relaciona os dados obtidos para as condições estabelecidas acima, incluindo-se o cálculo do rendimento Y. As correlações entre Y_{16} e W_{P16} como função de R, para um determinado valor

Tabela 3-III. Dados do estudo da influência do fator de preenchimento do moinho, K, e da relação entre lascas e bolas, R, nas moagens das lascas de quartzo corridos no moinho A.

K/R	W_L [g]	W_{B1} [g]	W_{B2} [g]	W_{P10} [g]	Y_{10} [%]
0,30/0,1	54,2	486,7	483,9	49,6	91,5
0,30/0,3	162,6	379,6	371,4	135,1	83,1
0,30/0,5	274,0	271,0	268,2	170,8	62,3
0,30/0,7	379,2	162,7	162,5	124,5	32,8
0,30/1,0	547,6	0	0	65,6	12
0,40/0,3	76,5	653,7	650,3	71,1	92,0
0,40/0,3	217,7	505,9	500,3	183,2	84,1
0,40/0,5	359,0	363,2	362,5	184,3	51,3
0,40/0,7	507,0	207,5	207,0	153,1	33,1
0,40/1,0	723,0	0	0	80,9	11,2
0,50/0,5	441,8	439,0	-	14,8	3,3

$T_q = 550^\circ C;$

$t = 8:00$ H. de corrida e

$w = 100$ rpm.

de K fixo, estão representados na figura 3-8. e 3-9. respectivamente, onde-se observa o comportamento linear decrescente do rendimento com o aumento da relação R e que a quantidade de pó produzido por corrida apresenta um ponto de máximo em torno do valor de $R = 0,5$.

Comparando-se os valores dos rendimentos obtidos para $K = 0,30$ e $K = 0,40$, não se observa diferenças significativas, podendo-se assumir uma única relação de Y como função de R. Para valores de R acima de 0,2 encontrou-se a seguinte expressão:

$$Y [\%] = -102,6 \times R + 110,4 \quad (3-4)$$

com um fator de correlação de $r^2 = 0,98$.

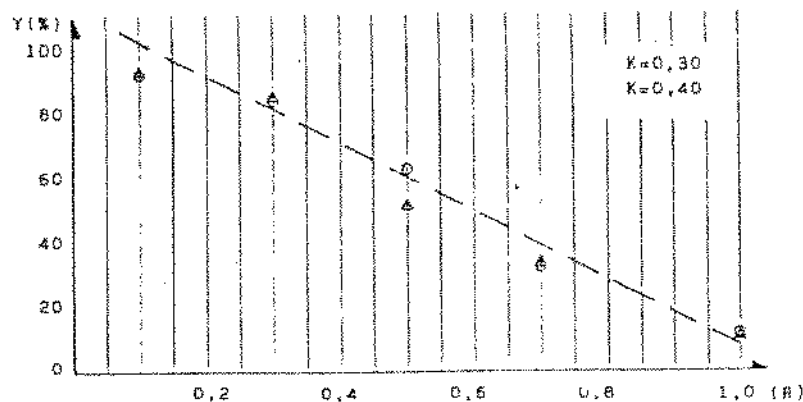


Figura 3-8. Gráfico do Rendimento Y , como função do Fator R , para $K = 0,30$ e $0,40$, corridas no moinho A.

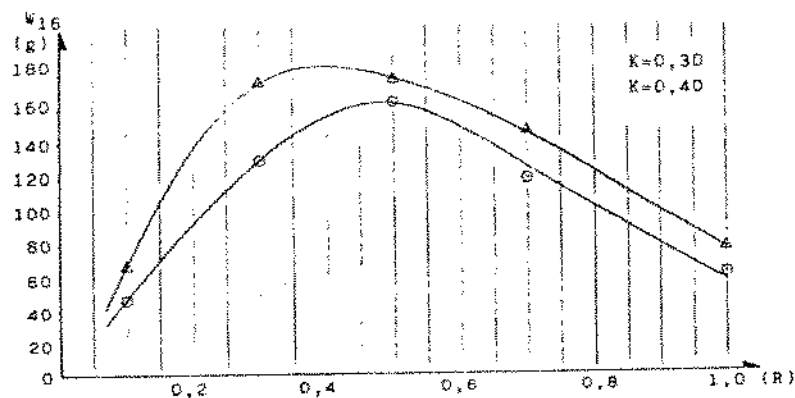


Figura 3-9. Gráfico da Produção W , como função do Fator R , para $K = 0,30$ e $0,40$, corridas no moinho A.

As corridas para valores de $K = 0,50$ foram interrompidas devido ao baixo rendimento da moagem causado pelo preenchimento excessivo do moinho, isto é, para $K = 0,50$ o volume aparente da carga ocupava quase todo o volume útil do moinho impedindo a movimentação adequada das bolas e lascas, reduzindo a energia útil de moagem.

Considerando-se os formatos diferencializados entre uma lasca e outra, assumir um modelo teórico como esferas ou cubos para se calcular o volume aparente da carga, V_A , poderia não ser representativo para o estudo em questão, sendo o volume aparente avaliado experimentalmente, chegando-se à seguinte expressão:

$$V_A \cong V_L \times 1,8 \quad (3-5)$$

válido para a carga inicial do moinho, uma vez que seu valor é alterado com o decorrer da moagem. Portanto, para $k = 0,50$ o volume aparente da carga preenchia ~90% do volume útil do moinho.

Após essa série de corridas, o moinho A foi substituído pelo moinho B devido ao aparecimento de trincas no cilindro de quartzo que impediu a sua utilização. Em razão da maior dimensão do moinho B, a influência dos fatores K e R no *powdering* foram reavaliados para as seguintes condições padrões:

- Temperatura do *quenching* de 550°C;
- Tempo de moagem de 8 horas de corrida;
- Rotação do moinho de 78 rpm, correspondente a ~60% da velocidade crítica do moinho B;
- Fator de preenchimento do moinho $K = 0,35; 0,40$ e $0,45$;
- Proporção entre lascas e bolas $R = 0,2; 0,4; 0,6$ e $0,8$.

Uma vez definido as novas condições, o procedimento do *powdering* seguiu análogo ao ensaio anterior.

Considerando-se a granulometria do pó de quartzo para uso em fusão, com dimensões entre 50 e 200 μm , aliado à restrição física dos equipamentos utilizados para as medidas de distribuição granulométrica das partículas (grãos menores que 200 μm), foi adicionado a etapa da separação granulométrica em malha de 80 mesh. Os resultados destes testes estão mostrados na tabela 3-IV, onde o rendimento Y_f e a



produção W_{Pf} são referentes ao pó produzido na faixa de 50 a 180 μm de dimensão, calculados à partir das medidas de distribuição granulométrica relatadas no item 3.4.4 deste capítulo.

O rendimento Y_{10} e a produção W_{P10} , como função de R apresentou o mesmo comportamento que o obtido com o moinho A. Os dados para $K = 0,45$ mostram uma moagem irregular apresentando um rendimento abaixo do esperado, quando comparados com os dados da moagem para valores de $K = 0,30$; $0,35$ e $0,40$, provavelmente influenciada pelo alto fator de preenchimento do moinho (próximo a 80% do volume útil) como ocorreu para $K = 0,50$ no ensaio com o moinho A.

Tabela 3-IV. Dados do estudo da influência do fator de preenchimento do moinho, K, e da relação entre lascas e bolas, R, nas moagens das lascas de quartzo no moinho B:

K/R	W_L [g]	W_{B1} [g]	W_{B2} [g]	W_{P10} [g]	Y_{10} [%]	W_{P80} [g]	Y_{80} [%]	W_{Pf} [g]	Y_f [%]
0,35/0,2	235,0	939,8	936,2	234,7	99,9	224,6	95,6	44,0	18,7
0,35/0,4	470,0	704,9	702,0	388,8	82,7	314,7	67,0	141,6	30,1
0,35/0,6	704,9	470,0	468,4	439,6	62,4	203,3	28,8	103,9	14,7
0,35/0,8	939,8	235,0	234,4	347,9	37,0	141,9	15,1	66,0	7,0
0,40/0,2	268,5	1074,3	1072,3	263,5	98,1	252,3	94,2	69,6	26,0
0,40/0,4	537,1	805,8	803,9	444,1	82,7	331,1	61,6	155,6	28,9
0,40/0,6	805,6	537,0	535,5	467,6	58,0	205,6	25,5	103,6	12,8
0,40/0,8	1074,1	268,5	267,9	345,0	32,1	168,9	15,7	66,4	6,2
0,45/0,2	302,1	1208,4	1205,8	193,6	64,1	173,2	57,3	53,9	17,8
0,45/0,4	604,2	906,3	903,3	420,4	69,6	256,0	42,4	111,9	18,5
0,45/0,6	906,3	604,7	603,5	294,6	32,5	145,5	16,0	59,5	9,5
0,45/0,8	1208,4	302,1	301,9	224,6	18,6	116,0	9,6	41,9	3,5

$t = 550^\circ C$;

$t = 8:00$ H de corrida e

$w = 78$ rpm

A proporcionalidade entre Y_{10} e R para $K = 0,35$ e $0,40$ foi ajustada pela curva.

$$Y_{10} [\%] = -108 \times R + 123 \quad (3-6)$$

com um fator de correlação $r^2 = 0,99$, representados na figura 3-10. A produção W_{P10} e W_{Pf} apresentam pontos de máximo próximos aos valores de $R = 0,50$ e $R = 0,45$ respectivamente, como pode ser observado pela figura 3-11.

Para o tipo de moinho utilizado, os melhores resultados obtidos, em termos da quantidade de pó produzido, foram encontrados para um valor de K de $0,40$, apresentando uma máxima produção para valores de R próximos a $0,50$ ($0,50 \pm 0,05$). Comparando-se os resultados obtidos no moinho A e no moinho B, observa-se um comportamento análogo do *powdering*, diferenciando-se apenas pela capacidade de produção que está numa relação direta com as dimensões do moinho.

O desgaste das bolas, por corrida, não se observou significativo, estando sempre abaixo dos 1% da carga de bolas, sendo os maiores desgastes verificados para valores de R próximos a $0,30$.

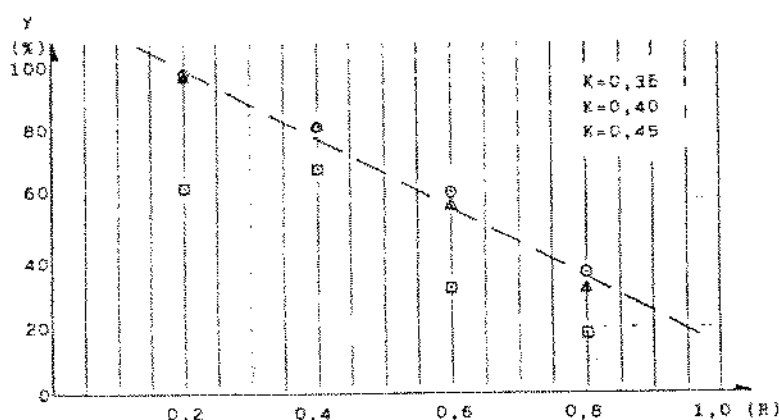


Figura 3-10. Gráfico de Rendimento Y_{10} como função do Fator R , para $K = 0,35$, $0,40$ e $0,45$, corridos no moinho B.

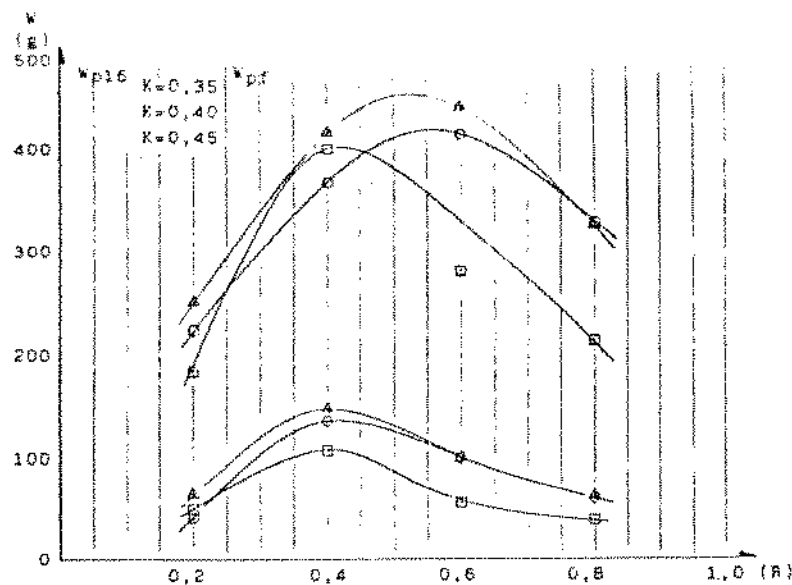


Figura 3-11. Gráficos das Produções W_{p16} e W_{p1} como função do Fator R, para $K=0,35$, $0,40$ e $0,45$, corridos no moinho B.

3.4.2- TEMPERATURA DO QUENCHING, T_q :

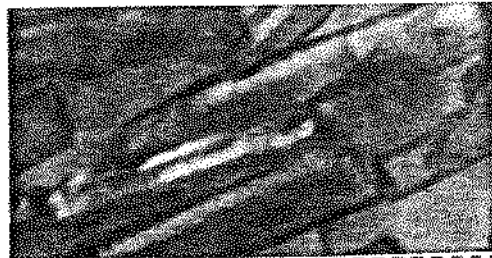
Durante o processo de moagem em almofariz de ágata, citado no item 3.1 (ESTUDOS FUNDAMENTAIS), observou-se que as lascas submetidas às temperaturas de quenching mais elevadas ofereciam menores resistência à trituração e apresentando grãos com formato acicular de secção transversal aproximadamente quadrada, diferenciando-se do formato irregular apresentado pelos pós obtidos em temperaturas de quenching inferiores, como mostrado na Tabela 3-V.

Uma vez que o formato dos grãos podem influenciar no processo de fusão, realizou-se testes de quenching aquecendo-se as lascas de quartzo à diversas temperaturas e submetendo-as ao choque térmico em água destilada à temperatura ambiente, para se observar o efeito do quenching no padrão de fratura do quartzo.

Na tabela 3-V estão representados os resultados obtidos, onde se verifica que a mudança no padrão de fratura, dos quais se originam os grãos aciculares e irregulares, ocorre entre $\sim 560^{\circ}\text{C}$ e $\sim 580^{\circ}\text{C}$. Foram realizados diversos testes de *quenching* utilizando-se lascas de diferentes regiões, sendo que em todos os testes a mudança no padrão de fratura ocorreu na mesma faixa de temperatura citada.

Uma hipótese levantada para explicar esse diferente padrão de fratura foi a de que as amostras de quartzo, no momento do choque térmico se encontrariam em formas alotrópicas diferentes, uma vez que a transição do quartzo Alfa para o quartzo Beta ocorre a 573°C , ou seja, ocorrendo o choque térmico durante a fase β do quartzo (estrutura hexagonal) as trincas originariam grãos em forma de agulhas, enquanto que se o choque térmico ocorresse durante a fase α do quartzo (estrutura trigonal) as trincas originariam grãos com forma irregular.

Tabela 3-V. Dados da influência da temperatura do *quenching*, T_q , no Padrão de fratura das lascas de quartzo:

T_q [$^{\circ}\text{C}$]	T_{agua} [$^{\circ}\text{C}$]	ΔT_q [$^{\circ}\text{C}$]	PADRÃO DE FRATURA
~ 466	28	~ 438	 ↑ Formato irregular
~ 512	28	~ 484	
~ 559	28	~ 531	
~ 603	28	~ 575	↓ Formato acicular 
~ 649	28	~ 621	
~ 695	28	~ 667	
~ 740	28	~ 712	

Uma outra hipótese levantada foi a do aumento do gradiente térmico, $[\Delta T_q]$, durante o processo do *quenching*, isto é, um baixo ΔT_q resultaria em grãos de formato irregular e um alto ΔT_q resultaria em grãos aciculares.

Para se analisar melhor as duas hipóteses, outros testes foram realizados aquecendo-se as lascas em diferentes temperaturas e submetendo-as ao *quench* em água à diferentes temperaturas, cujos resultados estão relacionados na tabela 3-VI. Nesses testes observou-se que o gradiente térmico está diretamente relacionado com a quantidades de trincas introduzidas nas lascas, isto é, quanto maior o gradiente térmico, maior é a quantidade de trincas introduzidas e menor é o tamanho dos grãos resultantes; no entanto, a mudança no padrão de fratura está relacionada à temperatura da lasca no momento do *quench*, reforçando a primeira hipótese levantada, ou seja, a de que o padrão de fratura depende da forma alotrópica em que se encontra o quartzo no momento do *quench*.

No caso dos grãos aciculares, a relação entre o comprimento e o diâmetro médio da secção transversal dos grãos aumenta com o aumento do gradiente térmico, como pode ser verificado pela figura 3-12.. Foi observado também que o padrão de fratura dos quais originam os grãos aciculares seguem na direção normal à superfície de troca de calor (superfície externa das lascas) não parecendo ter uma direção cristalográfica preferencial como pode ser visto nas fotografias da figura 3-13.; no entanto, observando-se os grãos aciculares entre duas placas de Nicols (polarizador e analisador) as agulhas de quartzo parecem ter uma direção cristalográfica preferencial, uma vez que não desviam o plano de polarização da luz quando são alinhados a $\sim 45^\circ$ do plano de polarização, como mostra a figura 3-14..

$T_q = 650^\circ\text{C}$



$T_q = 750^\circ\text{C}$

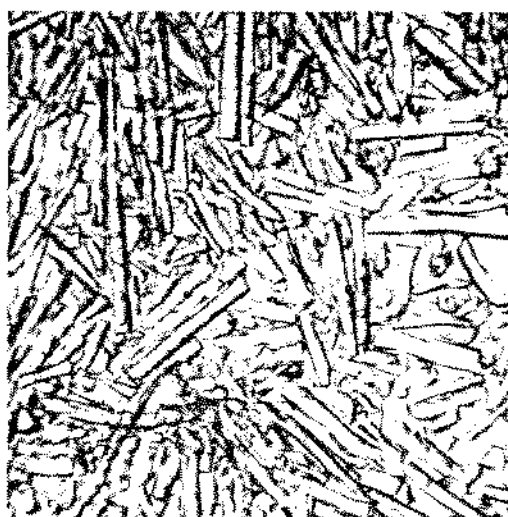


Figura 3-12. Efeito do gradiente térmico do *quench* no formato dos grãos aciculares.



Figura 3-13. Padrão de fratura das lascas de quartzo

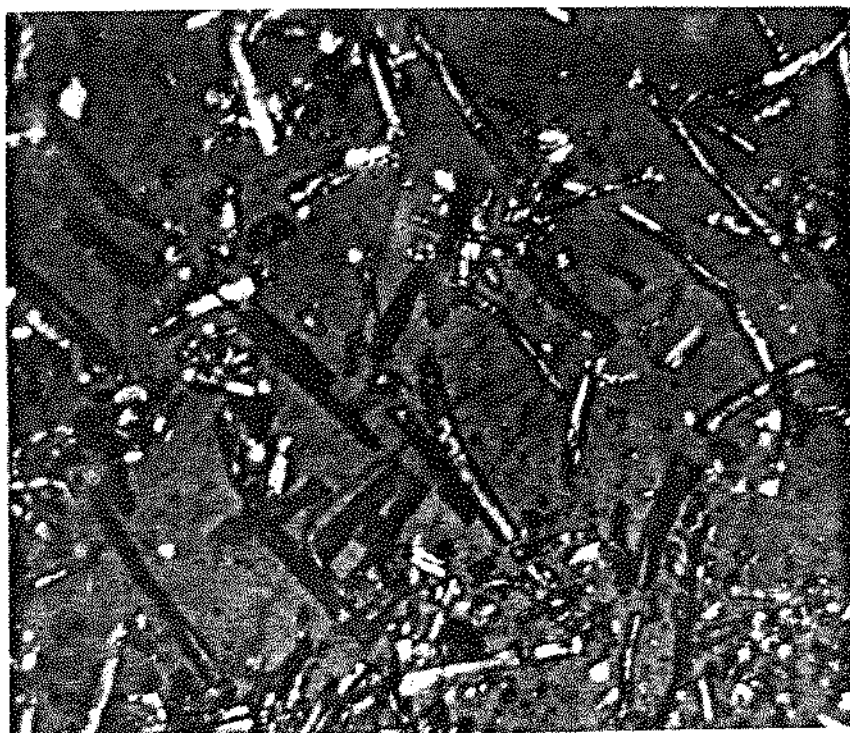
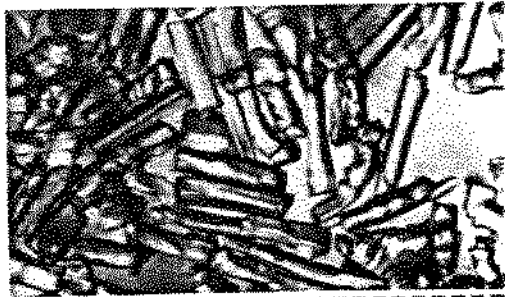


Figura 3-14. Observação dos grãos aciculares sob luz polarizada

Tabela 3-VI. Dados da influência da temperatura do *quenching*, T_q , e do gradiente térmico, ΔT_q , no padrão de fratura das lascas de quartzo:

T_q [°C]	T_{agua} [°C]	ΔT [°C]	PADRÃO DE FRATURA
~466	0	~466	
~512	0	~512	
~512	24	~488	
~559	0	~559	
~559	24	~535	↑ Formato irregular
~576	0	~576	↓ Formato acicular
~676	24	~552	
~576	35	~541	
~576	40	~536	
~603	24	~579	

A quantidade de trincas geradas nas lascas de quartzo, quantificadas pela densidade linear de cracks, [Dlc], como função da temperatura do *quenching*, pode ser visualizada pelo gráfico da figura 3-15..

Considerando essa dependência do Dlc, assim como do diferente padrão de fratura com a temperatura do *quenching*, foi realizado testes de *powdering* para verificar a influência desses fatores na moagem do quartzo.

Neste experimento, foi estabelecido como parâmetros padrões:

- O tempo de moagem de 8:30 horas;
- A rotação do moinho de 78 rpm;

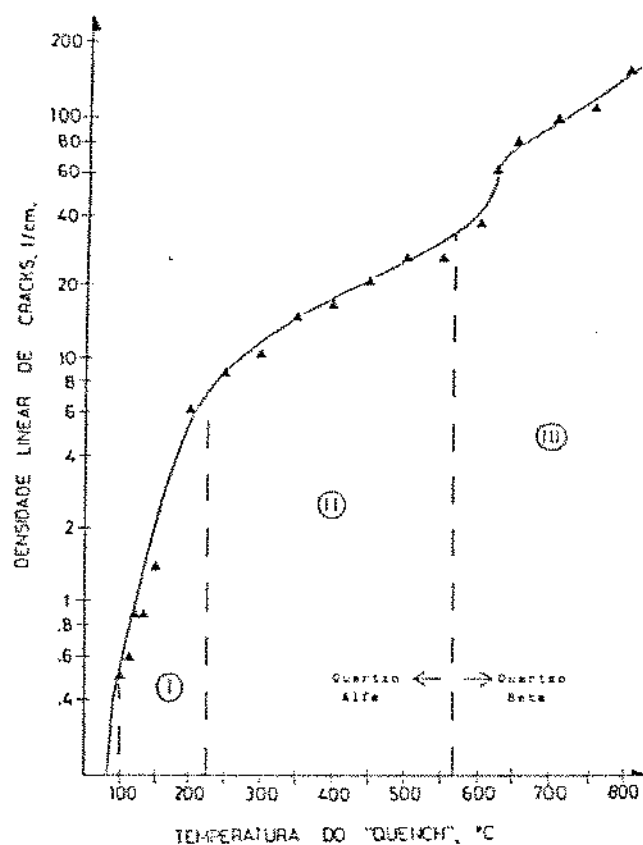


Figura 3-15. Gráfico da Densidade Linear de Cracks, Dlc, como função da Temperatura do Quenching das lascas.

- O fator de preenchimento do moinho $K = 0,40$;
- A proporção de lascas e bolas $R = 0,50$ e
- A temperatura do quenching $T_q = 300; 400; 500; 600; 700$ e 800°C

O procedimento do *powdering* (determinação de W_L , W_{B1} , carga e descarga do moinho) foi análogo ao utilizado nos ensaios anteriores.

Os resultados destes experimentos estão relacionados na tabela 3-VII onde se verifica um comportamento aproximadamente exponencial da produção W_{P10} e W_{Pf} como função da temperatura T_q , para valores de T_q inferiores a 500°C . Para temperaturas acima de 600°C , W_{P10} apresentou um ligeiro decréscimo da produção com o aumento de T_q , enquanto que W_{Pf} se manteve aproximadamente constante, como pode ser observado nos gráficos da figura 3-16..

Tabela 3-VII. Dados do estudo da influência da temperatura do quenching na moagem das lascas de quartzo corridos no moinho B:

T_q [°C]	W_L [g]	W_{B1} [g]	W_{B2} [g]	W_{P10} [g]	Y_{10} [%]	W_{P80} [g]	Y_{80} [%]	W_{Pf} [g]	Y_F [%]
300	674,4	674,4	673,3	26,0	3,8	20,2	3,0	0,4	0,1
400	674,3	674,3	673,3	67,3	10,0	60,1	8,9	8,1	1,2
500	674,1	673,3	672,0	377,6	56,0	312,6	46,4	130,1	19,3
600	674,0	672,0	670,0	519,6	77,1	350,7	52,0	185,3	27,5
700	673,3	673,3	672,4	427,0	63,4	358,1	53,2	182,6	27,1
800	674,3	673,4	671,4	391,4	58,0	374,9	55,6	183,3	27,2

$T = 8:30$ H de corrida;

$w = 78$ rpm;

$K = 0,40$ e

$R = 0,5$.

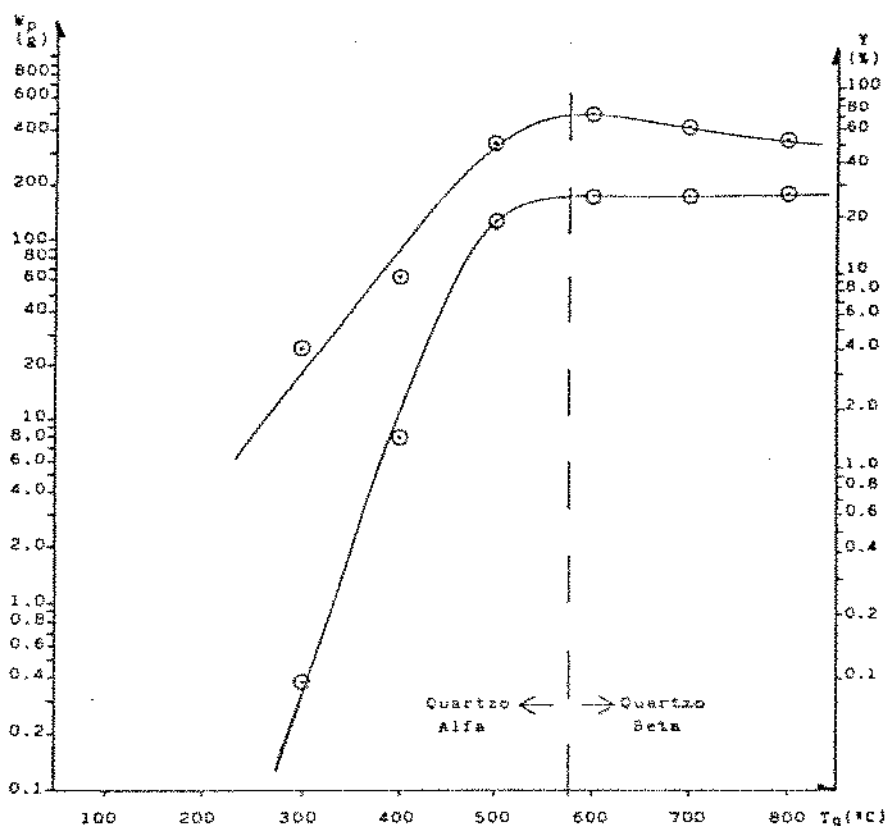


Figura 3-18. Gráficos das Produções W_{ps} e W_{pf} e dos Rendimentos Y_{10} e Y como função da Temperatura do Quenching.

O comportamento exponencial crescente da produção de pó com a temperatura do *quenching*, para valores inferiores a 500°C , pode ser explicado pelo aumento exponencial da Dlc com a temperatura do *quenching*, no entanto, para valores de T_q superiores a 600°C , apesar da Dlc crescer exponencialmente com T_q , a produção tende a se estabilizar ou até mesmo a diminuir, dependendo da granulometria analisada. De acordo com o estudo apresentado anteriormente, à partir de $T_q = 573^{\circ}\text{C}$ o padrão de fratura se modifica, de forma que próximo às superfícies das lascas as trincas são preferencialmente perpendiculares à superfície e que poderia ser a causa da mudança no comportamento da produção do pó observado, para temperaturas de *quenching* superiores a 600°C . A confirmação teórica da influência do diferente padrão de fratura do quartzo no *powdering*, sob o aspecto do mecanismo de fratura, não foi abordado neste trabalho.

Observando-se o formato dos grãos obtidos na corrida de $T_q = 600^{\circ}\text{C}$, notou-se que somente uma pequena percentagem dos grãos apresentavam formato acicular, sendo a grande maioria formada de grãos irregulares, apesar do padrão de fratura propiciar a formação de grãos aciculares. A explicação para a baixa percentagem de grãos aciculares reside no fato do diâmetro médio da seção transversal das "agulhas" formadas durante o *quenching* a 600°C serem superiores a $200\ \mu\text{m}$ (acima da granulometria passante em malha de 80 mesh), apresentando uma relação entre comprimento/diâmetro muito baixo, e sendo submetidos a quebras posteriores, gerando grãos menores e de formato irregular. A quantidade de grãos aciculares aumenta para temperaturas de T_q superiores (700 e 800°C).

3.4.3- TEMPO DE MOAGEM, t:

O estudo da influência do tempo de moagem nas características do *powdering* tem um caráter importante na otimização do processo, para se obter pós numa faixa granulométrica específica com o mínimo de sobremoagem. Estudos já realizados por diversos autores, e mencionados no capítulo 2, revelam que o perfil da distribuição granulométrica obtidas à partir da fragmentação primária não se altera com o decorrer da moagem, deslocando simplesmente o perfil da distribuição no sentido dos grãos de menores dimensões. Portanto, conhecer o posicionamento do pico do histograma da distribuição como função do tempo de moagem é um dado básico na otimização do processo de *powdering*.

Para estudar o comportamento do *powdering* das lascas de quartzo com o tempo de moagem, foi realizado corridas de 4:00; 8:30; 16:00; 24:00; 32:00 e 48:00 horas, mantidos todos os outros parâmetros constantes, isto é:

- Temperatura do *quenching* de 550°C;
- Rotação do moinho de 78rpm;
- Fator de preenchimento do moinho de 0,40 e
- Proporção entre lascas e bolas de 0,50.

Os resultados obtidos estão relacionados na tabela 3-VIII., onde se verifica o comportamento logarítmico do rendimento e da produção como função do tempo de moagem, melhor visualizados nos gráficos da figura 3-17.. Nota-se aqui que a saturação do *powdering* depende da granulometria analisada, e para a faixa de 50 a 200 μm , utilizada na fusão de quartzo, o melhor rendimento por tempo de moagem foi encontrado para corridas de 4:00 a 8:00 horas, sendo duas corridas de 4:00 hrs. equivalente a uma corrida de 8:00 hrs.. Levando-se em conta

Tabela 3-VIII. Dados do estudo da influência do tempo de moagem no *powdering* das lascas de quartzo corridos no moinho B:

t [H] (H)	W_L (g)	W_{B1} (g)	W_{B2} (g)	W_{P10} (g)	Y_{10} (%)	W_{P80} (g)	Y_{80} (%)	W_{Pf} (g)	Y_f (%)
4:00	674,3	674,1	672,7	346,6	51,4	168,9	25,0	80,6	11,9
8:30	674,3	674,1	672,0	492,0	73,0	294,7	43,7	142,6	21,1
16:00	674,3	675,0	673,7	555,5	82,4	387,3	57,4	185,1	27,4
24:00	674,3	674,3	672,2	509,8	75,6	443,8	65,8	179,3	26,6
32:00	674,2	674,1	672,7	515,0	76,4	500,3	74,2	166,1	24,6
48:00	674,3	674,3	670,4	564,0	83,6	556,3	82,5	178,0	26,4

$T_q = 550^\circ\text{C};$

$w = 78 \text{ rpm};$

$K = 0,40 \text{ e}$

$R = 0,5$

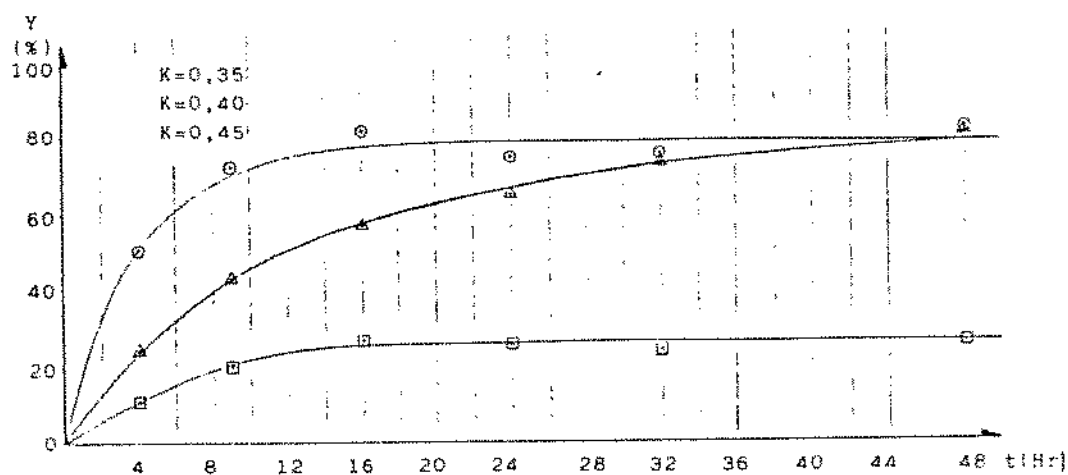


Figura 3-17. Gráfico dos Rendimentos Y_{10} , Y_{80} e Y_f como função do Tempo de moagem.

o tempo de carga e descarga do moinho, a corrida de 8 horas se verificou mais eficiente.

As medidas e as análises da distribuição dos tamanhos das partículas estão relatadas no item a seguir.

3.4.4- INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS K , R , T_q E ϵ NA DISTRIBUIÇÃO GRANULOMÉTRICA:

Para uma análise mais detalhada do processo de *powdering* das lascas de quartzo, além da separação em malhas de 16 e 80 mesh, foi realizado a medida da distribuição granulométrica na faixa de 0,1 a 200 μm de dimensão, em dois equipamentos diferentes: no SK LASER MICRON SIZER - 7000 S da Seishin Enterprise Co. Ltd., pertencente ao GIRIN - Government Industrial Research Institute, Nagoya, e no HORIBA LA-500 da Horiba.

Devido às limitações dos equipamentos, se restringindo à medições de partículas inferiores a 200 μm de dimensões, os pós utilizados na análise da distribuição granulométrica foram os pós W_{P80} , com grãos menores que ~180 μm de dimensão.

As medidas de distribuição granulométrica foram realizadas em todas as amostras W_{P80} , cujos dados estão relacionados na forma de tabelas e de gráficos da curva da porcentagem volumétrica acumulativa, $[V\%]$, e do histograma da distribuição, $[H\%]$, anexados ao final deste capítulo e separados por séries, de acordo com o estudo visado, ou seja: "SÉRIE KR" referente ao estudo da influência dos fatores K e R no *powdering*; "SÉRIE T_q " referente à influência da temperatura do

quenching das lascas e a "SÉRIE t" correspondente ao efeito do tempo de moagem.

As primeiras medidas foram realizadas no SK LASER MICRON SIZER 7000 S onde se observou a existência de dois picos no histograma da distribuição: um pico principal, referentes aos grãos de maiores dimensões, tendo o seu posicionamento como função do parâmetro R, e um pico secundário, estável em aproximadamente $2,5 \mu\text{m}$ de dimensão, sendo invariante com os fatores K e R.

Representando-se por M a dimensão correspondente a posição do pico principal no histograma, verifica-se que M aumenta com o aumento da relação R até um limite aproximado de $100 \mu\text{m}$. Esse valor máximo de M como função de R ocorre devido ao corte dos grãos com dimensões superiores a $\sim 180 \mu\text{m}$. Considerando-se as frações retidas nas malhas de 16 e 80 mesh, ter-se-ia um histograma da distribuição como o mostrado na figura 3-18. (diagramas especulativos), onde M apresenta ser proporcional a R.

Para os valores utilizados, o fator K não apresenta uma influência significativa na posição do pico principal, dentro da faixa granulométrica analisada.

As medidas realizadas no HORIBA LA-500 confirmam o mesmo comportamento da moagem como função dos fatores K e R, tanto para o pico principal como para o secundário do histograma; no entanto, essas medidas revelaram que o pico secundário é formado, na realidade, por dois picos menores localizados na dimensão de 2 e $5 \mu\text{m}$, sendo ambos independentes dos fatores K e R, como podem ser comprovados nos gráficos da "SÉRIE KR" obtidos no HORIBA LA-500.

As diferenças observadas quanto à proporção do pico principal e secundário, medidos nos dois equipamentos, se deve à calibração e à

partição definida por cada fabricante na determinação do histograma.

Na "SÉRIE T_q " observa-se um deslocamento do pico principal no sentido dos grãos de maiores dimensões com o aumento da temperatura do *quenching*, apesar do aumento da densidade de trincas. Esta aparente contradição se deve à separação granulométrica do W_{p80} permitindo somente a passagem dos finos. Se fôsse traçado um histograma da distribuição para toda faixa granulométrica como o apresentado na figura 3-18., o valor de M diminuiria com o aumento de T_q .

Para as condições de *powdering* utilizadas no estudo do T_q , o pico principal se situa acima da faixa granulométrica analisada e, uma vez que a produção de finos que compõem o pico secundário é praticamente independente dos parâmetros de *powdering*, quanto mais afastado o pico principal estiver do corte ($\sim 180 \mu m$), a proporção relativa dos finos no pó passante será maior, explicando o comportamento observado.

As curvas de distribuição como função do tempo de moagem sofreram poucas alterações, tendo-se uma lenta e gradual diminuição no valor de M com o tempo de moagem (para 24 e 48 horas de corrida obteve-se valores de M de 90 e 55 μm respectivamente). Em torno do melhor tempo de moagem, definido no item anterior, variações de até 50% no valor de t não alteram as curvas de distribuição granulométrica de maneira significativa.

A produção de finos, entre 1 e 10 μm de dimensão, parece ser característico do *powdering* de quartzo, aparecendo em todos os testes independentemente das condições de moagem utilizadas. Essa mesma faixa de dimensão de grãos finos parece ser também um limite mínimo do *powdering* do quartzo para o moinho e tamanho de bolas utilizadas, não se conseguindo reduzir a dimensão dos grãos abaixo de $\sim 1 \mu m$ como se

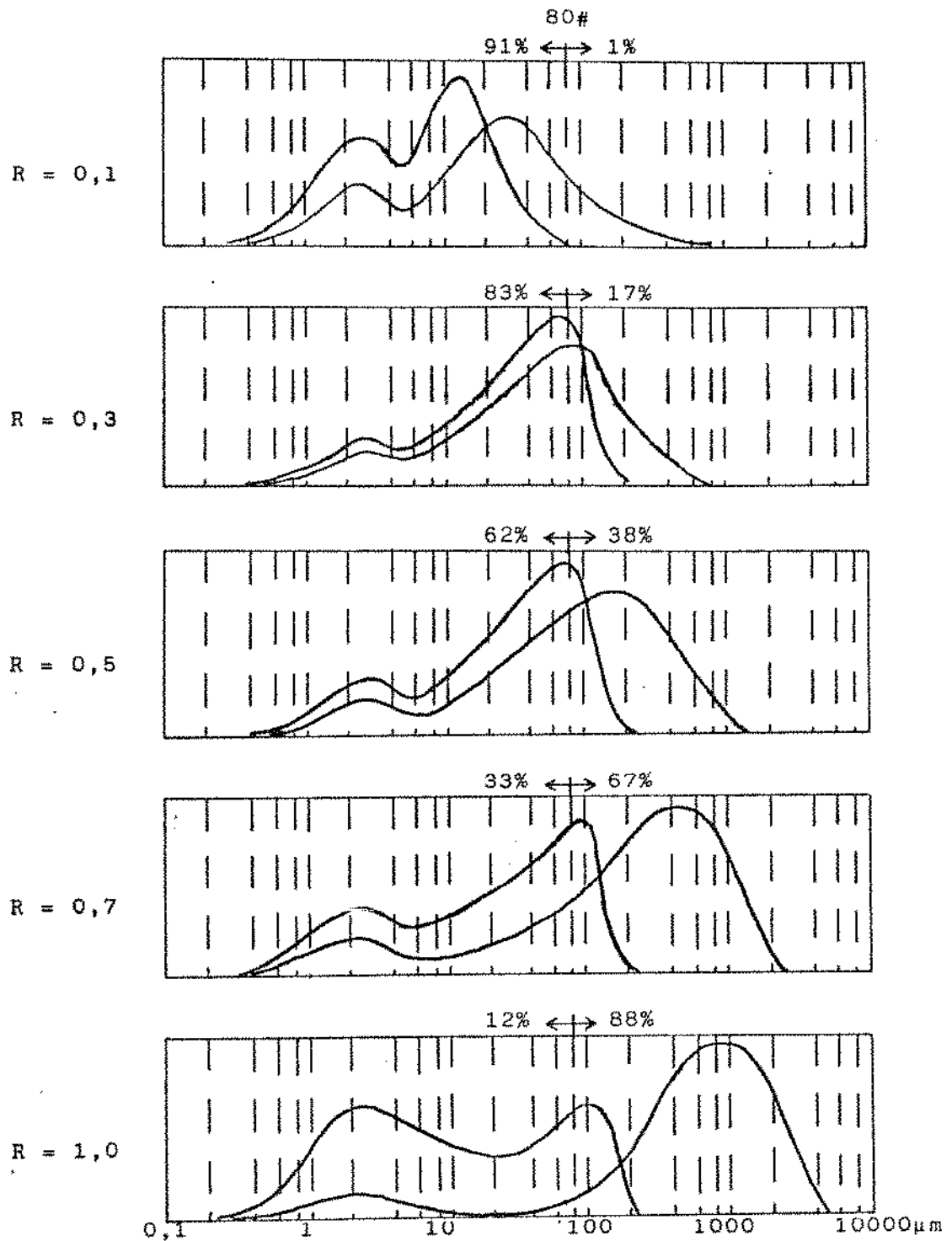


Figura 3-18. Esboço do Histograma da Distribuição para toda faixa granulométrica, estimados à partir das frações retidas nas malhas de 16 e 80 mesh.

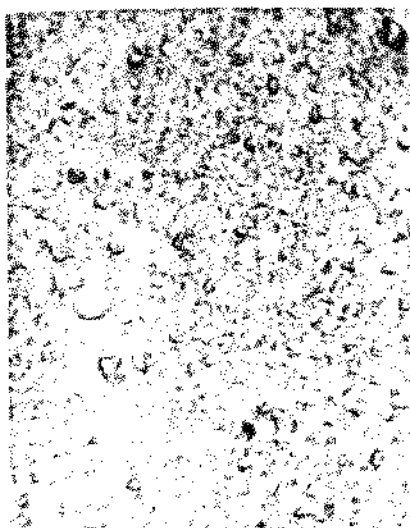
observa para as corridas de $R = 0,1$ e $0,2$ (com carga de bolas correspondente a 90 e 80% da carga total, respectivamente), ou mesmo para um tempo de moagem de 48 horas, em cujas condições mais de 80% do pó produzido têm dimensões inferiores a $\sim 180 \mu\text{m}$, causando uma concentração dos grãos nessa faixa de dimensão e alterando assim o perfil da distribuição granulométrica.

3.4.5- OBSERVAÇÕES MICROGRÁFICAS NOS PÓS:

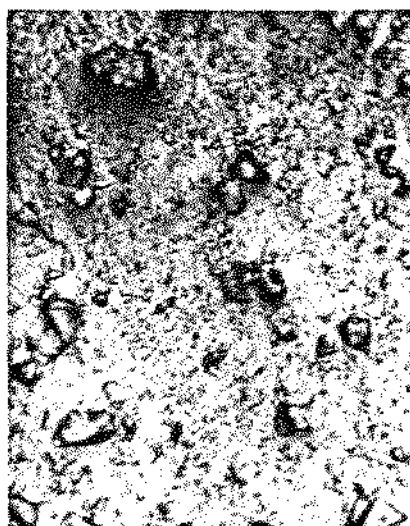
Nas figuras de 3-19a. a 3-19c. têm-se as micrografias dos pós de quartzo W_{P80} obtidas neste estudo do *powdering*, de onde se observa:

- 1- As figuras 3-19a., 3-19b. e 3-19c. são referentes às micrografias do estudo dos fatores K e R, onde a região que apresenta maiores quantidades de grãos na faixa de 50 a $180 \mu\text{m}$ está entre $R = 0,4$ e $R = 0,6$;
- 2- Na figura 3-20. têm-se as micrografias dos pós referentes ao estudo da influência da temperatura do *quenching* na moagem, onde se observa um aumento do tamanho de grãos com o aumento da temperatura do *quenching*. Em temperatura de T_q acima de 600°C os grãos aciculares começaram a aparecer.
- 3- Na figura 3-21. as micrografias são referentes à influência do tempo de moagem no *powdering*, onde a menos dos grãos finos, observa-se uma diminuição do tamanho de grãos com o aumento do tempo de moagem.

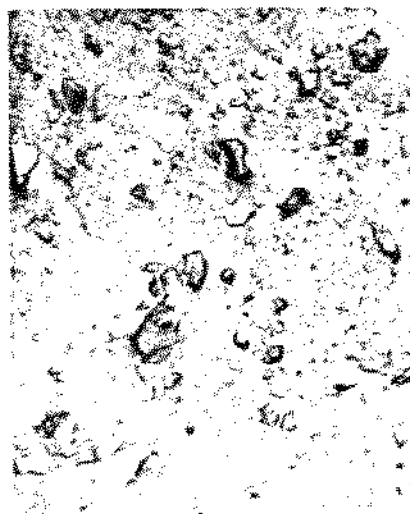
$R=0,2$



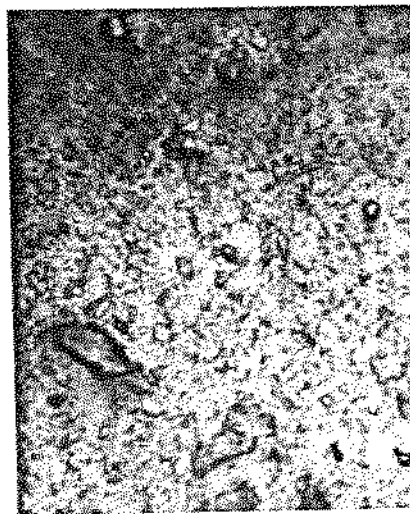
$R=0,4$



$R=0,6$



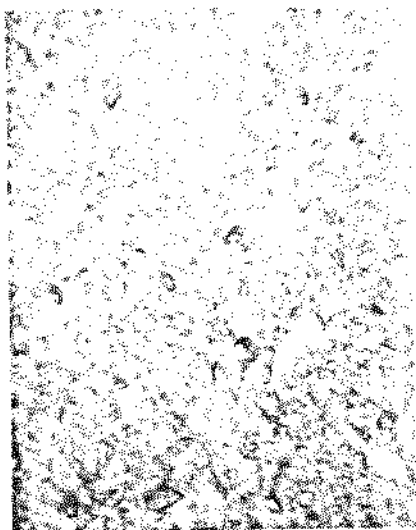
$R=0,8$



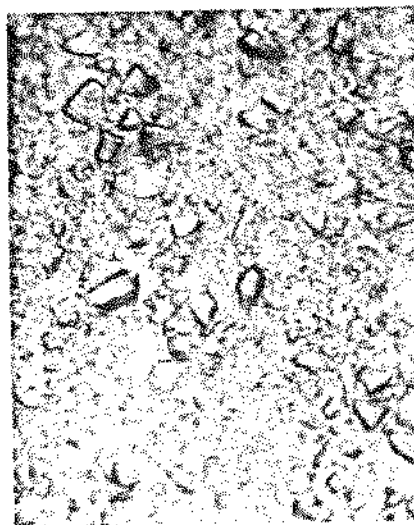
Escala:  $500\mu\text{m}$

Figura 3-19a. Micrografia óptica dos pós passantes em malha de 80 mesh, obtidos para $K=0,35$.

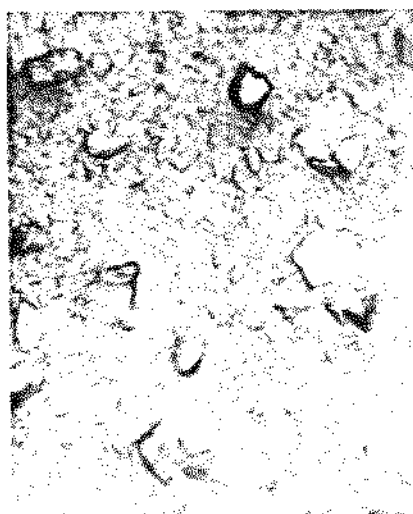
$R=0,2$



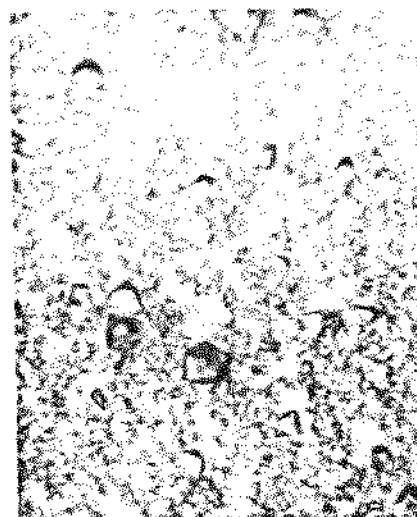
$R=0,4$



$R=0,6$



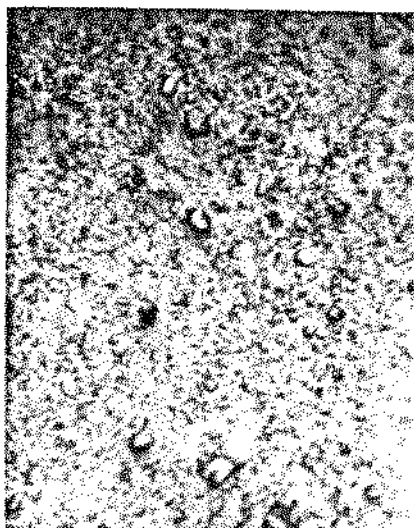
$R=0,8$



Escala:  500 μ m

Figura 3-19b. Micrografia óptica dos pós passantes em malha de 80 mesh, obtidos para $K=0,40$.

$R=0,2$



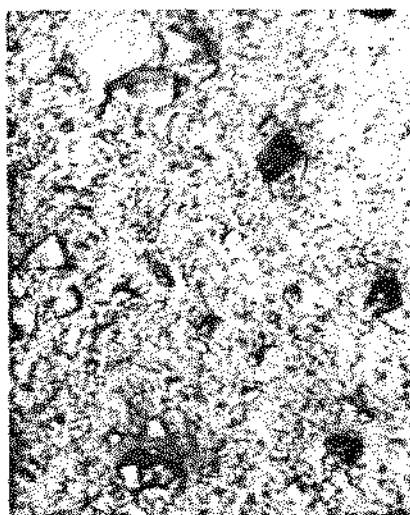
$R=0,4$



$R=0,6$

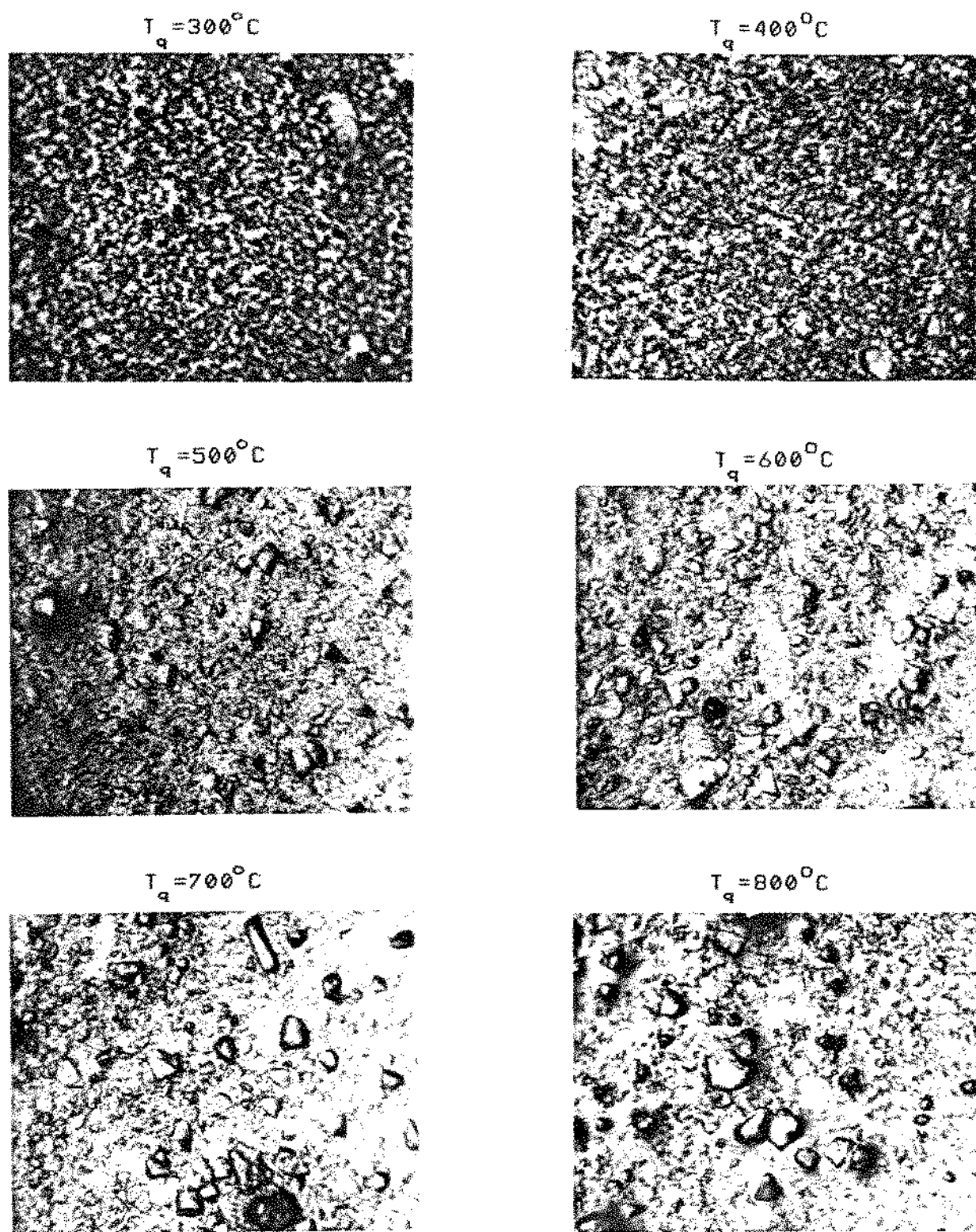


$R=0,8$



Escala: $500\mu\text{m}$

Figura 3-19c. Micrografia óptica dos pós passantes em malha de 80 mesh, obtidos para $K=0,45$.



Escala:  500 μm

Figura 3-20. Micrografia óptica dos pós passantes em malha de 80 mesh, obtidos com diferentes temperaturas de quench.

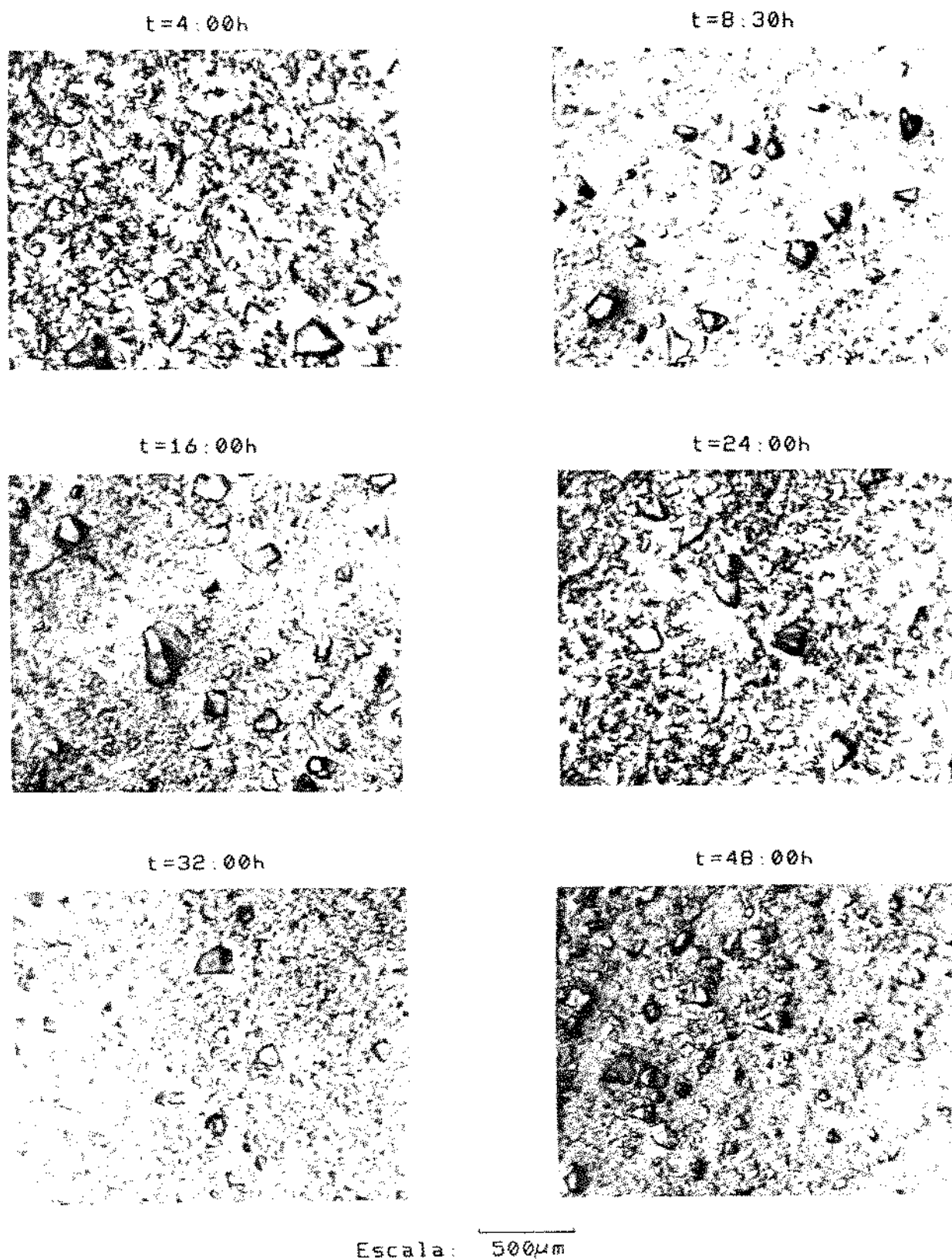
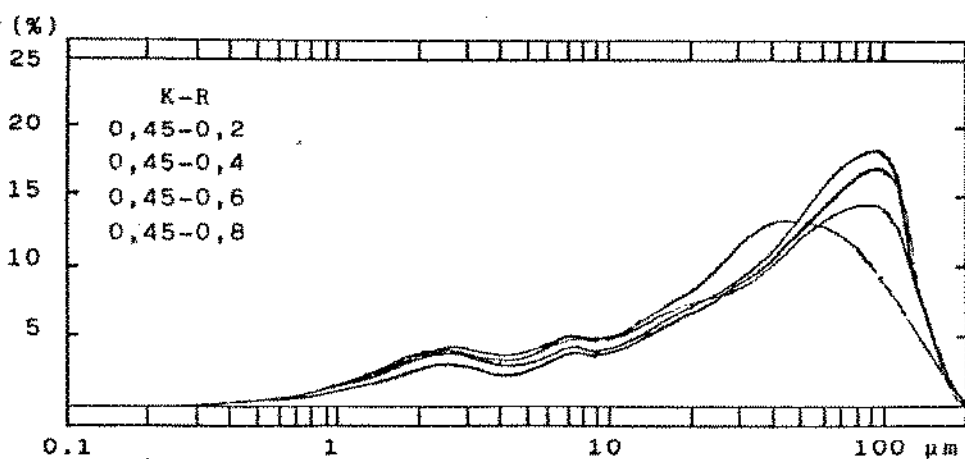
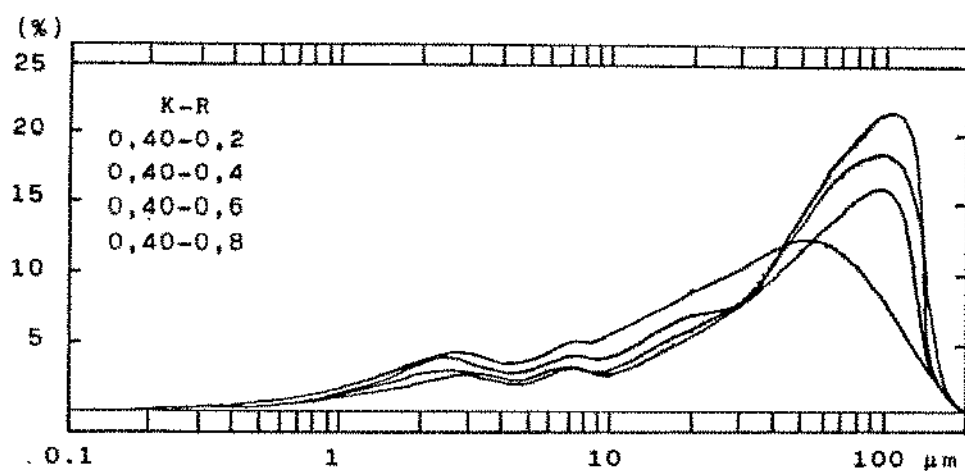
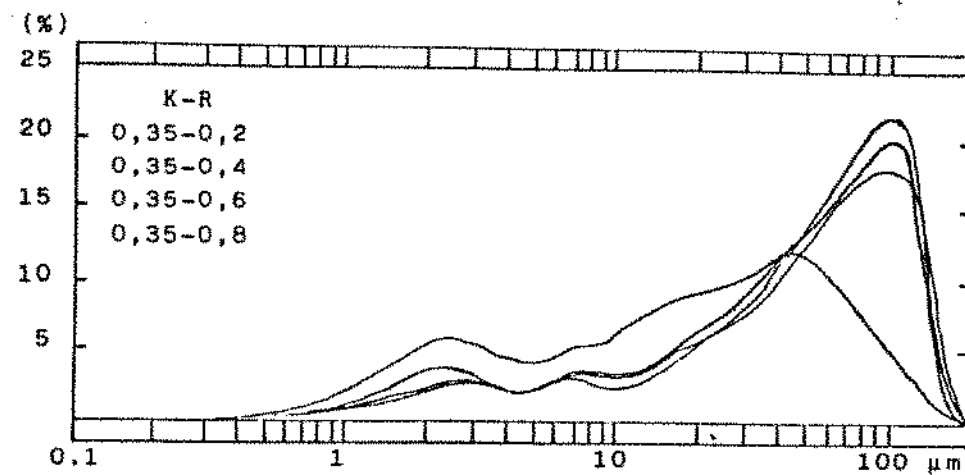


Figura 3-21. Micrografia óptica dos pós passantes em malha de 80 mesh, obtidos com diferentes tempos de moagem.

SÉRIE KR

(obtidos no SK LASER MICROM SIZER 7000S)

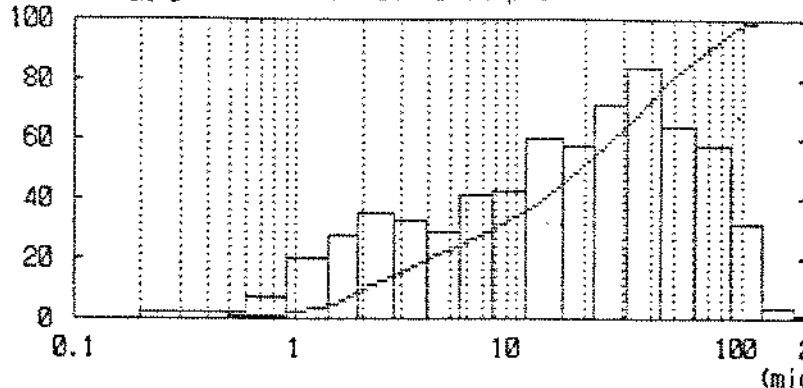


***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:160

試料名 : K=0,35/R=0,2 -比表面積-
分散媒 : Water 10049.8cm²/cm³
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/09/28 -平均粒径-
測定者 : Y.KUWAHARA 19.65 mic.
フルイ : シタ
フルイカット : 0 (Dp 25%) 6.18 mic.
任意粒径 : NO (Dp 75%) 42.32 mic.
備考 : Delson's Sample

(%)



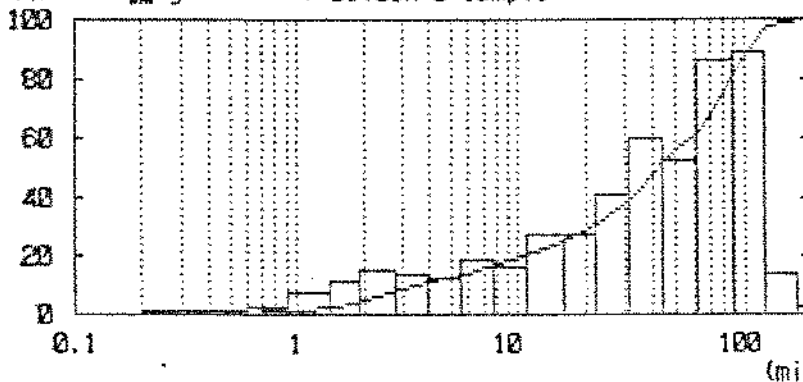
粒径	V%
1	0.1
2	0.2
3	0.4
4	0.6
5	0.8
6	1.0
7	1.5
8	2.0
9	3.0
10	4.0
11	6.0
12	8.0
13	12.0
14	16.0
15	24.0
16	32.0
17	48.0
18	64.0
19	96.0
20	128.0
21	192.0

***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:161

試料名 : K=0,35/R=0,4 -比表面積-
分散媒 : Water 6081.1cm²/cm³
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/09/28 -平均粒径-
測定者 : Y.KUWAHARA 42.59 mic.
フルイ : シタ
フルイカット : 0 (Dp 25%) 15.47 mic.
任意粒径 : NO (Dp 75%) 82.14 mic.
備考 : Delson's Sample

(%)

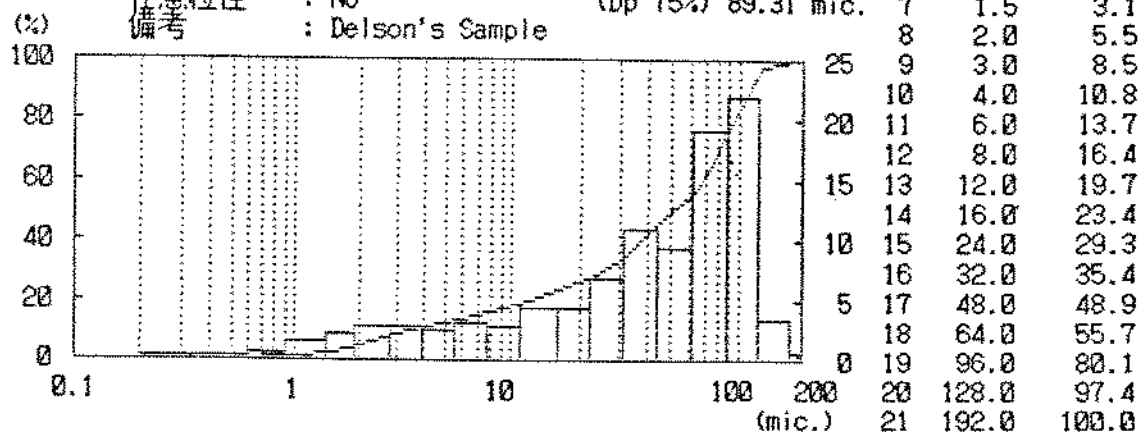


粒径	V%
1	0.1
2	0.2
3	0.4
4	0.6
5	0.8
6	1.0
7	1.5
8	2.0
9	3.0
10	4.0
11	6.0
12	8.0
13	12.0
14	16.0
15	24.0
16	32.0
17	48.0
18	64.0
19	96.0
20	128.0
21	192.0

***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:162

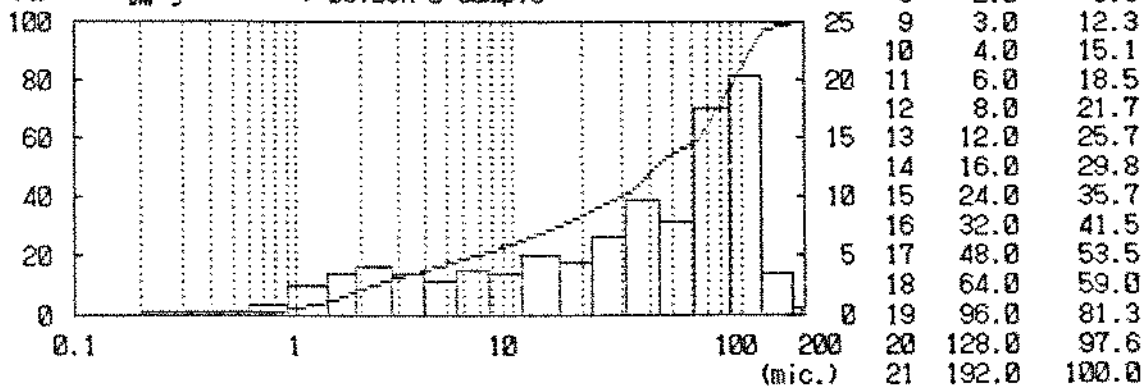
試料名 : K=0,35/R=0,6 -比表面積-
分散媒 : Water 5975.2cm²/cm³
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/09/28 -平均粒径-
測定者 : Y.KUMAHARA 50.59 mic.
フルイ : シタ
フルイカット : 0 (Dp 25%) 18.17 mic.
任意粒径 : NO (Dp 75%) 89.31 mic.
備考 : Delson's Sample



***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:163

試料名 : K=0,35/R=0,8 -比表面積-
分散媒 : Water 7951.7cm²/cm³
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/09/28 -平均粒径-
測定者 : Y.KUMAHARA 43.33 mic.
フルイ : シタ
フルイカット : 0 (Dp 25%) 11.30 mic.
任意粒径 : NO (Dp 75%) 86.96 mic.
備考 : Delson's Sample





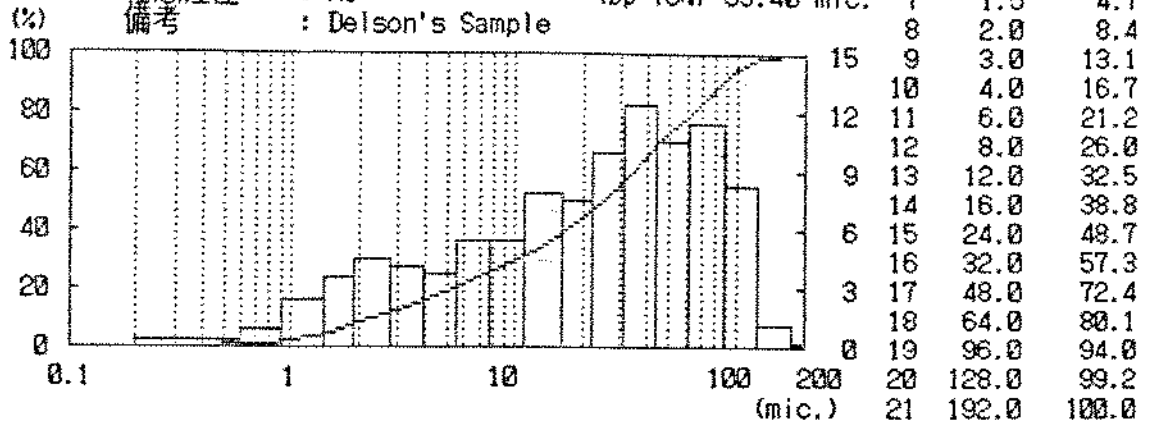
UNICAMP

***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:164

試料名 : K=0.40/R=0.2 -比表面積-
 分散媒 : Water 8907.5cm²/cm³
 分散条件 : U.S.Disper. 2min
 測定日 : 1989/09/28 -平均粒径-
 測定者 : Y.KUMAHARA 25.21 mic.
 フルイ : シタ
 フルイカット : 0 (Dp 25%) 7.58 mic.
 任意粒径 : NO (Dp 75%) 53.40 mic.
 備考 : Delson's Sample

粒径 V%

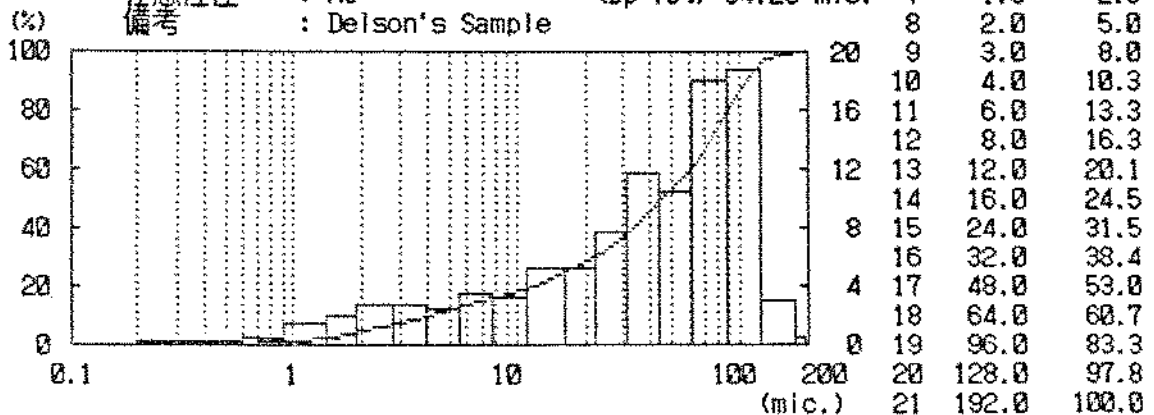


***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:165

試料名 : K=0.40/R=0.4 -比表面積-
 分散媒 : Water 5834.6cm²/cm³
 分散条件 : U.S.Disper. 2min
 測定日 : 1989/09/28 -平均粒径-
 測定者 : Y.KUMAHARA 44.71 mic.
 フルイ : シタ
 フルイカット : 0 (Dp 25%) 16.57 mic.
 任意粒径 : NO (Dp 75%) 84.25 mic.
 備考 : Delson's Sample

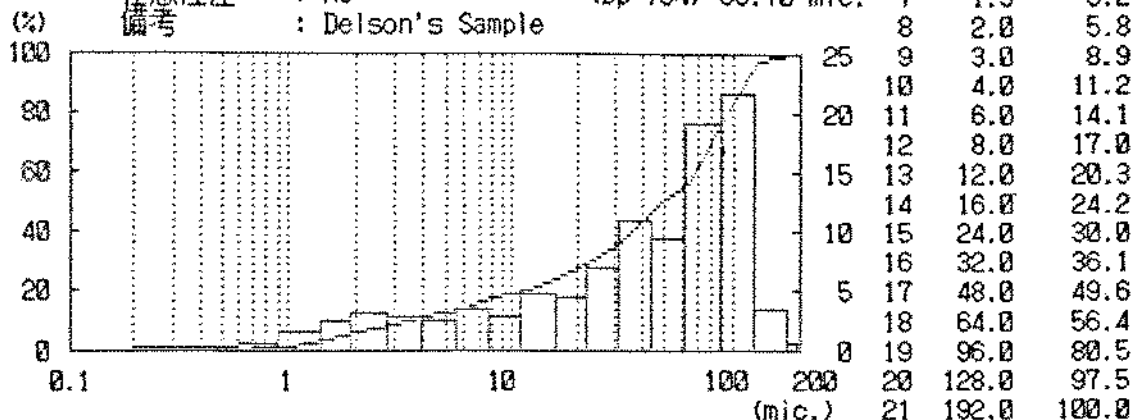
粒径 V%



===== SK LASER MICRON SIZER 7000S =====

REC.NO:166

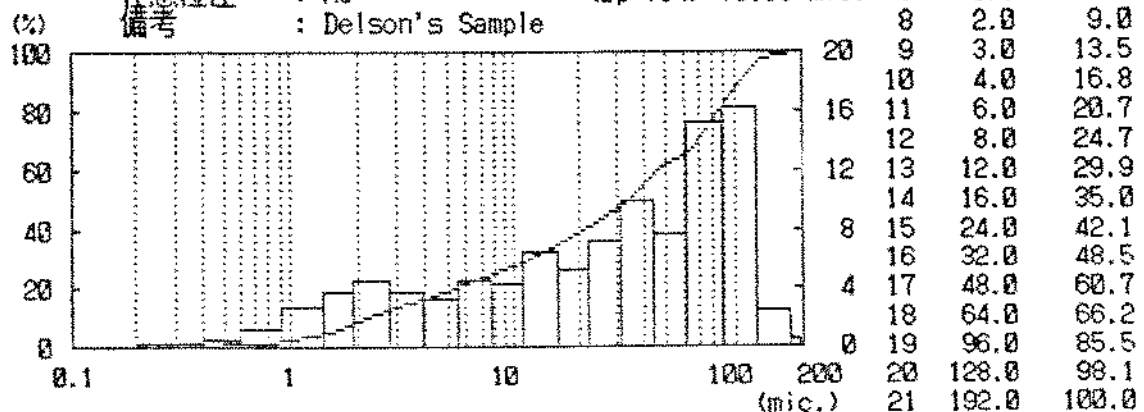
試料名 : K=0,40/R=0,6 -比表面積-
分散媒 : Water 6152.9cm²/cm³
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/09/28 -平均粒径-
測定者 : Y.KUWAHARA 48.94 mic.
フルイ : シタ
フルイカット : 0 (Dp 25%) 17.10 mic.
任意粒径 : NO (Dp 75%) 88.70 mic.
備考 : Delson's Sample



===== SK LASER MICRON SIZER 7000S =====

REC.NO:167

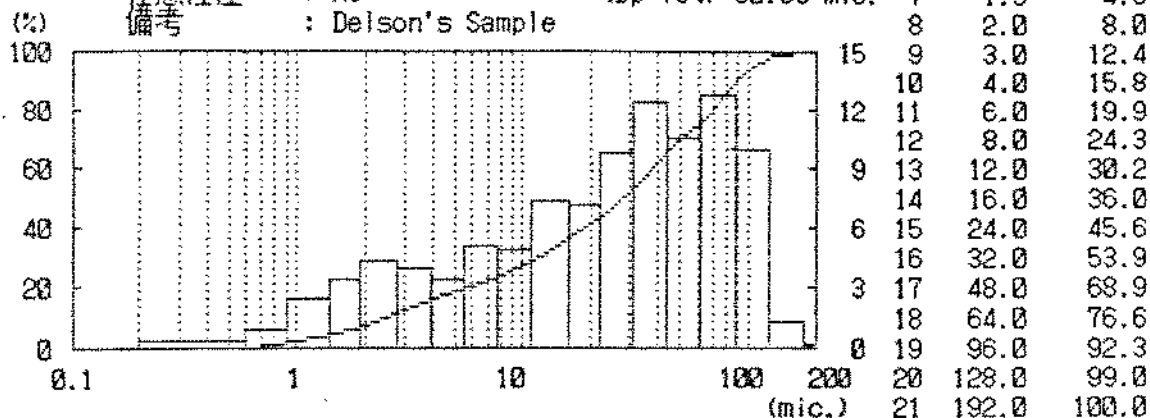
試料名 : K=0,40/R=0,8 -比表面積-
分散媒 : Water 8759.7cm²/cm³
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/09/28 -平均粒径-
測定者 : Y.KUWAHARA 33.97 mic.
フルイ : シタ
フルイカット : 0 (Dp 25%) 8.23 mic.
任意粒径 : NO (Dp 75%) 78.59 mic.
備考 : Delson's Sample



***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:168

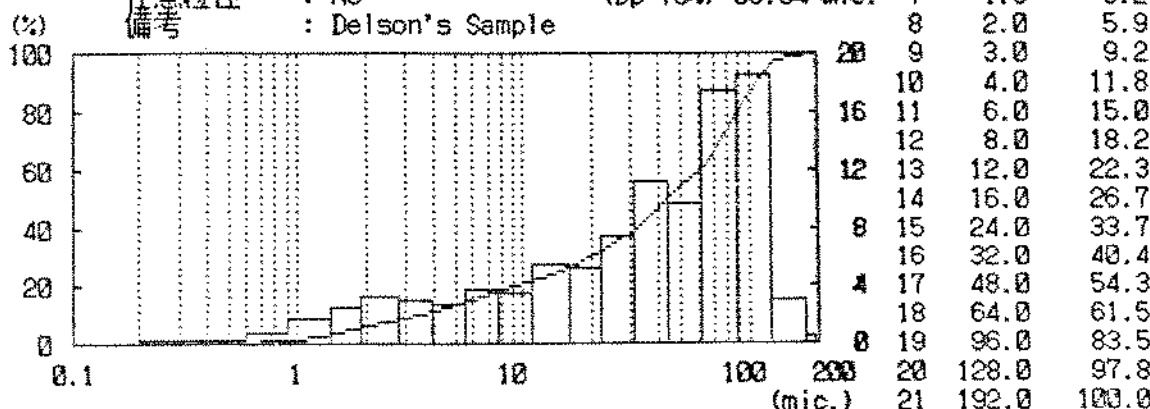
試料名 : K=0,45/R=0,2 -比表面積-
分散媒 : Water 8430.3cm²/cm³
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/09/29 -平均粒径-
測定者 : Y.KUWAHARA 28.24 mic.
フルイ : シタ
フルイカット : 0 (Dp 25%) 8.47 mic.
任意粒径 : NO (Dp 75%) 60.68 mic.
備考 : Delson's Sample



***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:169

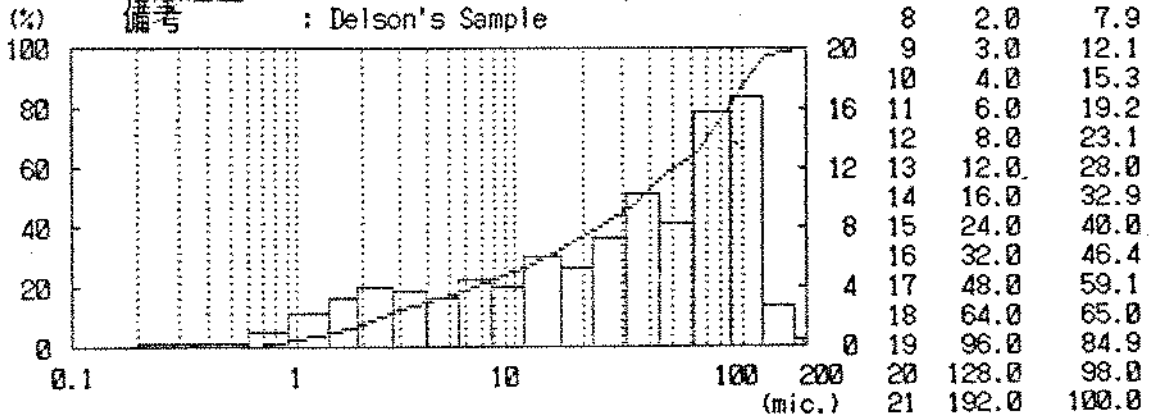
試料名 : K=0,45/R=0,4 -比表面積-
分散媒 : Water 6445.6cm²/cm³
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/09/29 -平均粒径-
測定者 : Y.KUWAHARA 43.05 mic.
フルイ : シタ
フルイカット : 0 (Dp 25%) 14.45 mic.
任意粒径 : NO (Dp 75%) 83.64 mic.
備考 : Delson's Sample



----- SK LASER MICRON SIZER 7000R -----

REC.NO: 170

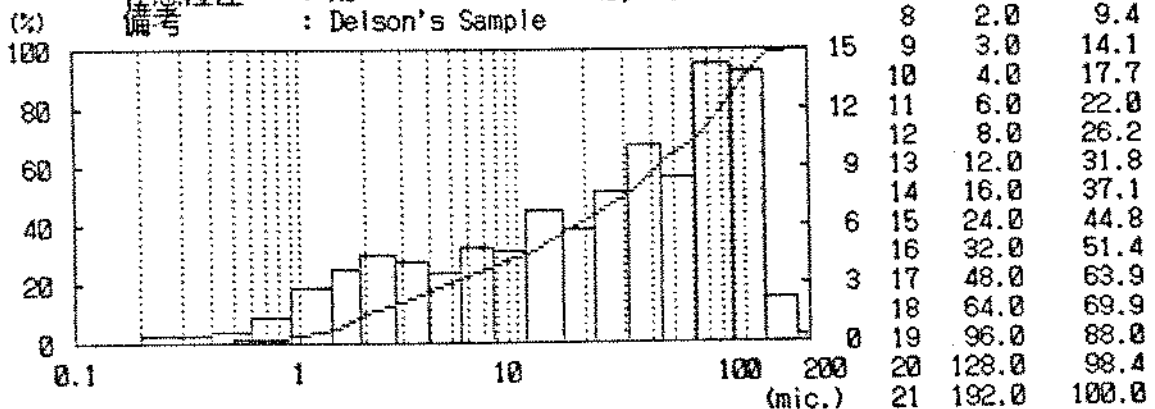
試料名 : K=0,45/R=0,6 -比表面積-
分散媒 : Water 8034.6cm²/cm³
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/09/29 -平均粒径-
測定者 : Y.KUWAHARA 36.54 mic.
フルイ : シタ
フルイカット : 0 (Dp 25%) 9.55 mic.
任意粒径 : NO (Dp 75%) 80.08 mic.
備考 : Delson's Sample



===== SK LASER MICRON SIZER 7000S =====

REC.NO: 185

試料名 : K=0,45/R=0,8 -比表面積-
分散媒 : Water 9420.4cm²/cm³
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/10/23 -平均粒径-
測定者 : Y.KUWAHARA 30.30 mic.
フルイ : シタ
フルイカット : 0 (Dp 25%) 7.43 mic.
任意粒径 : NO (Dp 75%) 73.02 mic.
備考 : Delson's Sample



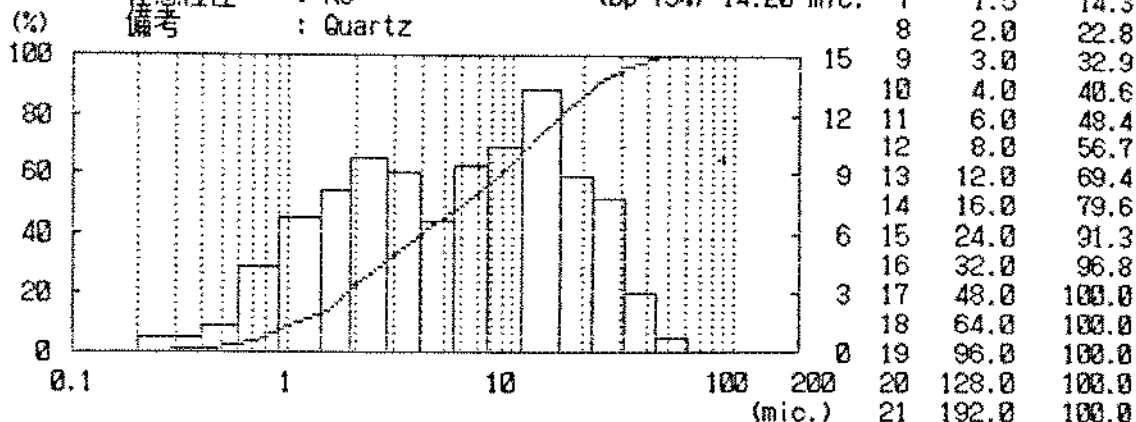
===== SK LASER MICRON SIZER 7000S =====

REC.NO:121

試料名 : K:0.3, R:0.1
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 30s
測定日 : 89/04/03
測定者 : Torikai
フルイ : シタ
フルイカット : 0
任意粒径 : NO
備考 : Quartz

-比表面積-
20553.5cm²/cm³
-平均粒径-
6.39 mic.
(Dp 25%) 2.22 mic.
(Dp 75%) 14.20 mic.

粒径 V%



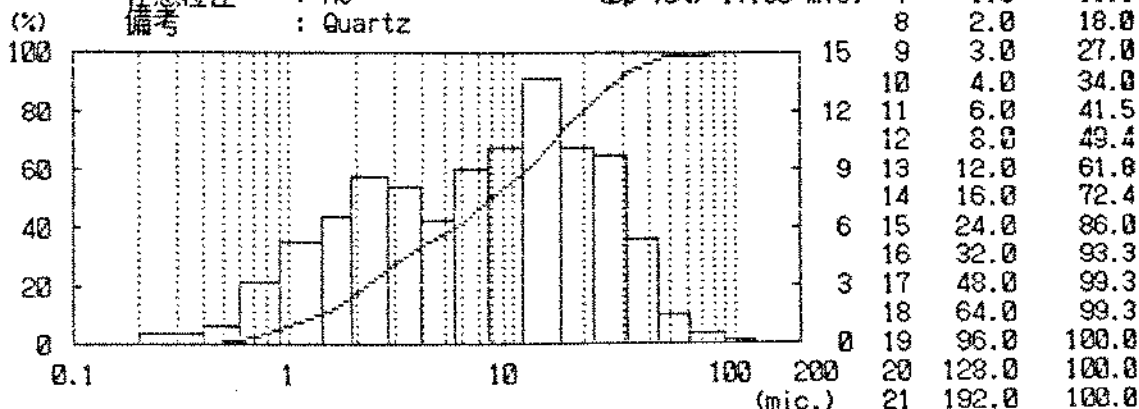
===== SK LASER MICRON SIZER 7000S =====

REC.NO:116

試料名 : K:0.4, R:0.1
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 30s
測定日 : 89/04/03
測定者 : Torikai
フルイ : シタ
フルイカット : 0
任意粒径 : NO
備考 : Quartz

-比表面積-
17322.7cm²/cm³
-平均粒径-
8.19 mic.
(Dp 25%) 2.78 mic.
(Dp 75%) 17.53 mic.

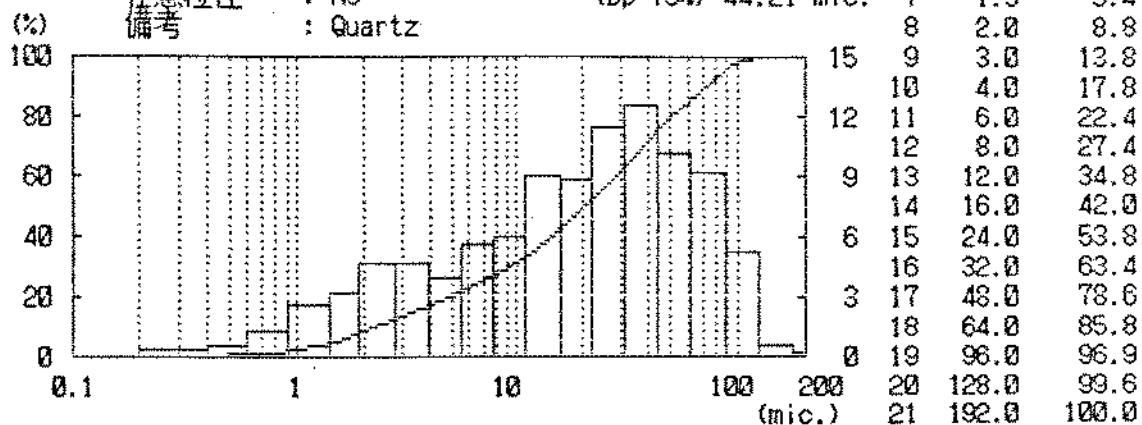
粒径 V%



===== SK LASER MICHON SIZER 7000S =====
 REC.NO:120

試料名 : K:0.3, R:0.3
 分散媒 : Water
 分散条件 : U.S.Disper. 30s
 測定日 : 89/04/03
 測定者 : Torikai
 フルイ : シタ
 フルイカット : 0
 任意粒径 : NO
 備考 : Quartz

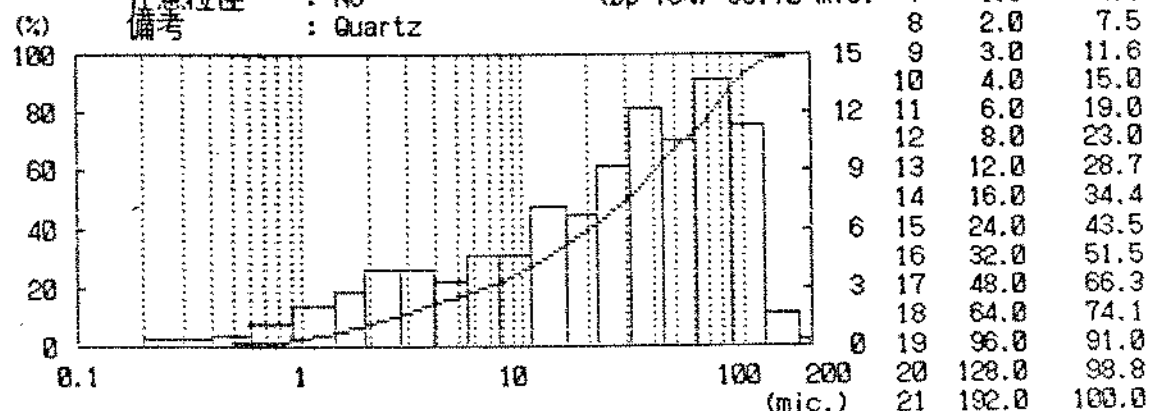
-比表面積- 9887.7cm²/cm³
 -平均粒径- 21.42 mic.
 (Dp 25%) 7.04 mic.
 (Dp 75%) 44.21 mic.



===== SK LASER MICRON SIZER 7000S =====
 REC.NO:115

試料名 : K:0.4, R:0.3
 分散媒 : Water
 分散条件 : U.S.Disper. 30s
 測定日 : 89/04/03
 測定者 : Torikai
 フルイ : シタ
 フルイカット : 0
 任意粒径 : NO
 備考 : Quartz

-比表面積- 8501.3cm²/cm³
 -平均粒径- 30.50 mic.
 (Dp 25%) 9.40 mic.
 (Dp 75%) 65.70 mic.



***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:119

試料名 : K:0.3, R:0.5
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 30s
測定日 : 89/04/03
測定者 : Torikai
フルイ : シタ
フルイカット : 0
任意粒径 : NO
備考 : Quartz

-比表面積-

8501.2cm²/cm³

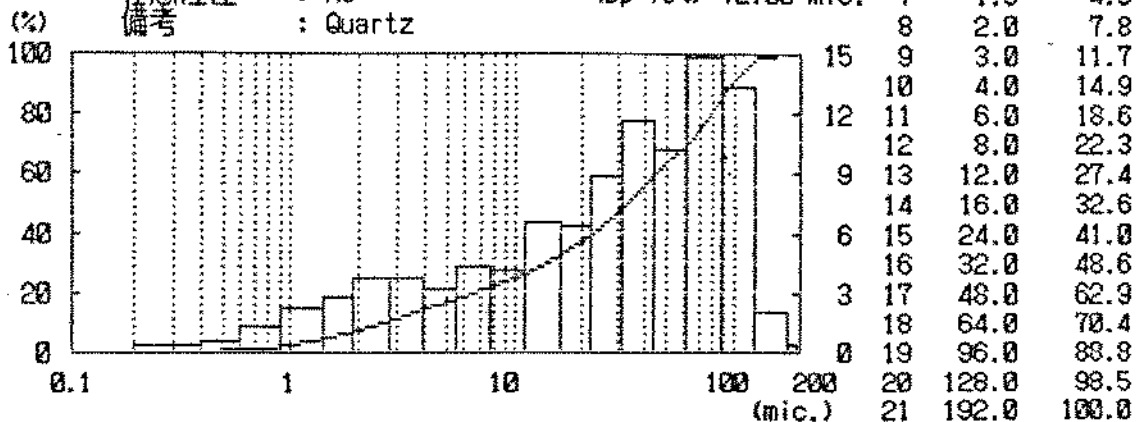
-平均粒径-

33.57 mic.

(Dp 25%) 10.12 mic.

(Dp 75%) 72.00 mic.

粒径 V%



***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:114

試料名 : K:0.4, R:0.5
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 30s
測定日 : 89/04/03
測定者 : Torikai
フルイ : シタ
フルイカット : 0
任意粒径 : NO
備考 : Quartz

-比表面積-

9413.9cm²/cm³

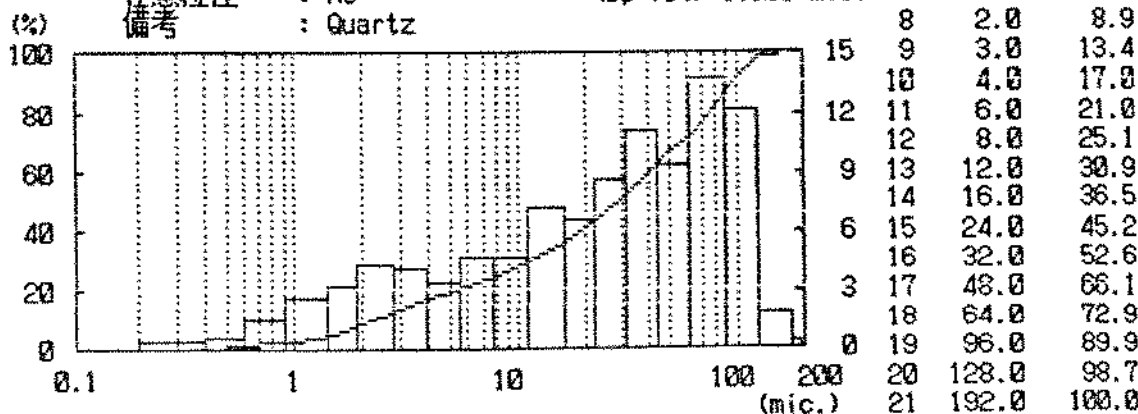
-平均粒径-

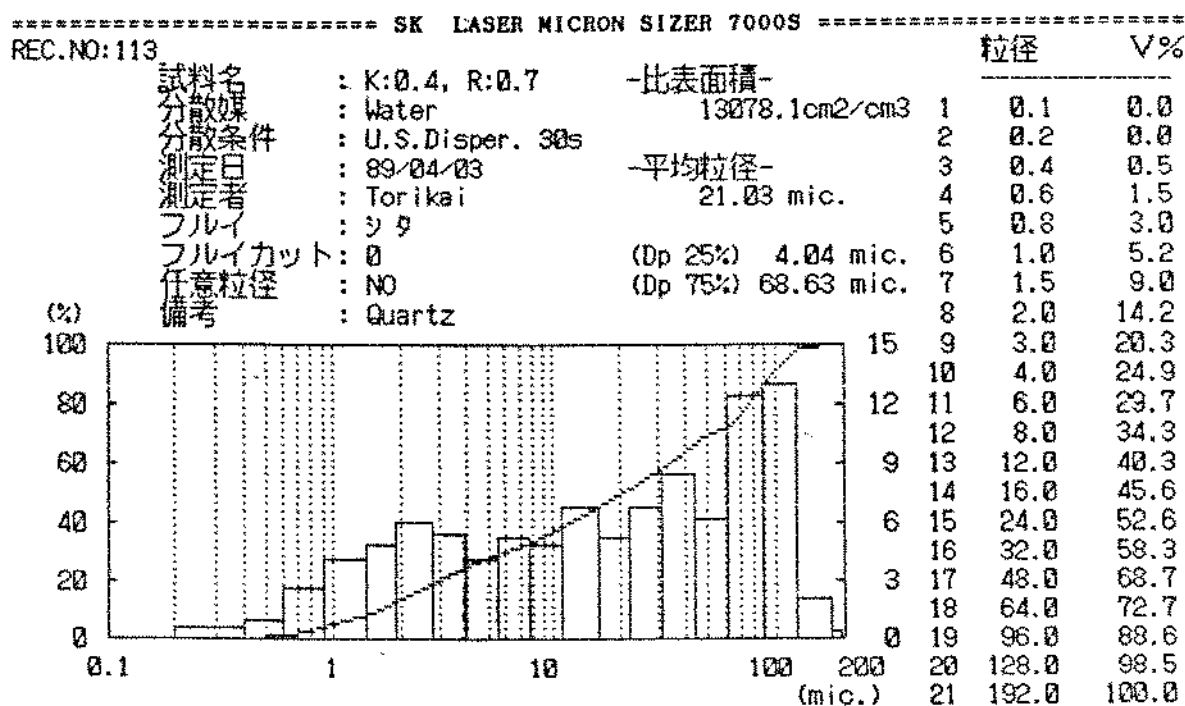
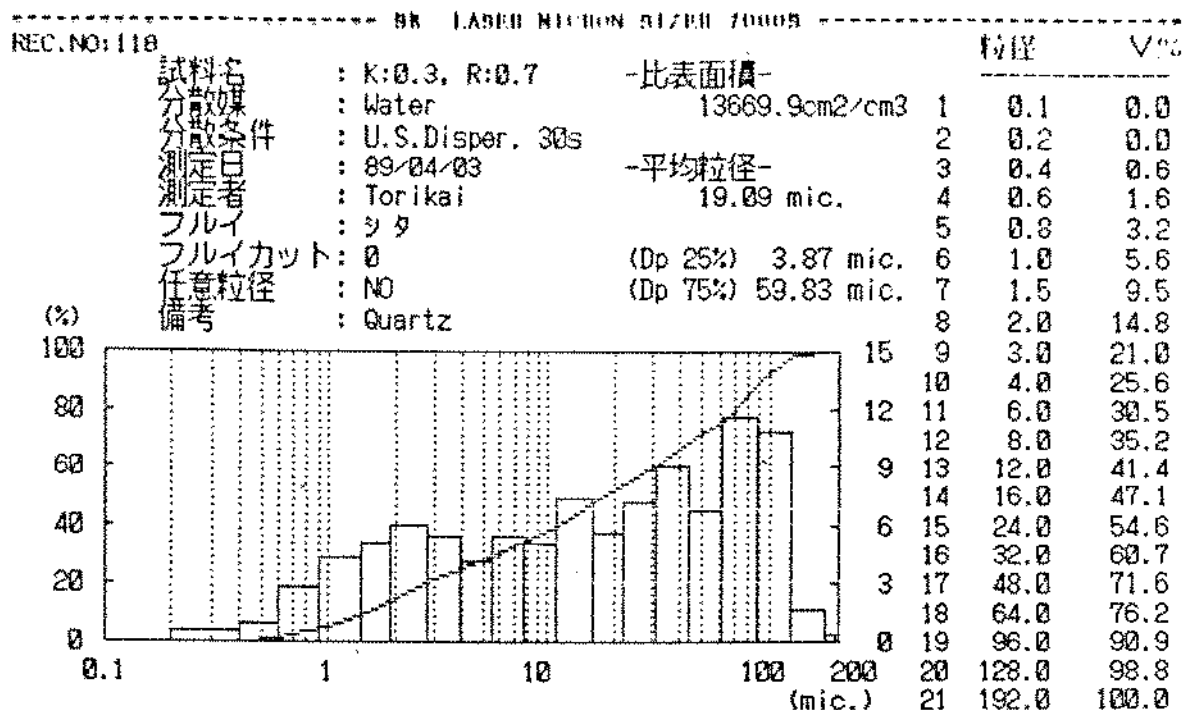
29.19 mic.

(Dp 25%) 7.95 mic.

(Dp 75%) 67.95 mic.

粒径 V%







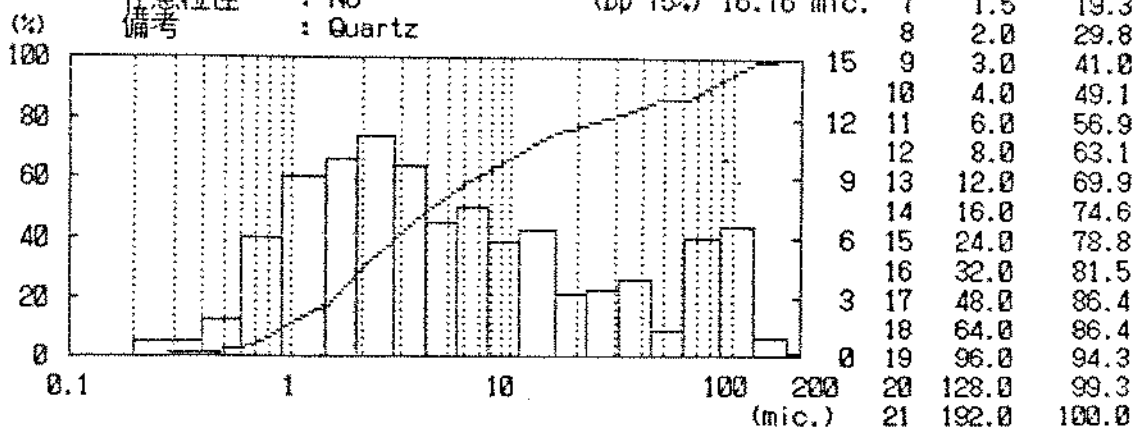
***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:117

試料名 : K:0.3, R:1.0
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 30s
測定日 : 89/04/03
測定者 : Torikai
フルイ : シタ
フルイカット : 0
任意粒径 : NO
備考 : Quartz

-比表面積-
24219.1cm²/cm³
-平均粒径-
4.23 mic.
(Dp 25%) 1.77 mic.
(Dp 75%) 16.76 mic.

粒径 V%



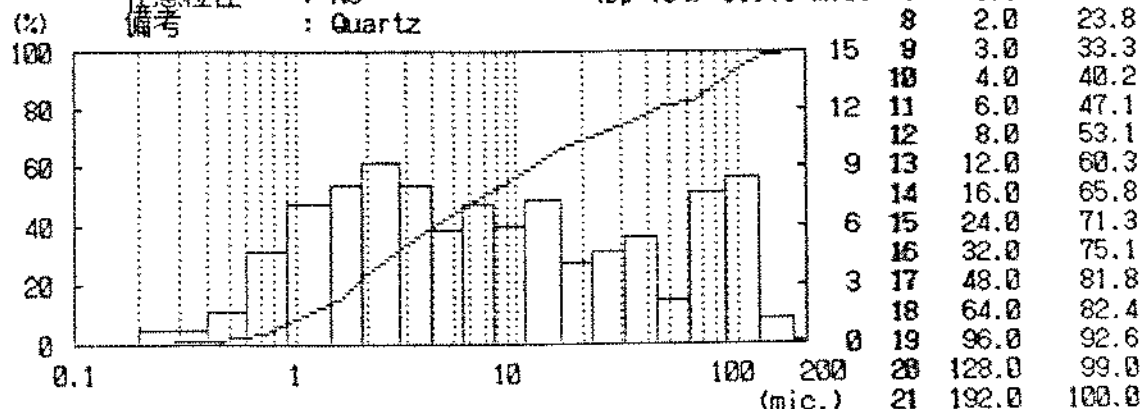
***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:112

試料名 : K:0.4, R:1.0
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 30s
測定日 : 89/04/03
測定者 : Torikai
フルイ : シタ
フルイカット : 0
任意粒径 : NO
備考 : Quartz

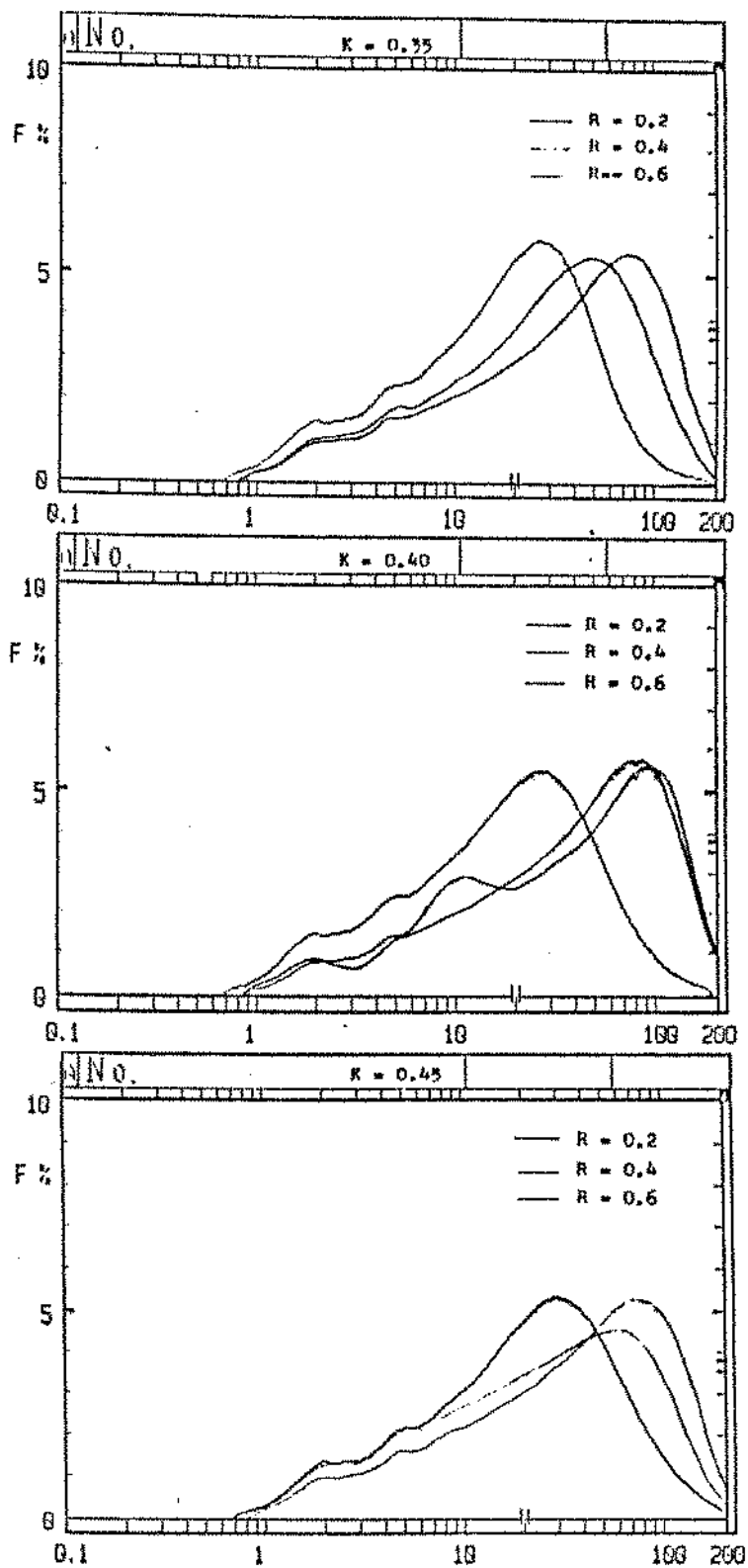
-比表面積-
20212.4cm²/cm³
-平均粒径-
6.97 mic.
(Dp 25%) 2.13 mic.
(Dp 75%) 31.79 mic.

粒径 V%



SÉRIE KR

(obtidos no HORIBA LA-500)





12-000000

PARTICLE SIZE ANALYZER *09/08/30

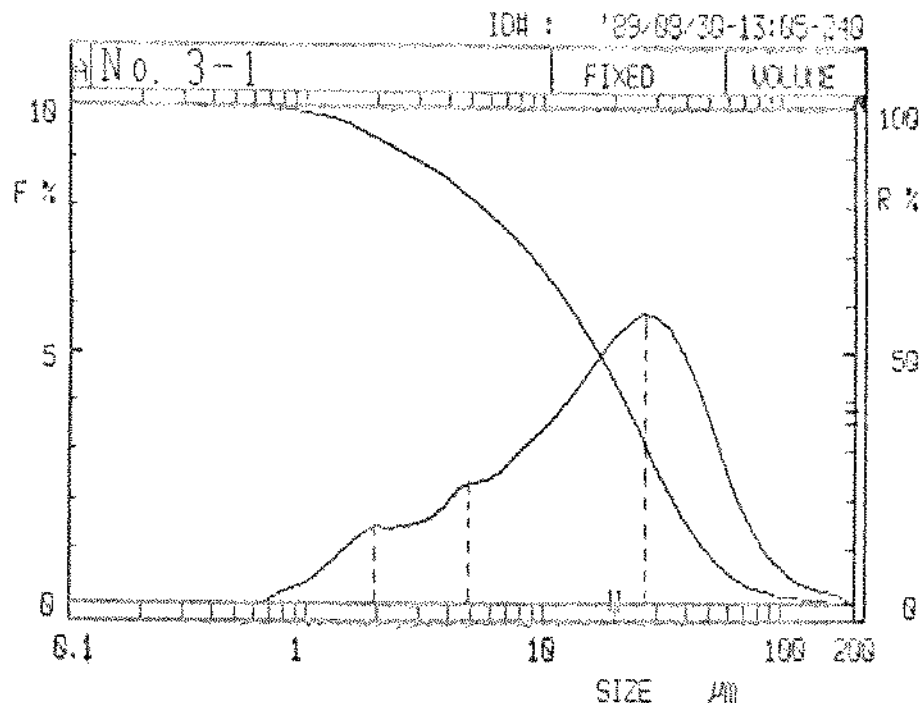
SAMPLE : K=0,35 - R=0,2

ID# : *09/08/30-13:05-240

MODE : 1

T % : 72.5%

DISTRIBUTION GRAPH



MEDIAN = 17.20 μm

SP. AREA = 7927 cm²/cm³

% on DIA : 20.0 μm = 44.1 %

DIA on % : 36.8% = 23.82 μm

DISTRIBUTION TABLE			
SEG. #	SIZE INTVL (microns)	%	OVER SIZE %
(01)	200.0	0.0	0.0
(02)	174.6	0.1	0.0
(03)	152.4	0.2	0.1
(04)	133.1	0.3	0.3
(05)	116.2	0.4	0.6
(06)	101.4	0.5	1.0
(07)	88.58	0.9	1.6
(08)	77.34	1.4	2.6
(09)	67.52	2.0	3.9
(10)	58.95	2.7	5.9
(11)	51.47	3.5	8.6
(12)	44.94	4.3	12.1
(13)	39.23	5.0	16.5
(14)	34.25	5.5	21.5
(15)	29.91	5.8	27.0
(16)	26.11	5.8	32.9
(17)	22.80	5.6	38.7
(18)	19.90	5.3	44.3
(19)	17.38	4.9	49.6
(20)	15.17	4.5	54.6
(21)	13.25	4.1	59.1
(22)	11.56	3.7	63.2
(23)	10.10	3.4	66.9
(24)	8.82	3.2	70.3
(25)	7.70	2.9	73.5
(26)	6.72	2.6	76.4
(27)	5.87	2.4	78.9
(28)	5.12	2.4	81.3

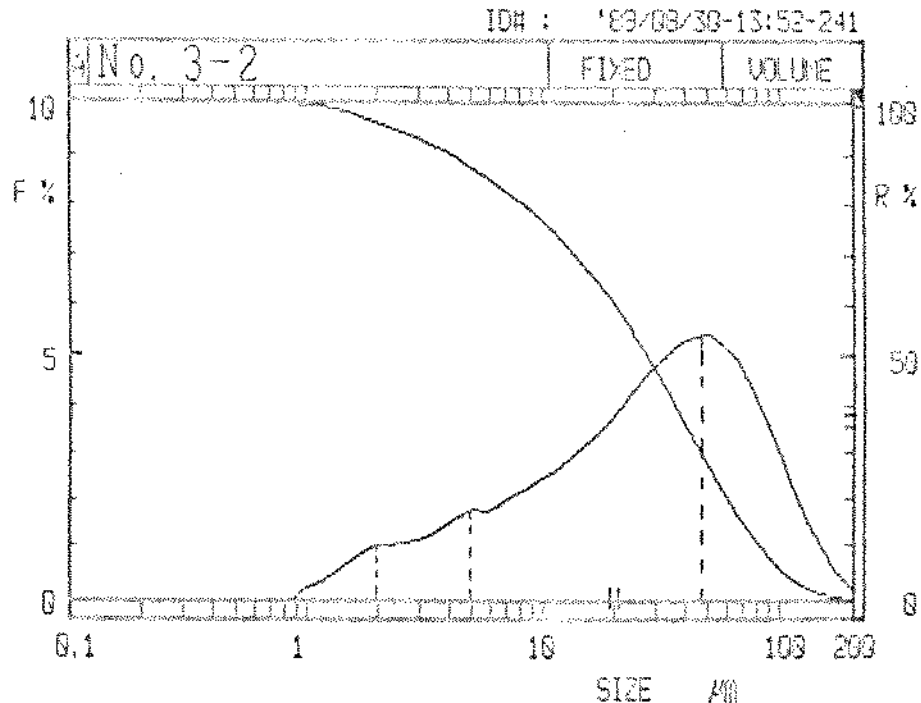
SEG. #	SIZE INTVL (microns)	%	OVER SIZE %
(29)	4.47	2.2	83.7
(30)	3.90	1.9	86.0
(31)	3.41	1.7	87.9
(32)	2.98	1.5	89.6
(33)	2.60	1.5	91.1
(34)	2.27	1.5	92.6
(35)	1.98	1.5	94.1
(36)	1.73	1.4	95.6
(37)	1.51	1.1	96.9
(38)	1.32	0.8	98.0
(39)	1.15	0.5	98.8
(40)	1.00	0.3	99.3
(41)	0.88	0.2	99.6
(42)	0.77	0.1	99.9
(43)	0.67	0.0	100.0
(44)	0.58	0.0	100.0
(45)	0.51	0.0	100.0
(46)	0.45	0.0	100.0
(47)	0.39	0.0	100.0
(48)	0.34	0.0	100.0
(49)	0.30	0.0	100.0
(50)	0.26	0.0	100.0
(51)	0.23	0.0	100.0
(52)	0.20	0.0	100.0
(53)	0.17	0.0	100.0
(54)	0.15	0.0	100.0
(55)	0.13	0.0	100.0
(56)	0.11	0.0	100.0



FALLTUBE SIZE ANALYZER '89/08/30

SAMPLE : K=0.35 - R=0.4
 ID# : '89/08/30-13:52-241
 MODE : 1
 T % : 75.2%

DISTRIBUTION GRAPH



MEDIAN : 28.04 μm
 SP. AREA : 5528 cm²/cm³

% on DIA : 28.04 μm = 69.8 %
 DIA on % : 35.8% = 39.87 μm

SEG #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(01)	200.0	0.2	0.0
(02)	174.6	0.5	0.2
(03)	152.4	0.9	0.7
(04)	133.1	1.5	1.7
(05)	116.2	2.2	3.2
(06)	101.4	3.0	5.4
(07)	88.58	3.7	8.4
(08)	77.34	4.4	12.1
(09)	67.52	4.9	16.4
(10)	58.95	5.3	21.4
(11)	51.47	5.4	26.6
(12)	44.94	5.4	32.0
(13)	39.23	5.3	37.4
(14)	34.25	5.0	42.7
(15)	29.91	4.8	47.7
(16)	26.11	4.4	52.5
(17)	22.80	4.1	56.9
(18)	19.90	3.7	61.0
(19)	17.38	3.4	64.7
(20)	15.17	3.1	68.2
(21)	13.25	2.9	71.3
(22)	11.56	2.6	74.2
(23)	10.10	2.5	76.8
(24)	8.82	2.3	79.3
(25)	7.70	2.1	81.5
(26)	6.72	1.9	83.6
(27)	5.87	1.8	85.5
(28)	5.12	1.8	87.3

SEG #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(29)	4.47	1.7	89.1
(30)	3.90	1.4	90.7
(31)	3.41	1.2	92.1
(32)	2.98	1.1	93.3
(33)	2.60	1.1	94.4
(34)	2.27	1.0	95.5
(35)	1.98	1.0	96.5
(36)	1.73	0.9	97.6
(37)	1.51	0.7	98.5
(38)	1.32	0.4	99.1
(39)	1.15	0.3	99.6
(40)	1.00	0.2	99.8
(41)	0.88	0.0	100.0
(42)	0.77	0.0	100.0
(43)	0.67	0.0	100.0
(44)	0.58	0.0	100.0
(45)	0.51	0.0	100.0
(46)	0.45	0.0	100.0
(47)	0.39	0.0	100.0
(48)	0.34	0.0	100.0
(49)	0.30	0.0	100.0
(50)	0.26	0.0	100.0
(51)	0.23	0.0	100.0
(52)	0.20	0.0	100.0
(53)	0.17	0.0	100.0
(54)	0.15	0.0	100.0
(55)	0.13	0.0	100.0
(56)	0.11	0.0	100.0

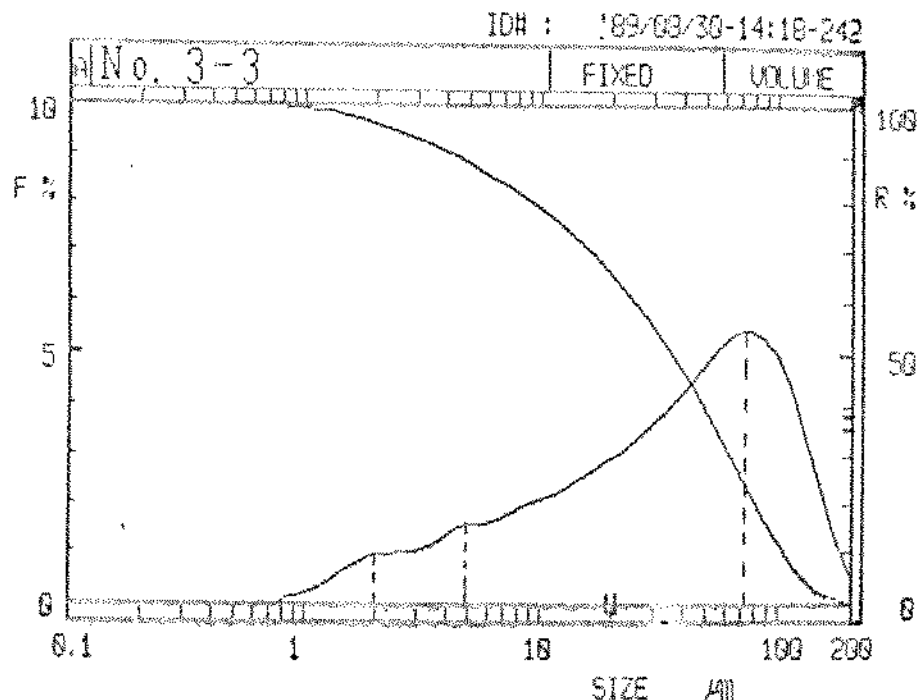


NO. 1-8-5900

PARTICLE SIZE ANALYZER '89/08/30

SAMPLE : K=0.35 - R=0.6
ID# : '89/08/30-14:18-242
MODE : 1
T % : 79.7%

DISTRIBUTION GRAPH



MEDIAN = 35.64 μm
SP. AREA = 5154 cm²/cm³

% on DIA : 26.8 μm = 65.9 %
DIA on % : 35.8 μm = 53.82 μm

DISTRIBUTION TABLE

SEG #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(01)	200.0	0.6	0.0
(02)	174.6	1.4	0.6
(03)	152.4	2.4	1.9
(04)	133.1	3.4	4.3
(05)	116.2	4.4	7.7
(06)	101.4	5.0	12.1
(07)	88.58	5.4	17.0
(08)	77.34	5.5	22.4
(09)	67.52	5.4	27.9
(10)	58.95	5.2	33.3
(11)	51.47	4.9	38.5
(12)	44.94	4.5	43.4
(13)	39.23	4.2	47.9
(14)	34.25	3.9	52.1
(15)	29.91	3.6	55.9
(16)	26.11	3.4	59.5
(17)	22.80	3.1	62.9
(18)	19.90	2.9	66.0
(19)	17.38	2.7	68.9
(20)	15.17	2.6	71.7
(21)	13.25	2.4	74.2
(22)	11.56	2.2	76.6
(23)	10.10	2.1	78.9
(24)	8.82	2.0	81.0
(25)	7.70	1.8	83.0
(26)	6.72	1.7	84.8
(27)	5.87	1.6	86.5
(28)	5.12	1.6	88.0

SEG #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(29)	4.47	1.5	89.6
(30)	3.90	1.3	91.1
(31)	3.41	1.1	92.4
(32)	2.98	1.0	93.5
(33)	2.60	1.0	94.6
(34)	2.27	1.0	95.6
(35)	1.98	1.0	96.6
(36)	1.73	0.8	97.6
(37)	1.51	0.6	98.3
(38)	1.32	0.5	99.0
(39)	1.15	0.3	99.4
(40)	1.00	0.2	99.7
(41)	0.88	0.1	99.9
(42)	0.77	0.0	100.0
(43)	0.67	0.0	100.0
(44)	0.58	0.0	100.0
(45)	0.51	0.0	100.0
(46)	0.45	0.0	100.0
(47)	0.39	0.0	100.0
(48)	0.34	0.0	100.0
(49)	0.30	0.0	100.0
(50)	0.26	0.0	100.0
(51)	0.23	0.0	100.0
(52)	0.20	0.0	100.0
(53)	0.17	0.0	100.0
(54)	0.15	0.0	100.0
(55)	0.13	0.0	100.0
(56)	0.11	0.0	100.0

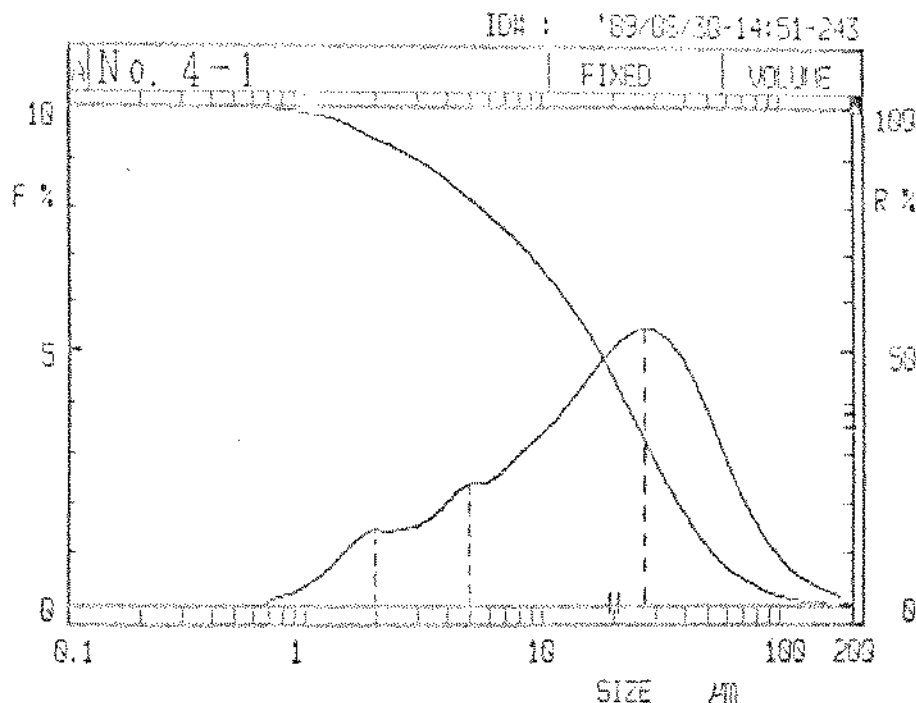


PARTICLE SIZE ANALYZER '89/08/30

SAMPLE : K=0.40 - R=0.2
ID# : '89/08/30-14:51-243
MODE : 1

F % : 74.6%

DISTRIBUTION GRAPH



MEDIAN : 17.47 μm

SP. AREA : 7809 cm^2/cm^3

% on DIA : 20.0 μm = 44.9 %

DIA on % : 36.8% = 24.62 μm

DISTRIBUTION TABLE

SEG #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(01)	200.0	0.0	0.0
(02)	174.6	0.2	0.0
(03)	152.4	0.3	0.2
(04)	133.1	0.4	0.5
(05)	116.2	0.6	0.9
(06)	101.4	0.9	1.5
(07)	88.50	1.3	2.4
(08)	77.34	1.7	3.7
(09)	67.52	2.3	5.4
(10)	58.95	3.0	7.8
(11)	51.47	3.7	10.8
(12)	44.94	4.4	14.5
(13)	39.23	4.9	18.9
(14)	34.25	5.3	23.7
(15)	29.91	5.4	29.0
(16)	26.11	5.5	34.4
(17)	22.80	5.3	39.9
(18)	19.90	5.0	45.2
(19)	17.38	4.7	50.2
(20)	15.17	4.4	54.9
(21)	13.25	4.0	59.3
(22)	11.56	3.7	63.3
(23)	10.10	3.4	67.0
(24)	8.82	3.2	70.4
(25)	7.70	2.9	73.5
(26)	6.72	2.6	76.4
(27)	5.87	2.4	79.0
(28)	5.12	2.4	81.4

SEG #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(29)	4.47	2.3	83.9
(30)	3.90	1.9	86.1
(31)	3.41	1.7	88.1
(32)	2.98	1.5	89.7
(33)	2.60	1.5	91.3
(34)	2.27	1.5	92.8
(35)	1.98	1.5	94.2
(36)	1.73	1.3	95.7
(37)	1.51	1.0	97.0
(38)	1.32	0.8	98.1
(39)	1.15	0.5	98.8
(40)	1.00	0.3	99.3
(41)	0.88	0.2	99.7
(42)	0.77	0.1	99.9
(43)	0.67	0.0	100.0
(44)	0.58	0.0	100.0
(45)	0.51	0.0	100.0
(46)	0.45	0.0	100.0
(47)	0.39	0.0	100.0
(48)	0.34	0.0	100.0
(49)	0.30	0.0	100.0
(50)	0.26	0.0	100.0
(51)	0.23	0.0	100.0
(52)	0.20	0.0	100.0
(53)	0.17	0.0	100.0
(54)	0.15	0.0	100.0
(55)	0.13	0.0	100.0
(56)	0.11	0.0	100.0

H

HORIBA, LTD.

KYOTO JAPAN

CHART NO. H2107707

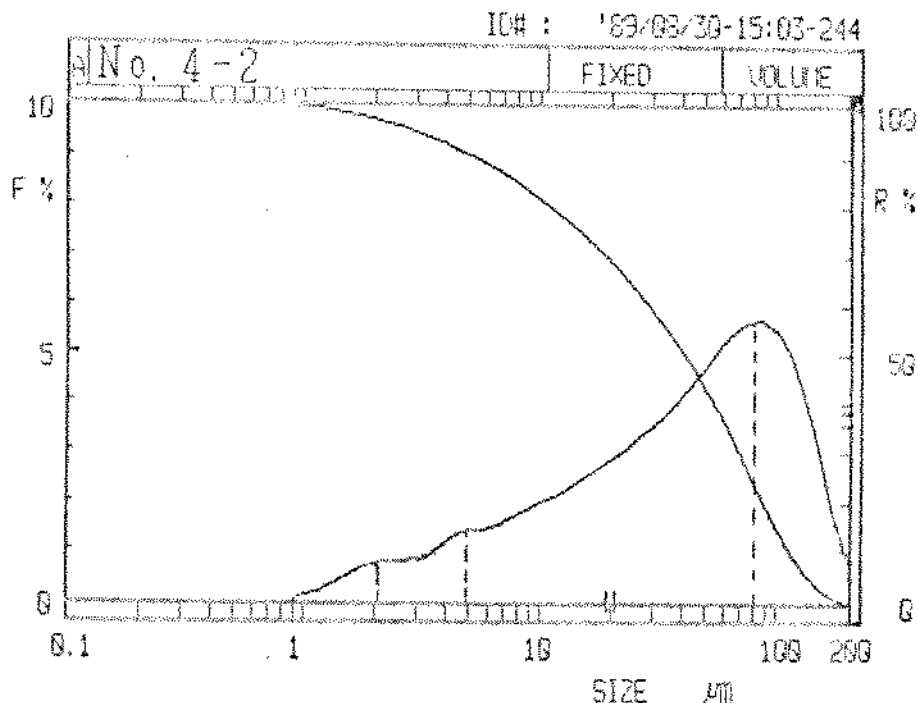
REV1



PARTICLE SIZE ANALYZER '89/08/30

SAMPLE : K=0.40 - R=0.4
 ID# : '89/08/30-15:03-244
 MODE : 1
 T % : 70.9%

DISTRIBUTION GRAPH



MEDIAN : 41.53 μm
 SP. AREA : 4335 cm²/cm³

% on DIA : 20.8 μm = 69.3 %
 DIA on % : 36.6% = 59.93 μm

DISTRIBUTION TABLE

SEG. #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(01)	200.0	0.0	0.0
(02)	174.6	1.9	0.8
(03)	152.4	3.1	2.7
(04)	133.1	4.1	5.8
(05)	116.2	5.1	9.9
(06)	101.4	5.6	15.0
(07)	88.58	5.8	20.5
(08)	77.34	5.7	26.3
(09)	67.62	5.5	32.0
(10)	58.95	5.2	37.5
(11)	51.47	4.8	42.7
(12)	44.94	4.4	47.4
(13)	39.23	4.1	51.8
(14)	34.25	3.7	55.9
(15)	29.91	3.5	59.6
(16)	26.11	3.3	63.1
(17)	22.80	3.0	66.4
(18)	19.90	2.8	69.4
(19)	17.38	2.6	72.2
(20)	15.17	2.5	74.9
(21)	13.25	2.3	77.3
(22)	11.56	2.1	79.6
(23)	10.10	2.0	81.7
(24)	8.82	1.9	83.7
(25)	7.70	1.7	85.6
(26)	6.72	1.5	87.3
(27)	5.87	1.4	88.8
(28)	5.12	1.4	90.2

SEG. #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(29)	4.47	1.3	91.6
(30)	3.90	1.1	93.0
(31)	3.41	0.9	94.1
(32)	2.98	0.9	95.0
(33)	2.60	0.8	95.8
(34)	2.27	0.8	96.7
(35)	1.98	0.8	97.5
(36)	1.73	0.7	98.3
(37)	1.51	0.5	98.9
(38)	1.32	0.3	99.4
(39)	1.15	0.2	99.7
(40)	1.00	0.1	99.9
(41)	0.88	0.0	100.0
(42)	0.77	0.0	100.0
(43)	0.67	0.0	100.0
(44)	0.58	0.0	100.0
(45)	0.51	0.0	100.0
(46)	0.45	0.0	100.0
(47)	0.39	0.0	100.0
(48)	0.34	0.0	100.0
(49)	0.30	0.0	100.0
(50)	0.26	0.0	100.0
(51)	0.23	0.0	100.0
(52)	0.20	0.0	100.0
(53)	0.17	0.0	100.0
(54)	0.15	0.0	100.0
(55)	0.13	0.0	100.0
(56)	0.11	0.0	100.0

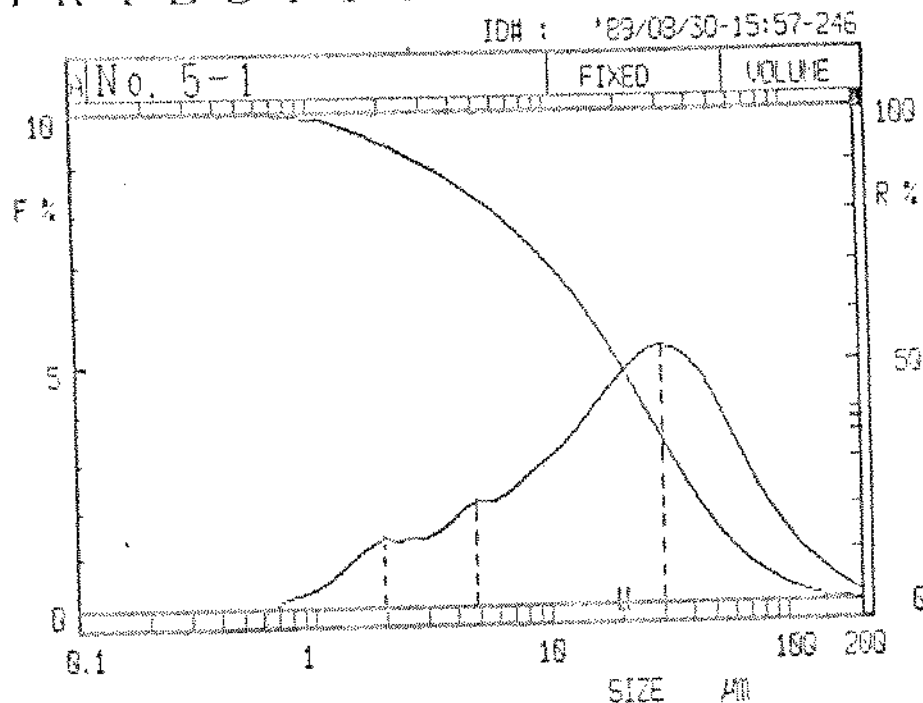


09/08/30

PARTICLE SIZE ANALYZER '09/08/30

SAMPLE : R=0.45 - R=0.2
ID# : '09/08/30-15:57-246
MODE : 1
T % : 75.2%

DISTRIBUTION GRAPH



MEDIAN = 19.93 μm
SP. AREA = 7223 cm²/cm³

% on DIA : 28.8 μm = 49.8 %
DIA on % : 36.8% = 28.20 μm

SEG #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(01)	200.0	0.2	0.0
(02)	174.6	0.3	0.2
(03)	152.4	0.5	0.5
(04)	133.1	0.8	1.0
(05)	116.2	1.1	1.8
(06)	101.4	1.5	2.9
(07)	88.58	1.9	4.4
(08)	77.34	2.4	6.3
(09)	67.52	3.0	8.7
(10)	58.95	3.6	11.6
(11)	51.47	4.2	15.2
(12)	44.94	4.7	19.4
(13)	39.23	5.1	24.1
(14)	34.25	5.3	29.2
(15)	29.91	5.3	34.5
(16)	26.11	5.2	39.8
(17)	22.80	5.0	45.1
(18)	19.90	4.7	50.1
(19)	17.38	4.4	54.7
(20)	15.17	4.0	59.1
(21)	13.25	3.6	63.1
(22)	11.56	3.3	66.7
(23)	10.10	3.1	70.0
(24)	8.82	2.8	73.1
(25)	7.70	2.6	75.9
(26)	6.72	2.3	78.5
(27)	5.87	2.2	80.8
(28)	5.12	2.2	83.0

SEG #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(29)	4.47	2.1	85.2
(30)	3.90	1.8	87.3
(31)	3.41	1.5	89.0
(32)	2.98	1.4	90.5
(33)	2.60	1.4	91.9
(34)	2.27	1.4	93.3
(35)	1.98	1.4	94.7
(36)	1.73	1.2	96.1
(37)	1.51	1.0	97.3
(38)	1.32	0.7	98.3
(39)	1.15	0.5	99.0
(40)	1.00	0.3	99.4
(41)	0.88	0.2	99.7
(42)	0.77	0.1	99.9
(43)	0.67	0.0	100.0
(44)	0.58	0.0	100.0
(45)	0.51	0.0	100.0
(46)	0.45	0.0	100.0
(47)	0.39	0.0	100.0
(48)	0.34	0.0	100.0
(49)	0.30	0.0	100.0
(50)	0.26	0.0	100.0
(51)	0.23	0.0	100.0
(52)	0.20	0.0	100.0
(53)	0.17	0.0	100.0
(54)	0.15	0.0	100.0
(55)	0.13	0.0	100.0
(56)	0.11	0.0	100.0

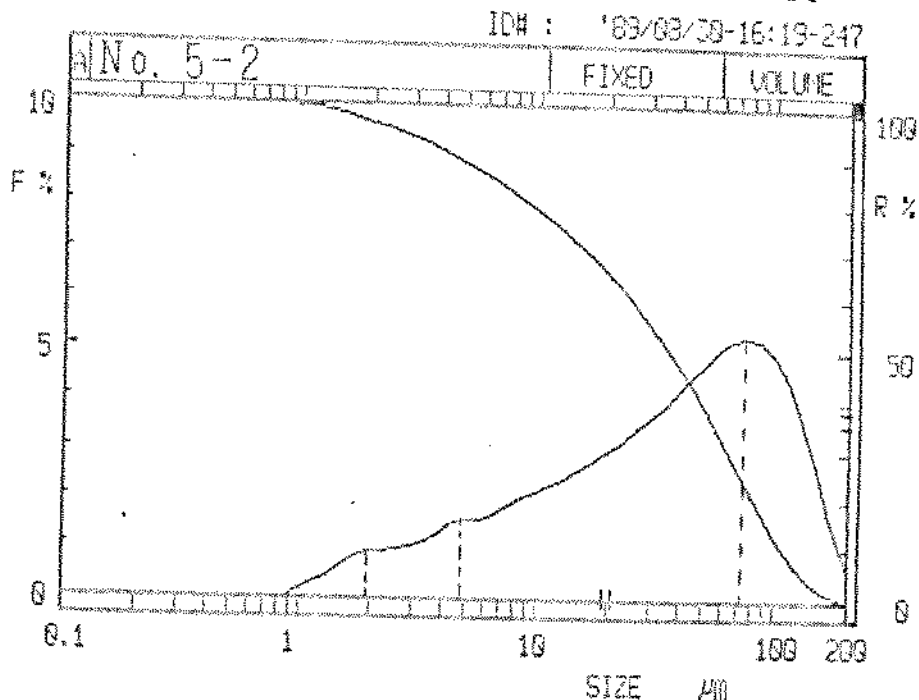


100-100-100

PARTICLE SIZE ANALYZER '89/08/30

SAMPLE : K=0.45 - R=0.4
ID# : '89/08/30-16:19-247
MODE : 1
T % : 25.5%

DISTRIBUTION GRAPH



MEDIAN : 36.41 μm
SP.AREA : 4935 cm²/cm³

% on DIA : 20.0 μm = 65.7 %
DIA on % : 36.8 % = 53.96 μm

DISTRIBUTION TABLE

SEG #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(01)	200.0	0.7	0.0
(02)	174.6	1.6	0.7
(03)	152.4	2.7	2.2
(04)	133.1	3.6	4.9
(05)	116.2	4.4	8.4
(06)	101.4	4.9	12.8
(07)	88.58	5.2	17.8
(08)	77.34	5.3	23.0
(09)	67.52	5.2	28.3
(10)	58.95	5.0	33.5
(11)	51.47	4.7	38.5
(12)	44.94	4.4	43.3
(13)	39.23	4.1	47.7
(14)	34.25	3.9	51.9
(15)	29.91	3.6	55.7
(16)	26.11	3.4	59.3
(17)	22.80	3.2	62.7
(18)	19.90	3.0	65.9
(19)	17.38	2.8	68.8
(20)	15.17	2.6	71.6
(21)	13.25	2.4	74.2
(22)	11.55	2.3	76.7
(23)	10.10	2.2	79.0
(24)	8.82	2.0	81.2
(25)	7.70	1.9	83.2
(26)	6.72	1.7	85.1
(27)	5.87	1.6	86.8
(28)	5.12	1.6	88.4

SEG. SIZE INTVL OVER

#	SIZE (microns)	%	SIZE %
(29)	4.47	1.5	90.0
(30)	3.90	1.3	91.5
(31)	3.41	1.1	92.8
(32)	2.98	1.0	93.9
(33)	2.60	1.0	94.9
(34)	2.27	0.9	95.9
(35)	1.98	0.8	96.8
(36)	1.73	0.8	97.6
(37)	1.51	0.6	98.6
(38)	1.32	0.4	99.2
(39)	1.15	0.3	99.6
(40)	1.00	0.2	99.8
(41)	0.88	0.0	100.0
(42)	0.77	0.0	100.0
(43)	0.67	0.0	100.0
(44)	0.58	0.0	100.0
(45)	0.51	0.0	100.0
(46)	0.45	0.0	100.0
(47)	0.39	0.0	100.0
(48)	0.34	0.0	100.0
(49)	0.30	0.0	100.0
(50)	0.26	0.0	100.0
(51)	0.23	0.0	100.0
(52)	0.20	0.0	100.0
(53)	0.17	0.0	100.0
(54)	0.15	0.0	100.0
(55)	0.13	0.0	100.0
(56)	0.11	0.0	100.0

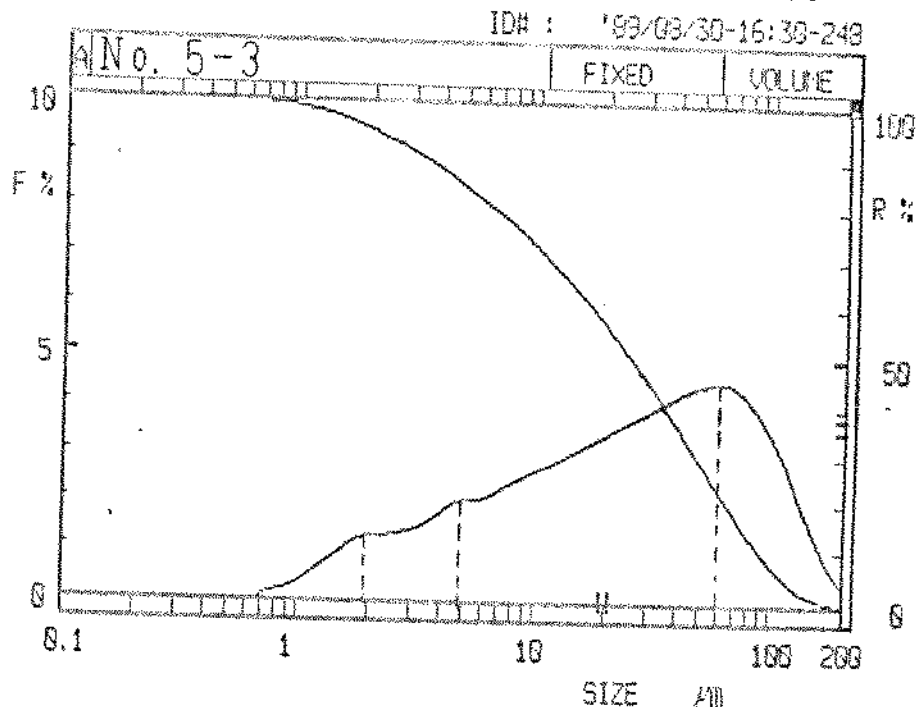


4-11-1, 8/10/82

PARTICLE SIZE ANALYZER '89/08/30

SAMPLE : K=0.45 - R=0.6
ID# : '89/08/30-16:30-240
MODE : 1
T % : 71.6%

DISTRIBUTION GRAPH



MEDIAN = 25.39 μm
SP. AREA = 6755 cm²/cm³
% on DIA : 28.8 μm = 56.4 %
DIA on % : 35.8% = 39.61 μm

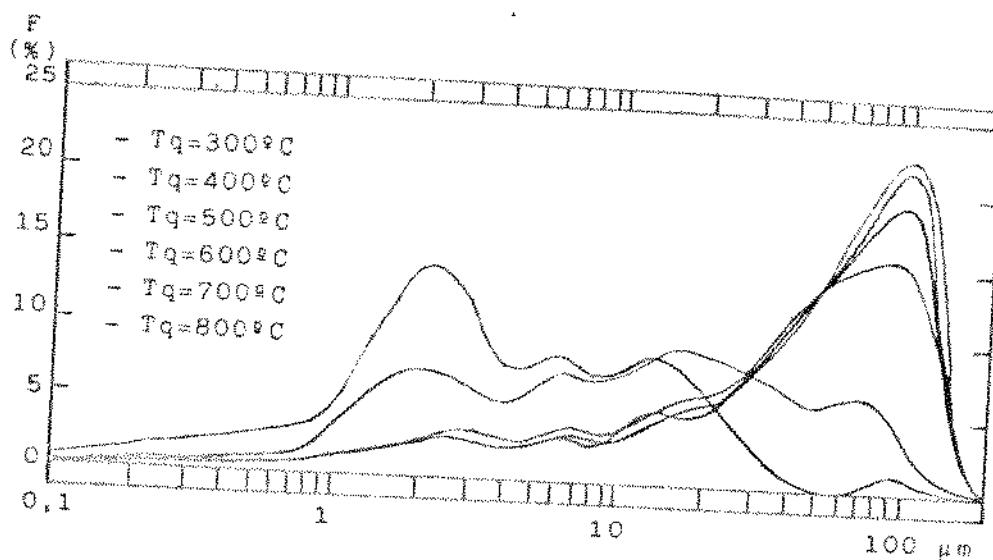
SEG. #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(01)	200.0	0.3	0.0
(02)	174.6	0.8	0.3
(03)	152.4	1.5	1.1
(04)	133.1	2.1	2.6
(05)	116.2	2.9	4.7
(06)	101.4	3.5	7.6
(07)	88.50	4.0	11.0
(08)	77.34	4.3	15.0
(09)	67.52	4.5	19.3
(10)	58.95	4.5	23.8
(11)	51.47	4.5	28.3
(12)	44.94	4.4	32.8
(13)	39.23	4.2	37.1
(14)	34.25	4.0	41.3
(15)	29.91	3.9	45.3
(16)	26.11	3.7	49.2
(17)	22.80	3.6	53.0
(18)	19.90	3.4	56.5
(19)	17.38	3.3	59.9
(20)	15.17	3.1	63.2
(21)	13.25	2.9	66.3
(22)	11.56	2.8	69.2
(23)	10.10	2.7	72.0
(24)	8.82	2.5	74.7
(25)	7.70	2.4	77.2
(26)	6.72	2.2	79.5
(27)	5.87	2.0	81.7
(28)	5.12	2.1	83.7

SEG. #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(29)	4.47	1.9	85.8
(30)	3.90	1.7	87.7
(31)	3.41	1.5	89.4
(32)	2.98	1.4	90.9
(33)	2.60	1.3	92.2
(34)	2.27	1.3	93.6
(35)	1.98	1.3	94.8
(36)	1.73	1.2	96.1
(37)	1.51	0.9	97.3
(38)	1.32	0.7	98.2
(39)	1.15	0.5	98.9
(40)	1.00	0.3	99.3
(41)	0.88	0.2	99.7
(42)	0.77	0.1	99.9
(43)	0.67	0.0	100.0
(44)	0.58	0.0	100.0
(45)	0.51	0.0	100.0
(46)	0.45	0.0	100.0
(47)	0.39	0.0	100.0
(48)	0.34	0.0	100.0
(49)	0.30	0.0	100.0
(50)	0.26	0.0	100.0
(51)	0.23	0.0	100.0
(52)	0.20	0.0	100.0
(53)	0.17	0.0	100.0
(54)	0.15	0.0	100.0
(55)	0.13	0.0	100.0
(56)	0.11	0.0	100.0

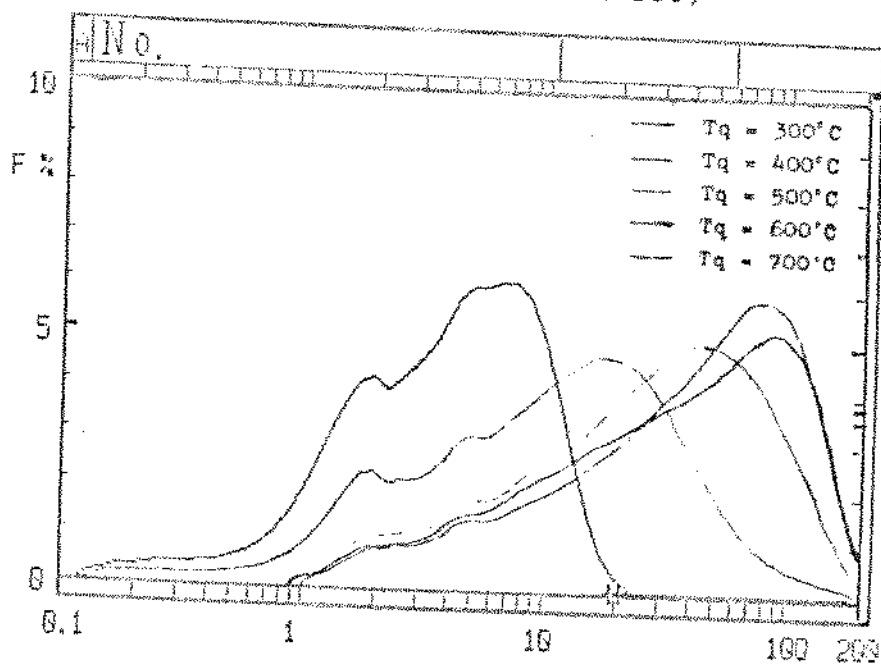


SÉRIE Tq

(obtidos no SK LASER MICROM SIZER 7000S)



(obtidos no HORIBA LA-500)





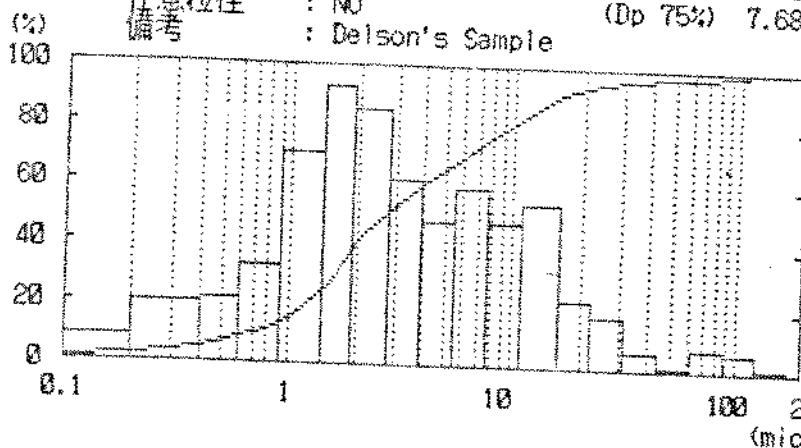
===== SK LASER MICRON SIZER 7000S =====

REC.NO:171

試料名 : Tq=300°C
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/09/29
測定者 : Y.KUMAHARA
フルイ : シタ
フルイカット : 0
任意粒径 : NO
備考 : Delson's Sample

-比表面積-
50573.4cm²/cm³
-平均粒径-
2.76 mic.
(Dp 25%) 1.45 mic.
(Dp 75%) 7.68 mic.

粒径	V%
0.1	1.1
0.2	2.5
0.4	5.5
0.6	8.6
0.8	11.8
1.0	15.0
1.5	26.2
2.0	40.7
3.0	53.0
4.0	60.4
6.0	68.8
8.0	76.2
12.0	84.8
16.0	90.7
24.0	95.1
32.0	96.8
48.0	97.8
64.0	97.8
96.0	99.2
128.0	99.9
192.0	100.0



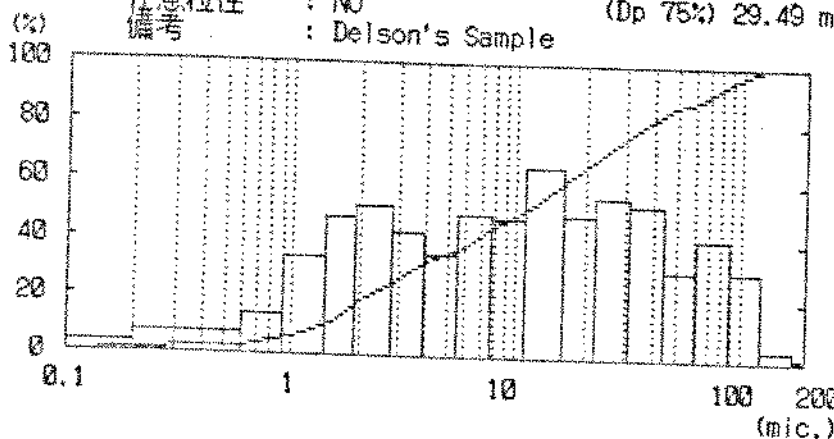
===== SK LASER MICRON SIZER 7000S =====

REC.NO:172

試料名 : Tq=400°C
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/09/29
測定者 : Y.KUMAHARA
フルイ : シタ
フルイカット : 0
任意粒径 : NO
備考 : Delson's Sample

-比表面積-
22129.5cm²/cm³
-平均粒径-
10.57 mic.
(Dp 25%) 2.79 mic.
(Dp 75%) 29.49 mic.

粒径	V%
0.1	0.3
0.2	0.8
0.4	1.9
0.6	3.1
0.8	4.4
1.0	5.9
1.5	11.4
2.0	18.9
3.0	26.6
4.0	31.9
6.0	38.1
8.0	44.4
12.0	53.1
16.0	60.6
24.0	70.4
32.0	77.1
48.0	86.5
64.0	88.9
96.0	96.7
128.0	99.6
192.0	100.0





===== SK LASER MICRON SIZER 7000S =====

REC.NO:173

試料名 : Tq=500°C
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/09/29
測定者 : Y.KUMAHARA
フルイ : シタ
フルイカット : 0
任意粒径 : NO
備考 : Delson's Sample

-比表面積-

6655.3cm²/cm³

-平均粒径-

38.79 mic.

(Dp 25%) 13.14 mic.

(Dp 75%) 78.42 mic.

粒径 V%

(%)

100

80

60

40

20

0

0.1

1

10

100

200

(mic.)

1	0.1	0.0
2	0.2	0.0
3	0.4	0.2
4	0.6	0.5
5	0.8	0.9
6	1.0	1.4
7	1.5	3.3
8	2.0	5.9
9	3.0	9.4
10	4.0	12.1
11	6.0	15.5
12	8.0	19.0
13	12.0	23.6
14	16.0	28.5
15	24.0	36.5
16	32.0	43.8
17	48.0	58.4
18	64.0	65.9
19	96.0	86.1
20	128.0	98.2
21	192.0	100.0

===== SK LASER MICRON SIZER 7000S =====

REC.NO:174

試料名 : Tq=600°C
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/09/29
測定者 : Y.KUMAHARA
フルイ : シタ
フルイカット : 0
任意粒径 : NO
備考 : Delson's Sample

-比表面積-

4984.1cm²/cm³

-平均粒径-

54.27 mic.

(Dp 25%) 22.06 mic.

(Dp 75%) 90.24 mic.

粒径 V%

(%)

100

80

60

40

20

0

0.1

1

10

100

200

(mic.)

1	0.1	0.0
2	0.2	0.0
3	0.4	0.2
4	0.6	0.4
5	0.8	0.6
6	1.0	0.9
7	1.5	2.2
8	2.0	4.1
9	3.0	6.6
10	4.0	8.5
11	6.0	11.1
12	8.0	13.6
13	12.0	16.5
14	16.0	20.3
15	24.0	26.5
16	32.0	32.9
17	48.0	47.1
18	64.0	54.5
19	96.0	79.5
20	128.0	97.3
21	192.0	100.0

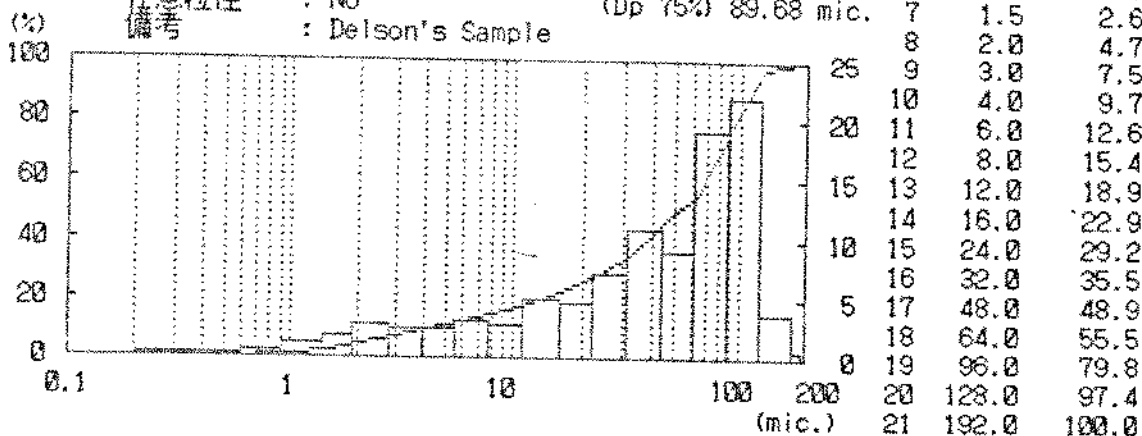


SK LASER MICRON SIZER 7000S

***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:175

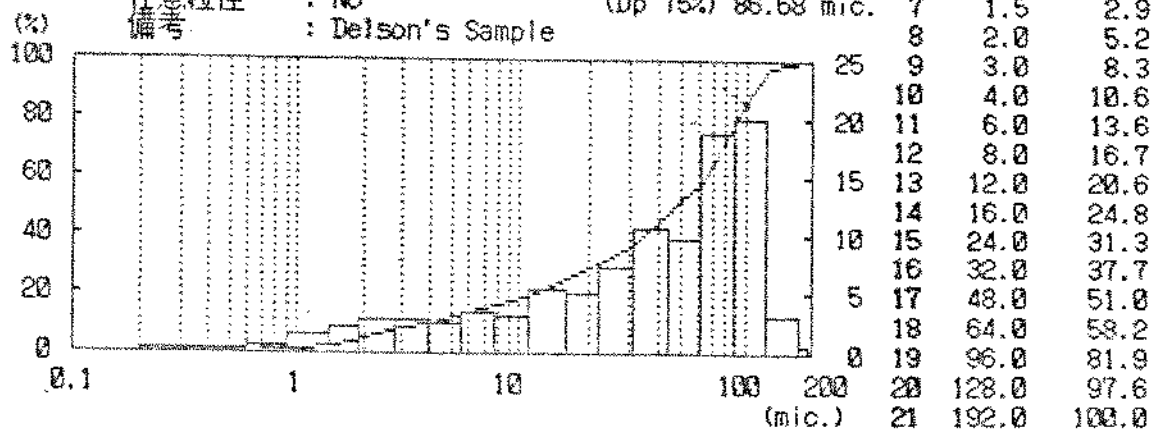
試料名	:Tg=700°C	-比表面積-	粒径	V%
分散媒	: Water	5504.4cm ² /cm ³	1	0.1
分散条件	: U.S.Disper. 2min	-平均粒径-	2	0.2
測定日	: 1989/09/29	50.67 mic.	3	0.4
測定者	: Y.KUMAHARA	(Dp 25%) 18.67 mic.	4	0.6
フルイ	: シタ	(Dp 75%) 89.68 mic.	5	0.8
フルイカット	: 0		6	1.0
任意粒径	: NO		7	1.5
備考	: Delson's Sample		8	2.0



***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:176

試料名	:Tg=800°C	-比表面積-	粒径	V%
分散媒	: Water	5946.0cm ² /cm ³	1	0.1
分散条件	: U.S.Disper. 2min	-平均粒径-	2	0.2
測定日	: 1989/09/29	46.80 mic.	3	0.4
測定者	: Y.KUMAHARA	(Dp 25%) 16.25 mic.	4	0.6
フルイ	: シタ	(Dp 75%) 86.68 mic.	5	0.8
フルイカット	: 0		6	1.0
任意粒径	: NO		7	1.5
備考	: Delson's Sample		8	2.0





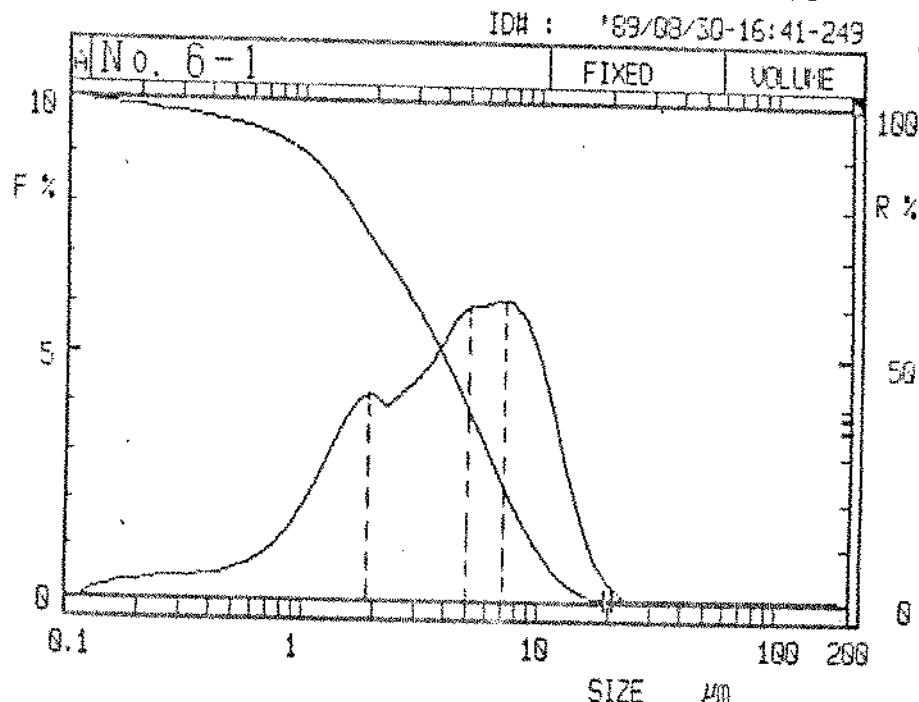
LA-5000

PARTICLE SIZE ANALYZER '89/08/30

SAMPLE : Tq=300°C
ID# : '89/08/30-16:41-249
MODE : 1

T % : 73.0%

DISTRIBUTION GRAPH



MEDIAN = 3.92 μ m
SP.AREA = 30544 cm^2/cm^3

% on DIA : 20.0 μ m = 0.1 %
DIA on % : 36.8% = 5.31 μ m

DISTRIBUTION TABLE

SEG #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(01)	200.0	0.0	0.0
(02)	174.6	0.0	0.0
(03)	152.4	0.0	0.0
(04)	133.1	0.0	0.0
(05)	116.2	0.0	0.0
(06)	101.4	0.0	0.0
(07)	88.58	0.0	0.0
(08)	77.34	0.0	0.0
(09)	67.52	0.0	0.0
(10)	58.95	0.0	0.0
(11)	51.47	0.0	0.0
(12)	44.94	0.0	0.0
(13)	39.23	0.0	0.0
(14)	34.25	0.0	0.0
(15)	29.91	0.0	0.0
(16)	26.11	0.0	0.0
(17)	22.80	0.1	0.0
(18)	19.90	0.3	0.1
(19)	17.38	0.8	0.4
(20)	15.17	1.6	1.2
(21)	13.25	2.7	2.8
(22)	11.56	3.9	5.5
(23)	10.10	5.0	9.4
(24)	8.82	5.8	14.4
(25)	7.70	6.1	20.2
(26)	6.72	6.1	26.3
(27)	5.87	6.0	32.4
(28)	5.12	6.0	38.4

SEG. SIZE INTVL OVER

#	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(29)	4.47	5.8	44.5
(30)	3.90	5.2	50.2
(31)	3.41	4.8	55.5
(32)	2.98	4.4	60.2
(33)	2.60	4.2	64.7
(34)	2.27	3.9	68.9
(35)	1.98	4.2	72.8
(36)	1.73	4.1	77.0
(37)	1.51	3.7	81.1
(38)	1.32	3.1	84.7
(39)	1.15	2.5	87.8
(40)	1.00	1.9	90.3
(41)	0.88	1.4	92.2
(42)	0.77	1.1	93.6
(43)	0.67	0.8	94.7
(44)	0.58	0.6	95.5
(45)	0.51	0.5	96.1
(46)	0.45	0.5	96.6
(47)	0.39	0.4	97.1
(48)	0.34	0.4	97.5
(49)	0.30	0.4	97.9
(50)	0.26	0.4	98.3
(51)	0.23	0.4	98.7
(52)	0.20	0.3	99.1
(53)	0.17	0.3	99.4
(54)	0.15	0.2	99.7
(55)	0.13	0.1	99.9
(56)	0.11	0.0	100.0

2

HORIBA, LTD.

KYOTO JAPAN

CHART NO. H21C1P297

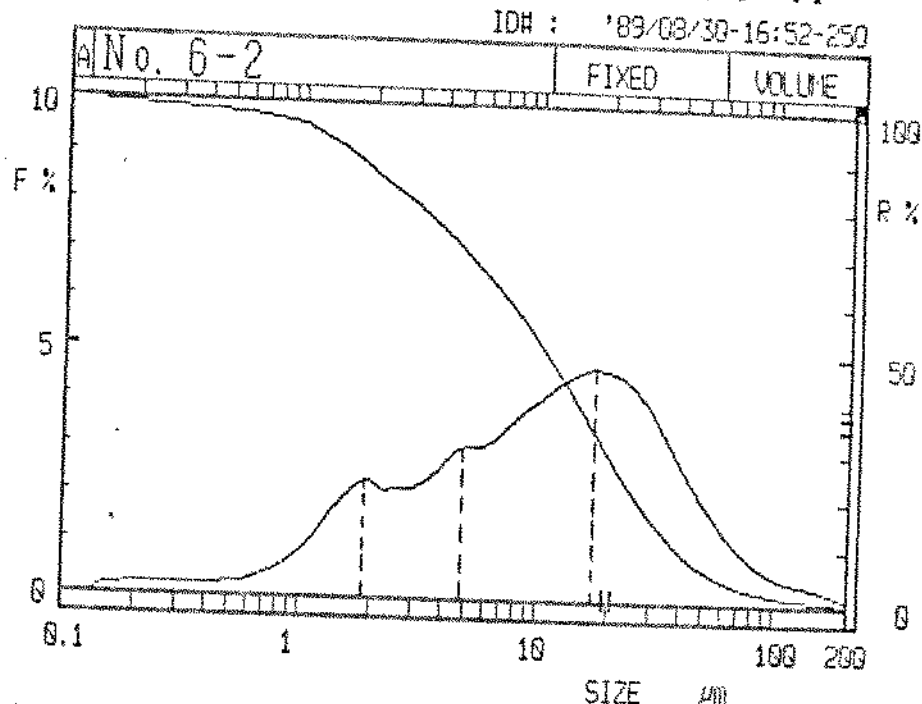
5101



PARTICLE SIZE ANALYZER '89/08/30

SAMPLE : Tg=400°C
ID# : '89/08/30-16:52-250
MODE : 1
T % : 78.0%

DISTRIBUTION GRAPH



MEDIAN = 10.76 μm
SP. AREA = 15969 cm²/cm³

% on DIA : 28.8 μm = 29.0 %
DIA on % : 36.8% = 16.00 μm

SEG #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(01)	200.0	0.1	0.0
(02)	174.6	0.2	0.1
(03)	152.4	0.3	0.3
(04)	133.1	0.3	0.6
(05)	116.2	0.4	0.9
(06)	101.4	0.5	1.3
(07)	88.58	0.7	1.8
(08)	77.34	0.8	2.4
(09)	67.52	1.1	3.3
(10)	58.95	1.5	4.4
(11)	51.47	1.9	5.9
(12)	44.94	2.4	7.8
(13)	39.23	2.9	10.2
(14)	34.25	3.4	13.1
(15)	29.91	3.9	16.5
(16)	26.11	4.3	20.4
(17)	22.80	4.5	24.7
(18)	19.90	4.7	29.2
(19)	17.38	4.7	33.9
(20)	15.17	4.6	38.6
(21)	13.25	4.5	43.3
(22)	11.56	4.2	47.7
(23)	10.10	4.0	52.0
(24)	8.82	3.8	56.0
(25)	7.70	3.5	59.8
(26)	6.72	3.2	63.2
(27)	5.87	3.0	66.4
(28)	5.12	3.1	69.5

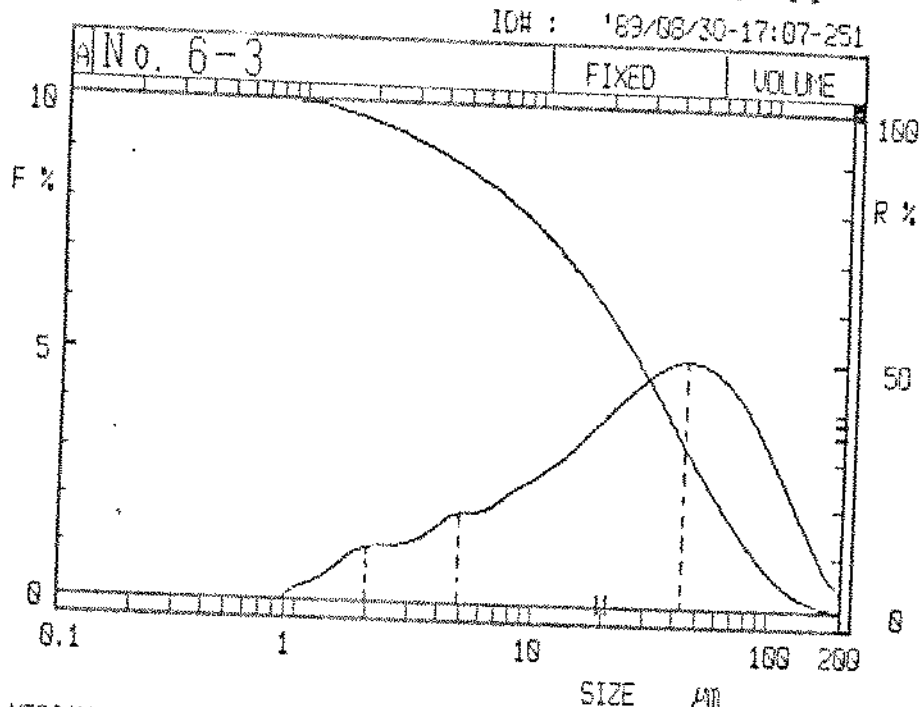
SEG #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(29)	4.47	2.9	72.5
(30)	3.90	2.8	75.5
(31)	3.41	2.3	78.1
(32)	2.98	2.2	80.4
(33)	2.60	2.2	82.5
(34)	2.27	2.1	84.7
(35)	1.98	2.3	86.8
(36)	1.73	2.2	89.1
(37)	1.51	1.9	91.3
(38)	1.32	1.5	93.2
(39)	1.15	1.1	94.7
(40)	1.00	0.8	95.9
(41)	0.88	0.6	96.7
(42)	0.77	0.4	97.3
(43)	0.67	0.3	97.7
(44)	0.58	0.2	98.0
(45)	0.51	0.2	98.3
(46)	0.45	0.2	98.5
(47)	0.39	0.2	98.7
(48)	0.34	0.2	98.9
(49)	0.30	0.2	99.1
(50)	0.26	0.2	99.2
(51)	0.23	0.2	99.4
(52)	0.20	0.2	99.6
(53)	0.17	0.1	99.8
(54)	0.15	0.1	99.9
(55)	0.13	0.0	100.0
(56)	0.11	0.0	100.0



PARTICLE SIZE ANALYZER '89/08/30

SAMPLE : Tq=500°C
 ID# :
 MODE : 1
 T % : 79.1%

DISTRIBUTION GRAPH



MEDIAN : 27.43 μm
 SP. AREA : 5683 cm²/cm³

% on DIA : 20.0 μm = 59.9 %
 DIA on % : 36.8% = 39.77 μm

SEG #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(01)	200.0	0.3	0.0
(02)	174.6	0.7	0.3
(03)	152.4	1.3	1.1
(04)	133.1	1.9	2.4
(05)	116.2	2.6	4.3
(06)	101.4	3.2	6.8
(07)	88.58	3.7	10.0
(08)	77.34	4.2	13.7
(09)	67.52	4.6	17.9
(10)	58.95	4.8	22.4
(11)	51.47	5.0	27.3
(12)	44.94	5.0	32.3
(13)	39.23	5.0	37.3
(14)	34.25	4.8	42.3
(15)	29.91	4.6	47.1
(16)	26.11	4.4	51.7
(17)	22.80	4.1	56.1
(18)	19.90	3.8	60.1
(19)	17.38	3.5	63.9
(20)	15.17	3.2	67.4
(21)	13.25	3.0	70.5
(22)	11.56	2.7	73.5
(23)	10.10	2.5	76.3
(24)	8.82	2.3	78.9
(25)	7.70	2.1	81.2
(26)	6.72	1.9	83.4
(27)	5.87	1.8	85.3
(28)	5.12	1.6	87.1

SEG #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(29)	4.47	1.7	88.9
(30)	3.90	1.4	90.6
(31)	3.41	1.2	92.0
(32)	2.98	1.1	93.2
(33)	2.60	1.1	94.3
(34)	2.27	1.0	95.4
(35)	1.98	1.0	96.5
(36)	1.73	0.9	97.5
(37)	1.51	0.7	98.4
(38)	1.32	0.5	99.1
(39)	1.15	0.3	99.5
(40)	1.00	0.2	99.8
(41)	0.88	0.0	100.0
(42)	0.77	0.0	100.0
(43)	0.67	0.0	100.0
(44)	0.58	0.0	100.0
(45)	0.51	0.0	100.0
(46)	0.45	0.0	100.0
(47)	0.39	0.0	100.0
(48)	0.34	0.0	100.0
(49)	0.30	0.0	100.0
(50)	0.26	0.0	100.0
(51)	0.23	0.0	100.0
(52)	0.20	0.0	100.0
(53)	0.17	0.0	100.0
(54)	0.15	0.0	100.0
(55)	0.13	0.0	100.0
(56)	0.11	0.0	100.0

HORIBA, LTD.

KYOTO JAPAN

CHART NO. H2107272

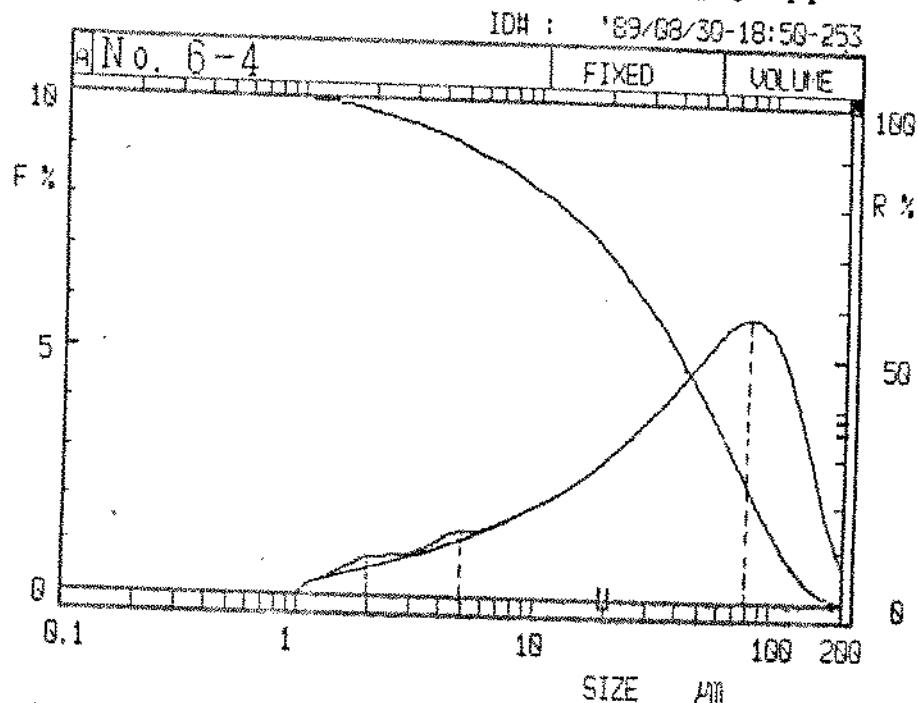
B101



PARTICLE SIZE ANALYZER '89/00/30

SAMPLE : Tg=600°C
 ID# : '89/08/30-18:50-253
 MODE : 1
 T % : 70.0%

DISTRIBUTION GRAPH



MEDIAN : 41.60 μm
 SP. AREA : 4169 cm²/cm³
 % on DIA : 20.8 μm = 70.4 %
 DIA on % : 36.8% = 59.25 μm

SEG. #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(01)	200.0	0.7	0.0
(02)	174.6	1.7	0.7
(03)	152.4	2.9	2.3
(04)	133.1	4.0	5.2
(05)	116.2	5.0	9.2
(06)	101.4	5.5	14.2
(07)	88.58	5.8	19.7
(08)	77.34	5.8	25.6
(09)	67.52	5.6	31.4
(10)	58.96	5.3	37.0
(11)	51.47	6.0	42.4
(12)	44.94	4.7	47.4
(13)	39.23	4.3	52.0
(14)	34.26	4.0	56.3
(15)	29.91	3.7	60.3
(16)	26.11	3.4	64.0
(17)	22.00	3.1	67.4
(18)	19.00	2.9	70.6
(19)	17.30	2.7	73.5
(20)	15.17	2.4	76.1
(21)	13.25	2.2	78.5
(22)	11.56	2.0	80.8
(23)	10.10	1.9	82.8
(24)	8.82	1.8	84.7
(25)	7.70	1.6	86.5
(26)	6.72	1.4	88.1
(27)	5.87	1.317	89.5
(28)	5.12	1.411	90.9

SEG. #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(29)	4.47	1.310	92.2
(30)	3.90	1.110	93.5
(31)	3.41	0.9	94.6
(32)	2.98	0.8	95.4
(33)	2.60	0.806	96.2
(34)	2.27	0.8	97.0
(35)	1.98	0.7	97.8
(36)	1.73	0.6	98.5
(37)	1.51	0.4	99.1
(38)	1.32	0.3	99.5
(39)	1.15	0.2	99.8
(40)	1.00	0.0	100.0
(41)	0.88	0.0	100.0
(42)	0.77	0.0	100.0
(43)	0.67	0.0	100.0
(44)	0.58	0.0	100.0
(45)	0.51	0.0	100.0
(46)	0.45	0.0	100.0
(47)	0.39	0.0	100.0
(48)	0.34	0.0	100.0
(49)	0.30	0.0	100.0
(50)	0.26	0.0	100.0
(51)	0.23	0.0	100.0
(52)	0.20	0.0	100.0
(53)	0.17	0.0	100.0
(54)	0.15	0.0	100.0
(55)	0.13	0.0	100.0
(56)	0.11	0.0	100.0

HORIBA, LTD.

KYOTO JAPAN

CHART NO. H2107292

8101

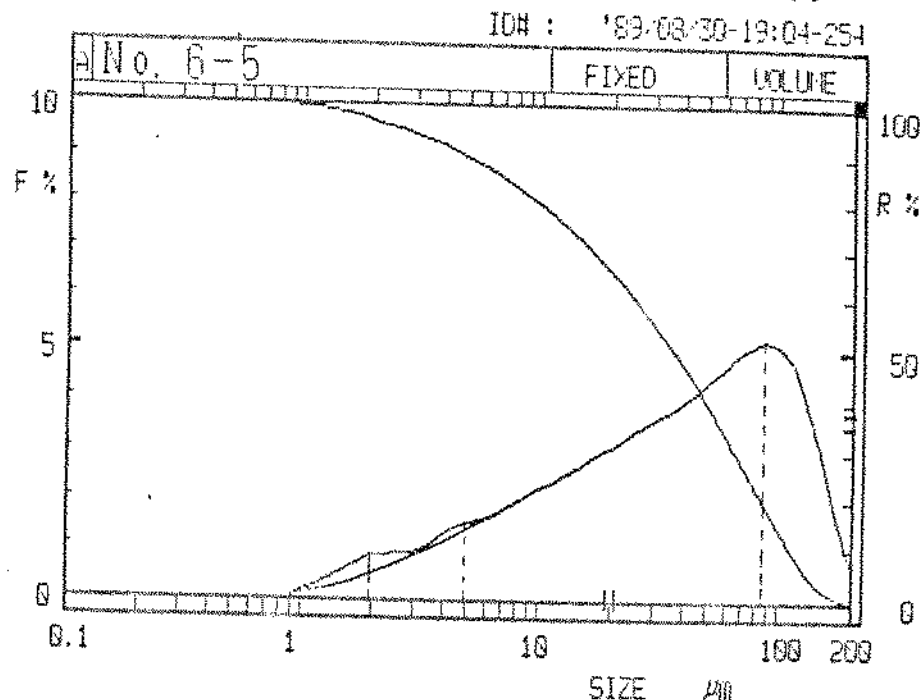


PARTICLE SIZE ANALYZER '89/08/30

SAMPLE : Tq=700°C
ID# : '89/08/30-19:04-254
MODE : 1

T % : 75.0%

DISTRIBUTION GRAPH



MEDIAN : 36.53 μm
SP. AREA : 4782 cm^2/cm^3

% on DIA : 20.0 μm = 65.8 %
DIA on % : 36.8 % = 55.54 μm

DISTRIBUTION TABLE			
SEG. #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(01)	200.0	0.8	0.0
(02)	174.6	1.8	0.8
(03)	152.4	3.0	2.6
(04)	133.1	4.0	5.6
(05)	116.2	4.8	9.6
(06)	101.4	5.1	14.4
(07)	88.58	5.2	19.5
(08)	77.34	5.1	24.8
(09)	67.52	4.0	29.9
(10)	58.95	4.6	34.8
(11)	51.47	4.4	39.4
(12)	44.94	4.2	43.8
(13)	39.23	3.9	47.9
(14)	34.25	3.8	51.9
(15)	29.91	3.6	55.6
(16)	26.11	3.5	59.2
(17)	22.80	3.3	62.7
(18)	19.90	3.1	66.0
(19)	17.38	2.9	69.1
(20)	15.17	2.8	72.0
(21)	13.25	2.6	74.8
(22)	11.56	2.4	77.4
(23)	10.10	2.2	79.8
(24)	8.82	2.1	82.0
(25)	7.70	1.9	84.1
(26)	6.72	1.7	86.0
(27)	5.87	1.6	87.7
(28)	5.12	1.6	89.3

SEG. #	SIZE (microns)	INTVL %	OVER SIZE %
(29)	4.47	1.4	90.8
(30)	3.90	1.2	92.2
(31)	3.41	1.0	93.4
(32)	2.98	0.9	94.5
(33)	2.60	0.9	95.4
(34)	2.27	0.8	96.3
(35)	1.98	0.8	97.1
(36)	1.73	0.7	98.0
(37)	1.51	0.5	98.7
(38)	1.32	0.4	99.2
(39)	1.15	0.2	99.6
(40)	1.00	0.1	99.9
(41)	0.88	0.0	100.0
(42)	0.77	0.0	100.0
(43)	0.67	0.0	100.0
(44)	0.58	0.0	100.0
(45)	0.51	0.0	100.0
(46)	0.45	0.0	100.0
(47)	0.39	0.0	100.0
(48)	0.34	0.0	100.0
(49)	0.30	0.0	100.0
(50)	0.26	0.0	100.0
(51)	0.23	0.0	100.0
(52)	0.20	0.0	100.0
(53)	0.17	0.0	100.0
(54)	0.15	0.0	100.0
(55)	0.13	0.0	100.0
(56)	0.11	0.0	100.0

HORIBA, LTD.

HORIBA, LTD.

KICHO JAPAN

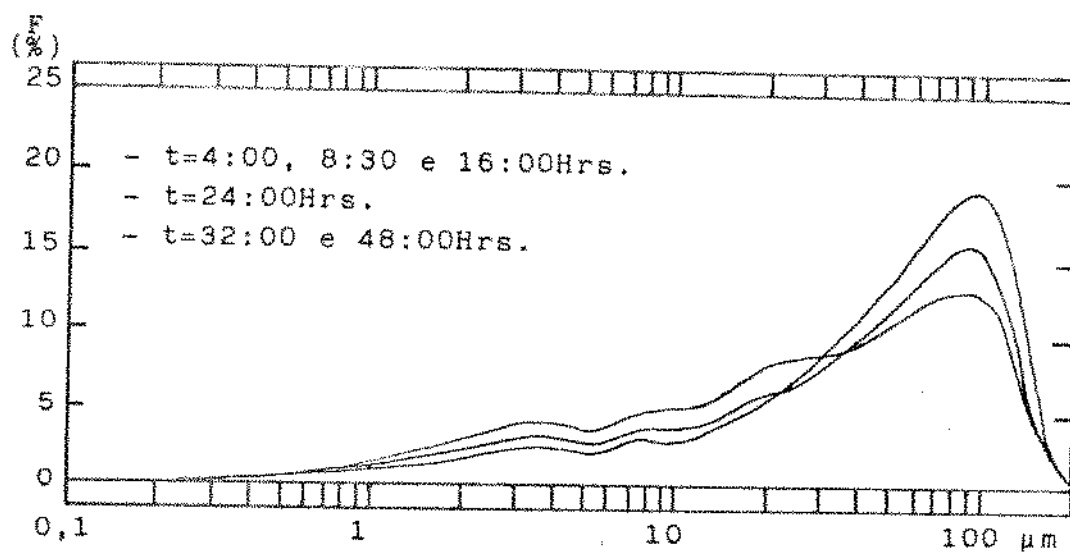
CHART NO. H2101P27

8101



SÉRIE t

(obtidos no SK LASER MICROM SIZER 7000S)





17-0000000000

***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:186

試料名 : t=4:00hr.
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/10/23
測定者 : Y.KUMAHARA
フルイ : シタ
フルイカット : 0
任意粒径 : NO
備考 : Delson's Sample

-比表面積-

6275.6cm²/cm³

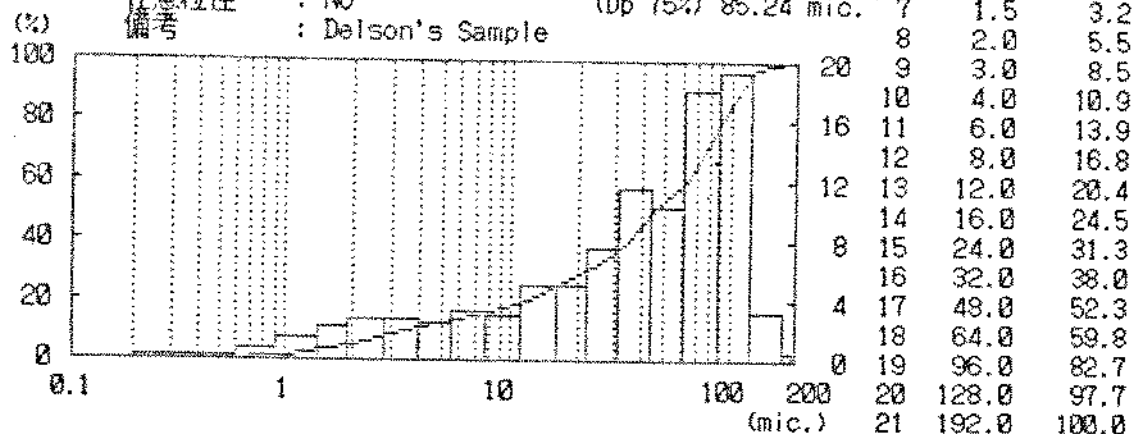
-平均粒径-

45.43 mic.

(Dp 25%) 16.59 mic.

(Dp 75%) 85.24 mic.

粒径 V%



***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:187

試料名 : t=8:30hr.
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/10/23
測定者 : Y.KUMAHARA
フルイ : シタ
フルイカット : 0
任意粒径 : NO
備考 : Delson's Sample

-比表面積-

5936.6cm²/cm³

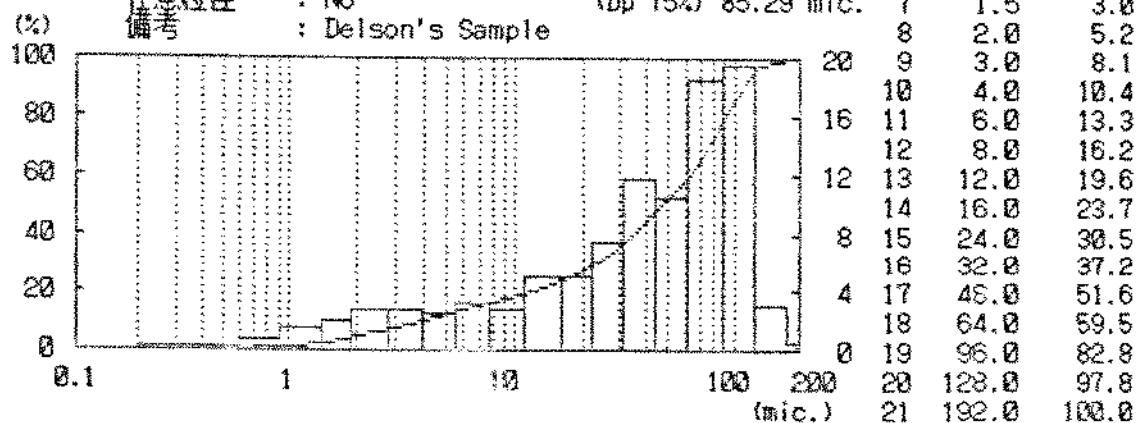
-平均粒径-

46.22 mic.

(Dp 25%) 17.53 mic.

(Dp 75%) 85.29 mic.

粒径 V%





***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:188

試料名 : t=16:00hr.
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/10/23
測定者 : Y.KUWAHARA
フルイ : シタ
フルイカット : Ø
任意粒径 : NO
備考 : Delson's Sample

-比表面積-

6199.3cm²/cm³

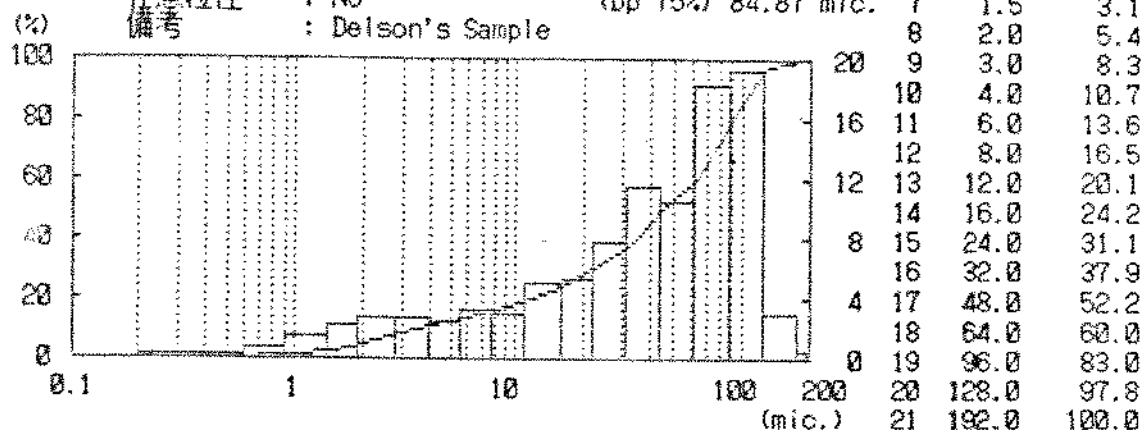
-平均粒径-

45.54 mic.

(Dp 25%) 16.93 mic.

(Dp 75%) 84.87 mic.

粒径 V%



***** SK LASER MICRON SIZER 7000S *****

REC.NO:189

試料名 : t=24:00hr.
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/10/23
測定者 : Y.KUWAHARA
フルイ : シタ
フルイカット : Ø
任意粒径 : NO
備考 : Delson's Sample

-比表面積-

7177.7cm²/cm³

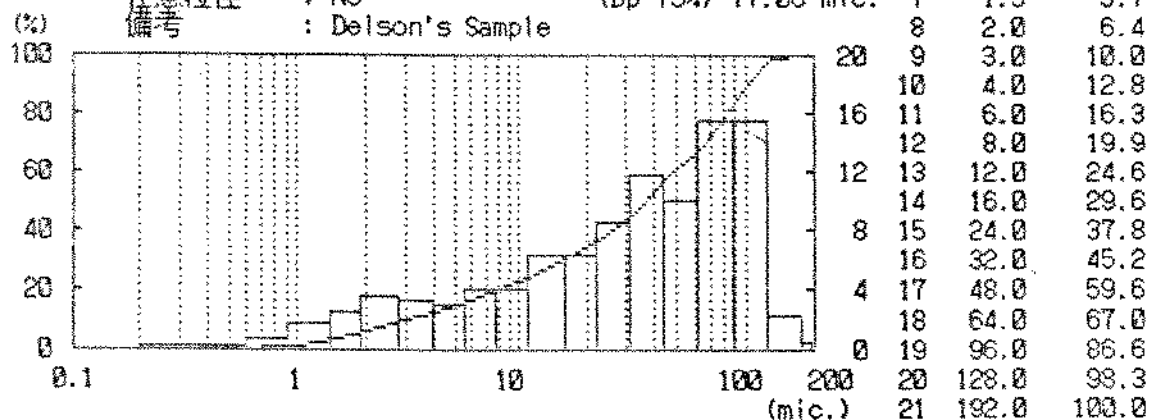
-平均粒径-

37.33 mic.

(Dp 25%) 12.32 mic.

(Dp 75%) 77.06 mic.

粒径 V%





SK LASER MICRON SIZER 7000N

REC.NO:190

試料名 : t=32:00hr.
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/10/23
測定者 : Y.KUMAHARA
フルイ : シタ
フルイカット : 0
任意粒径 : NO
備考 : Delson's Sample

-比表面積-

8169.7cm²/cm³

-平均粒径-

29.80 mic.

(Dp 25%)

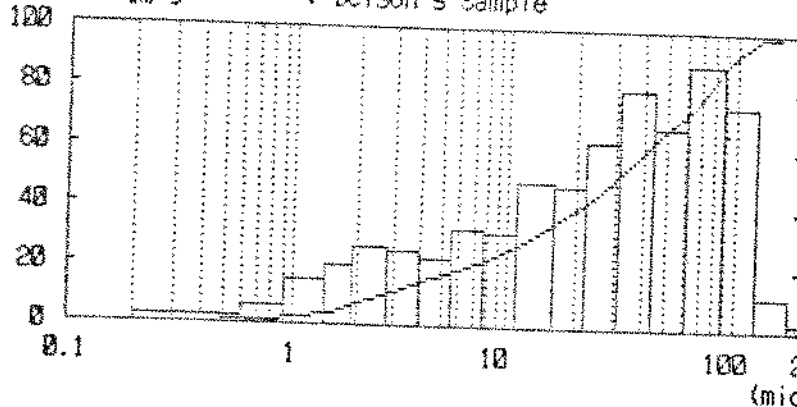
9.31 mic.

(Dp 75%) 66.35 mic.

粒径

V%

(%)



1	0.1	0.0
2	0.2	0.0
3	0.4	0.3
4	0.6	0.7
5	0.8	1.3
6	1.0	2.1
7	1.5	4.3
8	2.0	7.4
9	3.0	11.5
10	4.0	14.8
11	6.0	18.8
12	8.0	23.1
13	12.0	28.9
14	16.0	34.8
15	24.0	44.2
16	32.0	52.2
17	48.0	66.8
18	64.0	74.3
19	96.0	90.9
20	128.0	98.8
21	192.0	100.0

SK LASER MICRON SIZER 7000S

REC.NO:191

試料名 : t=48:00hr.
分散媒 : Water
分散条件 : U.S.Disper. 2min
測定日 : 1989/10/23
測定者 : Y.KUMAHARA
フルイ : シタ
フルイカット : 0
任意粒径 : NO
備考 : Delson's Sample

-比表面積-

8266.4cm²/cm³

-平均粒径-

29.27 mic.

(Dp 25%)

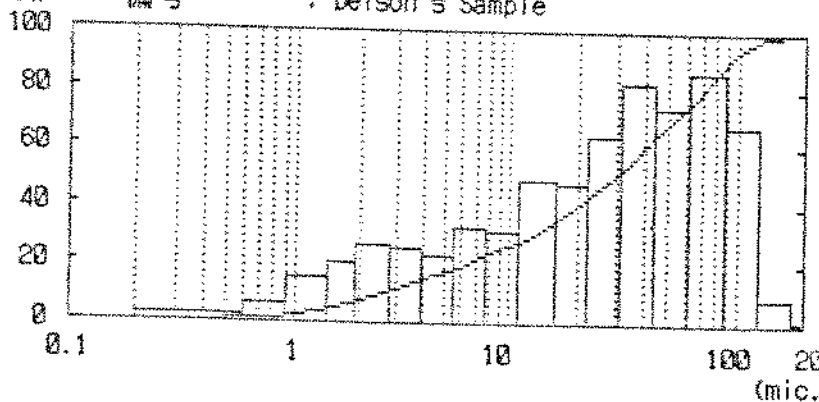
9.10 mic.

(Dp 75%) 61.66 mic.

粒径

V%

(%)



1	0.1	0.0
2	0.2	0.0
3	0.4	0.3
4	0.6	0.7
5	0.8	1.3
6	1.0	2.1
7	1.5	4.4
8	2.0	7.5
9	3.0	11.7
10	4.0	15.0
11	6.0	19.1
12	8.0	23.4
13	12.0	29.2
14	16.0	35.1
15	24.0	44.6
16	32.0	52.8
17	48.0	68.0
18	64.0	76.2
19	96.0	92.2
20	128.0	99.0
21	192.0	100.0



4- FUSÃO DE QUARTZO PELO MÉTODO DE VERNEUIL:

Em geral, nos fornos de Verneuil por chama, utilizados pelas indústrias para fusão de quartzo, o pó de quartzo é injetado no fluxo do gás (combustível ou comburente) antes deste atingir o queimador, de modo a se ter o pó espalhado dentro da chama, facilitando-se a fusão e diminuindo-se as perdas do material. Nesse sistema, o tipo de queimador exerce um papel fundamental, sendo o projeto e a confecção do mesmo próprios de cada indústria. Ainda hoje, a maioria dos queimadores são construídos em *quartz glass* artesanalmente, tendo-se por isso um alto custo, além de não serem encontrados comercialmente.

A tecnologia de fusão em *quartz glass* pelo método de Verneuil foi transferida através do canal de cooperação Brasil - Japão, entre o GIRIN - Government Industrial Research Institute of Nagoya, pertencente ao AIST - Agency of Industrial Science and Technology, MITI - Ministry of International Trade and Industry e a UNICAMP, Faculdade de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia de Materiais, Laboratório de Quartzo.

Para facilitar o processo de transferência, optou-se pela construção de um forno de Verneuil simplificado, dando ênfase ao mecanismo e controle dos diversos parâmetros da fusão. O trabalho inicial foi realizado em Nagoya, com a participação de pesquisadores do Laboratório de Quartzo. Posteriormente, o protótipo deste forno de Verneuil foi reproduzido na UNICAMP.

Neste trabalho, os parâmetros básicos das condições de fusão, incluindo dois tipos de chamas (H_2/O_2 e GLP/O_2) e o controle da temperatura de fusão, foram testados usando-se diversos tipos de pós, bem como um pó comercial, próprio para fusão em *quartz glass*.

4.1- PROJETO E MONTAGEM DE UM FORNO SIMPLIFICADO DE VERNEUIL E A RELAÇÃO DOS EQUIPAMENTOS UTILIZADOS NO ESTUDO DA FUSÃO DE QUARTZO:

4.1.1- FORNO SIMPLIFICADO DE VERNEUIL: Com a orientação de especialistas do BIRIN, e de empresas do Japão, foram definidos vários parâmetros no projeto do forno de Verneuil simplificado como:

- Rotação do tarugo em fusão: 10 a 50 rpm;
- Velocidade de descida do tarugo: 0 a 100 mm/h (para o tarugo na posição vertical);
- Fluxo de pó de quartzo de 0 a 10 g/min.

Desse modo, foi projetado e montado um forno de Verneuil simplificado, dotado de três sistemas de acionamento: um para controlar a rotação do tarugo em fusão de modo a se ter uma distribuição uniforme da temperatura e material adicionado; outro para controlar a velocidade de descida do tarugo para compensar o acréscimo de material no topo do mesmo, de tal forma a se ter a cabeça do tarugo sempre no foco da chama; e um sistema para controlar o fluxo de pó a ser adicionado à chama.

No modelo reproduzido na UNICAMP, a rotação e a velocidade de descida do tarugo em fusão são acionados por motores elétricos de corrente contínua e controlados através de uma fonte dc. de tensão variável. O pó de quartzo é armazenado num recipiente apropriado, localizado acima da câmara do forno, sendo o fluxo do pó acionado por um vibrador eletro-magnético e controlado por uma fonte ac. de tensão variável.

A câmara do forno foi construída com dimensões internas de 150 x 200 x 250 mm (largura x profundidade x altura) com tijolos isolantes e

montadas sobre uma estrutura de cantoneiras.

A sequência de fotos da figura 4-1, mostram o conjunto do forno montado, com detalhes da câmara do forno, do controlador de fluxo do pó, do sistema de acionamento (rotação e descida do tarugo) e da posição dos maçaricos em relação ao tarugo em fusão.

No estudo da fusão do quartzo foram utilizados, além do forno de Verneuil simplificado, os equipamentos:

4.1.2- MEDIDORES DE VAZÃO: Para o controle da mistura dos gases e do tamanho da chama, na faixa de 4 a 25 l/min.;

4.1.3- PIRÔMETRO ÓPTICO: Modelo PYROSTAR MODEL IR U da Chino, dotado de três faixas de temperaturas: L + 700 a 1300°C; M + 1000 a 2000°C e H + 1400 a 3500°C. O pirômetro foi calibrado, fornecendo uma precisão em torno de 5°C na temperatura próxima a 1700°C.

4.1.4- ESPECTRÔMETRO DE INFRA-VERMELHO: Modelo FT/IR 5M da Jasco (espectros obtidos pela transformada de Fourier);

4.1.5- ESPECTRÔMETRO DE ULTRA-VIOLETA: da Hitachi.

4.2- INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS OPERACIONAIS DO FORNO DE VERNEUIL SIMPLIFICADO NA FUSÃO DO QUARTZO:

O início da fusão neste tipo de forno requer uma base sobre a qual o pó em fusão possa ser adicionado para formar o tarugo, tendo-se utilizado como base, pequenas placas de *quartz glass* com dimensões aproximadas de 25 x 25 x 3mm, coladas no topo de um tubo, também de *quartz glass*, sendo o tubo montado sobre o eixo rotatório.

Nos primeiros testes de fusão com o forno, observou-se que para

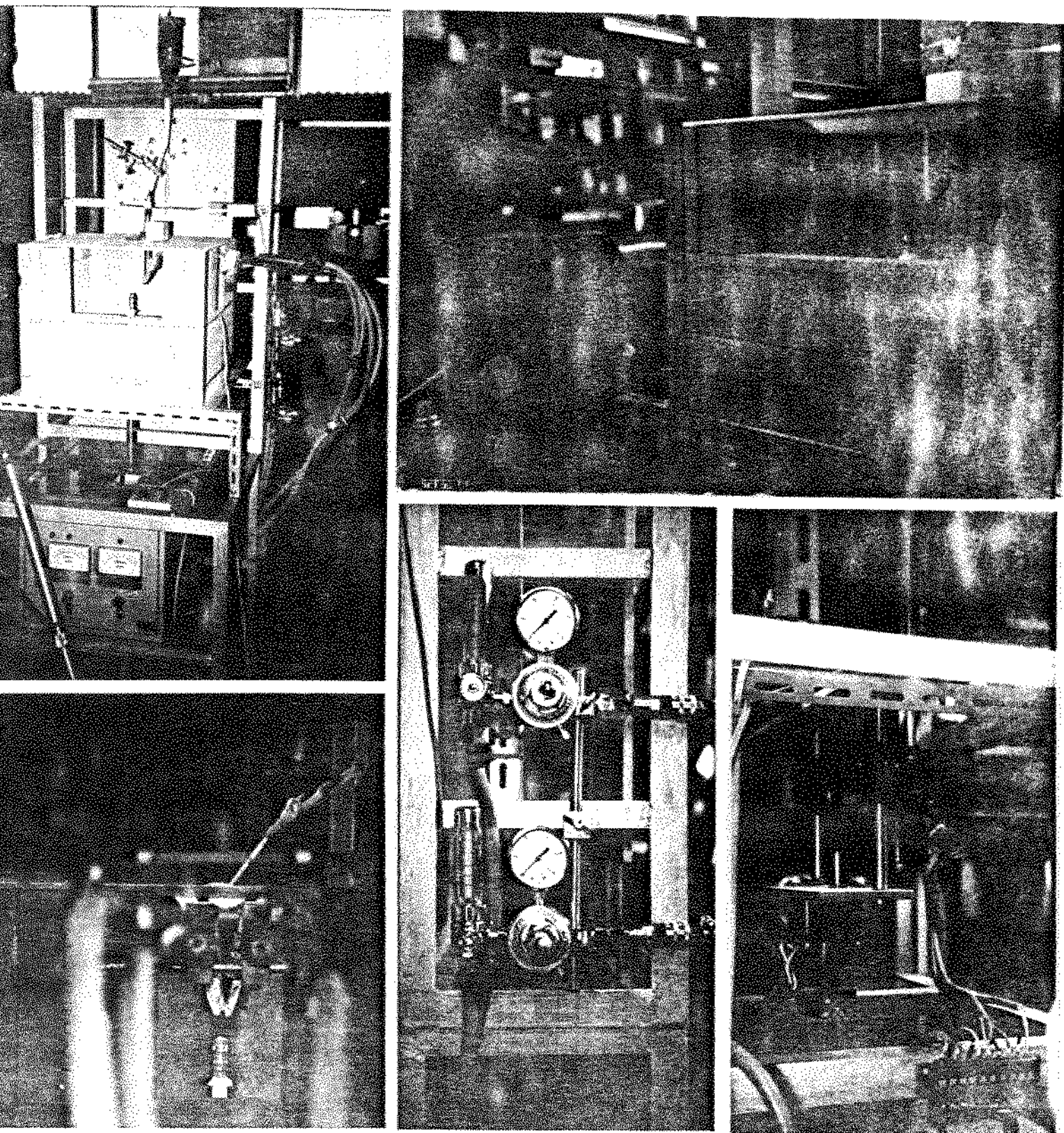


Figura 4-1. Forno de Verneuil Simplificado, com detalhes da Câmara de Fusão, dos Queimadores e dos Sistemas de Acionamentos

facilitar o começo da formação do tarugo, de modo a se ter uma distribuição mais uniforme, radialmente ao eixo de rotação, na adição do pó em fusão, era necessária a presença de uma pequena "semente de fusão" no centro da placa para formar o eixo de rotação. Assim passou-se a colar sobre a placa de *quartz glass* um pequeno bloco de quartzo como mostrado na figura 4-2. O tamanho da "semente de fusão" não é um fator crítico, desde que seja suficiente para formar uma pequena saliência sobre o eixo de rotação capaz de captar o pó adicionado

Ainda nos testes preliminares, observou-se que os fatores mais influentes na fusão e na formação do tarugo são:

- A quantidade de pó adicionado à chama e à sua distribuição dentro da chama;
- A velocidade de rotação do tarugo em fusão;
- A temperatura e a mistura da chama (oxidante ou redutora).

Os estudos da influência desses fatores na fusão do quartzo estão detalhadas nos sub-ítem a seguir

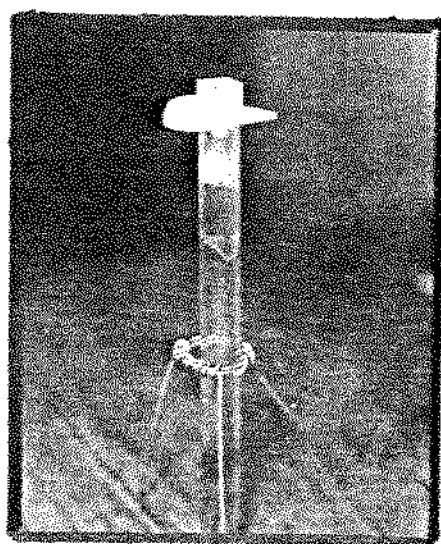


Figura 4-2. Detalhe da Base para início da fusão.



4.2.1- ESTUDO DO FLUXO DO PÓ E SUA DISTRIBUIÇÃO DENTRO DA CHAMA EM FUNÇÃO DA POSIÇÃO DOS QUEIMADORES:

No processo utilizado, o pó é adicionado à chama após a combustão, sendo a distribuição e a quantidade de pó captado pelo fluxo da chama dependente da posição de entrada do pó na chama, como mostra o esquema da figura 4-3, onde o perfil da distribuição tracado é uma representação da observação visual do pó dentro da chama.

Maior eficiência na captação do pó é obtida quando se consegue posicionar a entrada do pó na chama na posição do esquema central da figura 4-3., onde se observa também uma distribuição mais homogênea do pó dentro da chama. Essa posição deve ser encontrada na prática durante a fusão, pois ela depende também do tamanho da chama.

No método de Verneuil por chama é importante que os grãos de quartzo fluam dentro da chama de modo a se fundir antes de atingir o tarugo e, quanto maior a temperatura que os grãos fundidos atingirem, diminuindo sua viscosidade, maior é a probabilidade desses grãos "grudarem" no tarugo se misturando à massa do mesmo.

Para se aumentar a eficiência na captação do pó pela chama, utilizou-se dois queimadores, sendo a adição do pó feito na confluência das chamas. Aqui, a posição relativa (ângulo θ) entre os queimadores também influenciam no rendimento da captação do pó e na distribuição deste dentro da chama, como esquematizado na figura 4-4.

A medida em que se aumenta o ângulo θ a distribuição do pó se torna mais concentrada no eixo de rotação, quando vista pelo perfil A e mais espalhada quando vista pelo perfil B, formando um leque (o perfil da distribuição - gaussiana - esboçada é apenas uma representação da observação visual do fluxo do pó dentro da chama)

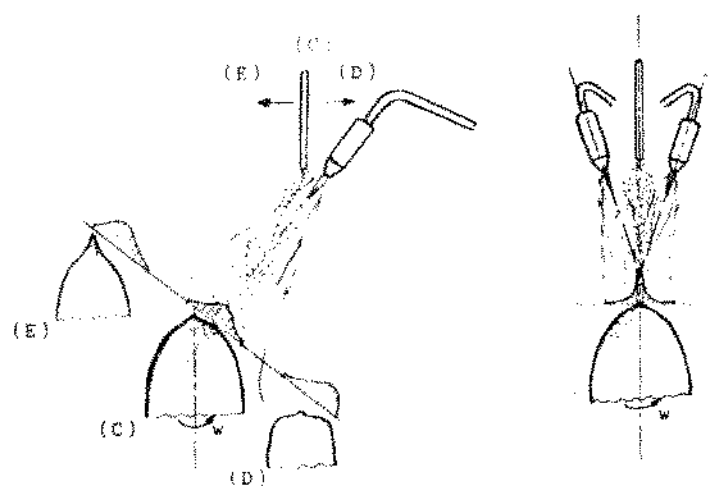


Figura 4-3. Perfil da Distribuição do Pó Dentro da Chama em função da Posição de Entrada do Pó.

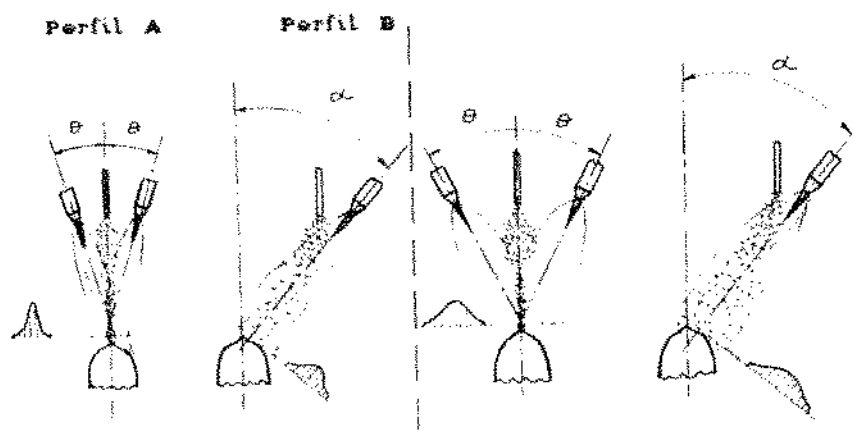


Figura 4-4. Perfil da Distribuição do Pó Dentro da Chama em função da Posição Relativa dos Queimadores.

Para as condições de fusão utilizadas, a distribuição do pó na forma de leque é preferível, evitando-se que um grão seja adicionado sobre outro durante a mesma volta do tarugo, pois a adição de um grão sobre outro sem que o primeiro tenha tido tempo de se difundir na superfície do tarugo causa o aprisionamento de bolhas de ar. Um aumento no ângulo θ causa também um espalhamento no foco da chama diminuindo a temperatura do tarugo e dificultando a fusão. Assim sendo, deve-se encontrar um ponto de equilíbrio, que neste caso ocorreu para θ entre 10 e 15 graus.

Para uma deposição mais homogênea dos grãos sobre o tarugo e para facilitar a formação do cilindro, o ângulo de incidência da chama, com relação ao plano vertical, α , foi variado obtendo-se as melhores condições para α em torno de 35 graus. A distância entre os queimadores e a cabeça do tarugo em fusão depende do tamanho da chama utilizada, determinante da temperatura do tarugo em fusão. Nos testes realizados essa distância pôde ser variada entre 40 e 60 mm sem grandes alterações no processo de fusão.

4.2.2- INFLUÊNCIA DA VELOCIDADE DE ROTACÃO DO LINGOTE EM FUSÃO:

No método de Verneuil, a rotação do tarugo em fusão é necessária para uma distribuição uniforme da temperatura e do material adicionado, sendo um fator importante para se evitar a formação de bolhas no tarugo em fusão. Quando a rotação é muito elevada os grãos adicionados à superfície do tarugo não tem tempo suficiente para se

difundir na superfície durante uma volta, sendo adicionado outro grão sobre ele; por outro lado, uma rotação muito lenta exige um baixo fluxo de pó para se evitar a sobreposição de grãos numa mesma volta, diminuindo o rendimento da fusão.

A rotação do tarugo em fusão deve ser "sincronizada" com a quantidade de pó adicionado, de modo que durante uma volta os grãos tenham tempo de se difundir no tarugo e que se evite ao máximo a sobreposição dos grãos numa mesma volta. O esquema da figura 4-5. e as fotografias da figura 4-6. permitem uma visualização de como ocorre a adição do pó no tarugo durante a fusão, onde a melhor faixa de rotação encontrada, para a operação deste forno, foi entre 10 e 20 rpm..

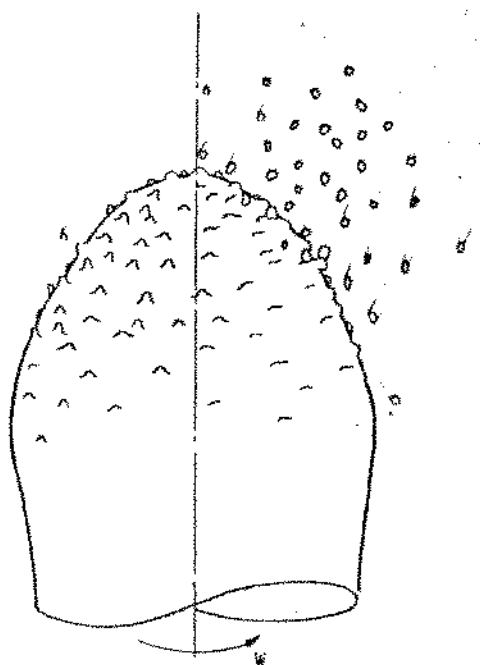


Figura 4-B. Esquema de como o pó é adicionado sobre o tarugo em fusão.

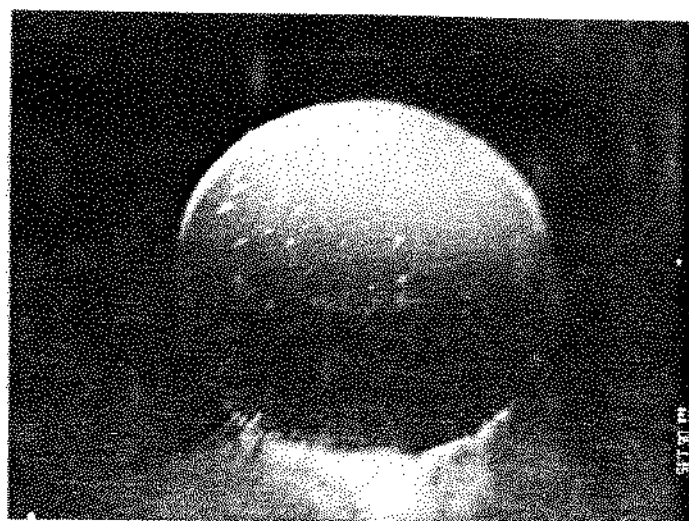
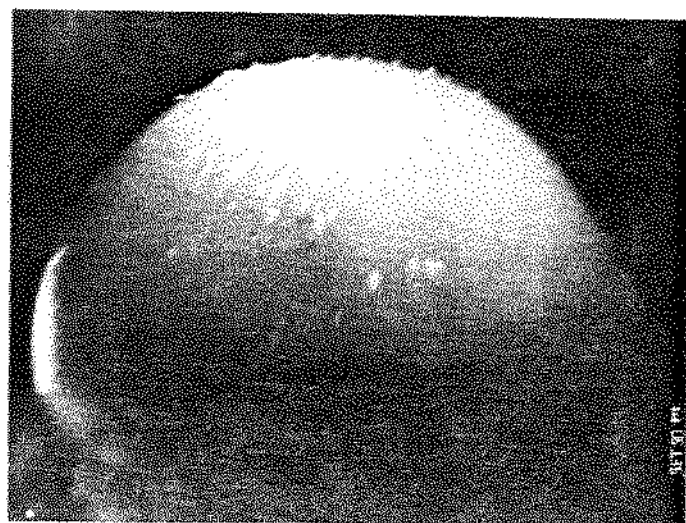


Figura 4-6. Detalhe dos Tarugos em fusão.



4.2.3- INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE FUSÃO E DA MISTURA DOS GASES PARA CHAMAS DE H_2/O_2 E GLP/O_2 :

A rotação e o fluxo de pó são dependentes também da temperatura de fusão, uma vez que quanto maior a temperatura menor é a viscosidade do quartzo fundido, diminuindo o tempo de difusão dos grãos adicionados. A temperatura de fusão é talvez o principal parâmetro na obtenção do *quartz glass* influenciando na qualidade e propriedades do seu material, além de estar diretamente relacionado com o rendimento da fusão.

Nesse processo de fusão, mesmo partindo-se do pó de quartzo Alfa como matéria-prima, deve-se considerar o ponto de fusão da fase cristobalita devido à rápida conversão do quartzo Alfa em quartzo Beta a $573^\circ C$. O ponto de fusão da cristobalita se situa próximo a $1720^\circ C$, sendo a sua velocidade de fusão bastante lenta (mesmo à temperatura de $\sim 1770^\circ C$ um grão de quartzo de $100 \mu m$ de dimensão leva em torno de 5 minutos para se fundir completamente [3, 47]). Para se aumentar essa velocidade de fusão do quartzo, deve-se utilizar uma temperatura superior ao ponto de fusão da cristobalita, sendo maior a velocidade de fusão quanto maior for o sobreaquecimento utilizado. No entanto, o quartzo fundido à alta temperatura se torna reativo com a maioria dos materiais cerâmicos podendo-se contaminar facilmente. Uma das vantagens do método de Verneuil reside no fato do tarugo em fusão não necessitar de cadinho ou algum tipo de recipiente que possa reagir com a sílica em fusão.

No caso da obtenção do *quartz glass* pelo método de Verneuil a temperatura é normalmente medida por pirometria óptica devido às altas temperaturas que o tarugo em fusão pode atingir ($\sim 2000^\circ C$) e pela

dificuldade de se utilizar outros métodos em razão do próprio processo de fusão (tarugo em movimento)

Para se medir altas temperaturas com precisão por pirometria óptica, deve se conhecer a emissividade do tarugo de quartz glass e, uma vez que a emissividade depende do material e do formato do corpo, aliado ao fato do quartz glass ser transparente a uma larga faixa de comprimentos de onda que interfere na emissividade superficial do corpo, a obtenção de medidas de temperaturas exatas e precisas são bastantes complexas. Apesar da dificuldade de se obter a temperatura exata do tarugo de quartzo em fusão, a temperatura aparente obtida por pirometria óptica é suficiente para se estabelecer faixas de temperaturas ótimas de fusão, para um valor de emissividade pré-estabelecido (método utilizado no controle da temperatura pela maioria das indústrias de quartz glass).

Na determinação da melhor faixa de temperatura e da melhor mistura dos gases da chama para operar o forno construído, foram realizados diversas experiências de fusão utilizando-se chamas de H_2/O_2 e GLP/ O_2 , em diferentes misturas de enriquecimento e em diferentes temperaturas de fusão.

Na primeira série de fusão, foram fixados os seguintes parâmetros operacionais:

- Fluxo do pó de alimentação de aproximadamente 1,5 g/min.;
- Velocidade de rotação do tarugo de 20 rpm;
- Distância entre os queimadores e a cabeça do tarugo de ~40 mm;
- Ângulo α de aproximadamente 35° ;
- Temperatura aparente do lingote em fusão de 1400, 1470 e $1540^\circ C$;
- Chama de H_2/O_2 nas proporções de 1,8/1; 2,0/1 e 2,2/1.

Considerando-se a relação estequiométrica dos gases de combustão como $2H_2 + 10O_2 \rightarrow 2H_2O$ temos:

1,8/1 → chama oxidante;

2,0/1 → chama neutra e

2,2/1 → chama redutora.

Para estes testes de fusão utilizou-se um pó de quartzo comercial, próprio para uso em fusão, produzido pela Kyushu Ceramics e cujas especificações estão relacionadas na tabela 4-I.. Antes da utilização desse pó no forno de Verneuil, foi realizada a micrografia nos seus grãos e o teste de fusão no pó, como o descrito no item 3.1. Aqui, observou-se a presença de micro-inclusões nos grãos e a formação de pequenas bôlhas nos grãos fundidos, com dimensões geralmente menores que $10 \mu m$, como o verificado na micrografia da figura 3-5..

A temperatura do tarugo em fusão foi medido com o pirômetro óptico Chino Pyrostar sem se fazer a correção pelo fator da emissividade, ou seja, mediu-se a temperatura aparente correspondente à emissividade unitária. O controle da temperatura do tarugo foi obtido em função do tamanho da chama, através da regulação da vazão dos gases na proporção pré-estabelecida. As temperaturas foram medidas na cabeça do tarugo, na posição indicada pela figura 4-7..

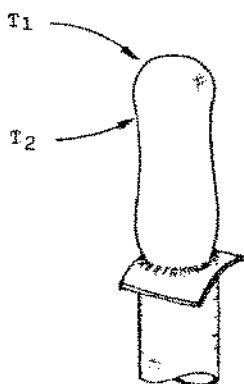


Figura 4-7. Pontos de tomadas das medidas de temperaturas.

Tabela 4-1. Concentração de impurezas do pó de quartzo fornecido pela Kyushu Ceramics:

ELEMENTO	Al	Fe	Na	K	Li	Ca	Ti
CONC. [PPM]	6	0,3	0,9	0,4	0,3	0,2	4,5

Impurezas medidas com AAS.

Granulometria: <80 mesh.

Na figura 4-8. (e 4-9.) têm-se a representação dos tarugos fundidos para as diferentes condições de fusão utilizadas. As amostras foram denominadas de A x-y (e B x-y), onde:

A representa os tarugos fundidos em chama de H_2/O_2 ;

(B representa os tarugos fundidos em chama de GLP/O_2);

x é o índice para as diferentes temperaturas de fusão e

y é o índice para as diferentes misturas de gases.

Para chama de H_2/O_2 pode-se observar visualmente a influência da temperatura e da mistura dos gases no rendimento da fusão, tendo-se melhores resultados para temperaturas mais elevadas e para a mistura redutora.

Essa mesma série de experiências foi realizada para a chama de GLP/O_2 , com temperaturas de fusão de 1650, 1750 e 1850°C e proporção da mistura GLP/O_2 de 1,00/1; 1,25/1 e 1,66/1.

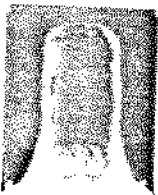
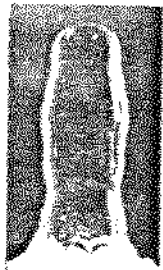
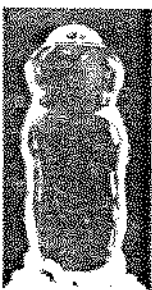
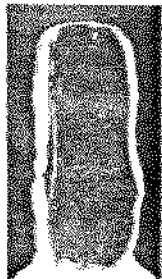
Considerando-se que o GLP é formado na sua maioria por propano (C_3H_8), a reação estequiométrica de combustão seria: $1C_3H_8 + 5O_2 \rightarrow 3CO_2 + 4H_2O$, indicando a proporção de 0,20/1 para a chama neutra. Devido às características dos queimadores e da baixa velocidade de chama do GLP/O_2 , não se conseguiu aumentar o fluxo de oxigênio além da proporção de 0,80/1 ocorrendo a extinção da chama para maiores fluxos de O_2 . Assim, foram adotados as proporções de GLP/O_2 entre 1,00/1 e



1,66/1

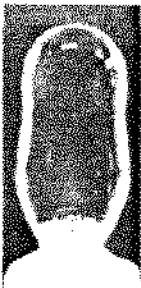
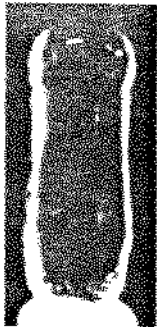
Os materiais obtidos com a chama de GLP/O₂ estão relacionados na figura 4-9., em função das suas condições de fusão. Nesta série de fusões, observou-se um melhor rendimento para misturas mais ricas em oxigênio ($Q_{GLP}/Q_{O_2} = 1,00/1$) e para temperaturas de fusão entre 1650 e 1750°C. Temperaturas de fusão muito elevadas diminuem a viscosidade do tarugo fazendo com que este perca a sua rigidez e dificultando a formação do cilindro, como observado na fusão dos tarugos obtidos à 1850°C.

Comparando-se os materiais fundidos em chamas de H₂/O₂ e GLP/O₂, os tarugos obtidos com chama de GLP/O₂ apresentam um melhor rendimento de fusão (tarugos maiores para um mesmo tempo de fusão).

$\frac{Q_{H_2}}{Q_{O_2}}$ $T_1(^{\circ}C)$	1,8/1	2,0/1	2,2/1
1.400	QH2=20,01/min. QO2=11,01/min. t=45min. T2=1.200°C A 1-1 	QH2=18,01/min. QO2= 9,01/min. t=50min. T2=1.200°C A 1-2 	QH2=17,51/min. QO2= 8,01/min. t=50min. T2=1.200°C A 1-3 
1.470	QH2=18,71/min. QO2=10,41/min. t=52min. T2=1.240°C A 2-1 	QH2=19,01/min. QO2= 9,51/min. t=53min. T2=1.200°C A 2-2 	QH2=21,51/min. QO2= 8,01/min. t=52min. T2=1.160°C A 2-3 
1.540	QH2=21,01/min. QO2=11,51/min. t=52min. T2=1.200°C A 3-1 	QH2=22,01/min. QO2=11,01/min. t=52min. T2=1.200°C A 3-2 	QH2=24,01/min. QO2=11,01/min. t=40min. T2=1.220°C A 3-3 

Escala 1:1

Figura 4-8. Tarugos Fundidos em Chama de H_2/O_2 , observado por inspeção óptica e com as respectivas Condições de Fusão.

$\frac{Q_{GLP}/Q_{O_2}}{T_1(^{\circ}C)}$	1,00/1	1,25/1	1,66/1
1.650	QGLP= 6,0l/min. QO2= 6,0l/min. t=50min. B 1-1 	QGLP= 6,9l/min. QO2= 5,5l/min. t=50min. B 1-2 	QGLP= 9,0l/min. QO2= 5,5l/min. t=50min. B 1-3 
1.750	QGLP= 7,0l/min. QO2= 7,0l/min. t=50min. B 2-1 	QGLP=11,0l/min. QO2= 9,0l/min. t=50min. B 2-2 	QGLP=12,5l/min. QO2= 7,5l/min. t=50min. B 2-3 
1.850	QGLP=12,0l/min. QO2=12,0l/min. t=50min. B 3-1 	QGLP=14,5l/min. QO2=11,5l/min. t=50min. B 3-2 	QGLP=16,5l/min. QO2=10,0l/min. t=50min. B 3-3 

Escala 1:1

Figura 4-9. Tarugos Fundidos em Chama de GLP/O₂, observado por inspectoscopia óptica e com as respectivas Condições de Fusão.



4.3- CARACTERIZAÇÃO DOS LINGOTES FUNDIDOS EM CHAMAS DE H_2/O_2 E GLP/O_2 :

Para se caracterizar melhor o material fundido, os tarugos foram observados por um processo semelhante à inspectoscopia óptica no ar, sendo posteriormente preparadas amostras para se realizar a espectroscopia de infra-vermelho e ultra-violeta, assim como as medidas de densidade.

4.3.1- INSPECTOSCOPIA ÓPTICA:

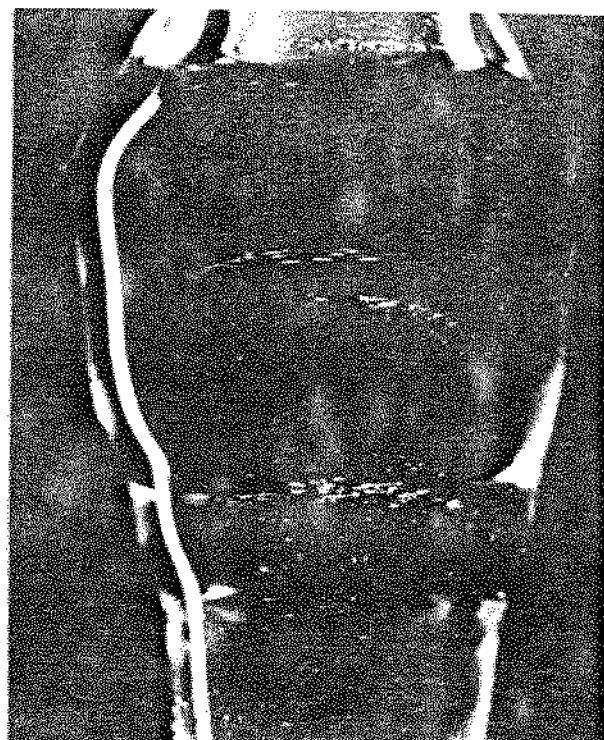
Para uma melhor visualização das bôlhas geradas no processo de fusão, os tarugos fundidos foram observados sob a incidência de um feixe de luz transversal ao plano de visão, de tal forma a se espalhar nas bôlhas, tornando-as visíveis mesmo à olho-nú. Por esse processo conseguiu-se observar bôlhas superiores a $\sim 50 \mu m$ de dimensão, como as da figura 4-8., 4-9. e mais detalhadamente, na figura 4-10. Uma vez que as bôlhas geradas no interior dos grãos, e que são portanto característicos da qualidade do pó, são geralmente menores que $10 \mu m$, as bôlhas observadas aqui são as relacionadas ao processo de fusão, isto é, aprisionadas durante o processo de fusão.

Nas fotos das figuras 4-8. e 4-9. observa-se que a formação de bôlhas diminui com o aumento da temperatura de fusão, tendo-se obtido tarugos mais limpos com chamas de GLP/O_2 .

Ao longo dos testes de fusão, verificou-se que a formação de bôlhas no material fundido se relaciona mais intensamente às variações

do fluxo de pó adicionado à superfície do tarugo do que aos outros parâmetros operacionais estudados (vide figura 4-6.), causando o aprisionamento de bôlhas, como pode ser notado na figura 4-10., pelas camadas de bôlhas geradas devido à essas variações.

.....



Ampliação: 3x

Figura 4-10. Detalhe das Bôlhas, observadas por Inspectoscopia óptica.

4.3.2- ESPECTROSCOPIA ÓPTICA NA REGIÃO DO INFRA-VERMELHO E DO ULTRA-VIOLETA:

Para caracterizar os tarugos de quartzo fundido obtidos com as chamas de H_2/O_2 e GLP/O_2 , quanto à transmitância na região do infra-vermelho e do ultra-violeta, os tarugos foram cortados na forma de bolachas, com espessura de aproximadamente 6mm, sendo suas faces desbastadas e polidas até a espessura final em torno de 4,5mm.

O corte foi realizado numa serra de fita diamantada, sendo o desbaste feito com pó abrasivo de SiC nas granulometrias de 320, 800 e 2000 mesh, sucessivamente, sobre uma base rotatória de ferro fundido. O acerto do paralelismo das faces, assim como o desbaste até a espessura final foi realizado com o pó de SiC de 2000 mesh e 4000 mesh, sobre uma placa de vidro plano. O polimento final, para dar transparência, foi feito com o pó de 4000 mesh ($\sim 3,5 \mu m$ de dimensão) sobre uma base rotatória forrada com feltro.

A espessura final das amostras constam nas tabelas 4-II e 4-III, tendo-se adotado as mesmas nomenclaturas utilizadas nas figuras 4-8 e 4-9, respectivamente, para a identificação das amostras.

A espectroscopia na região do infra-vermelho foi medido no equipamento da Jasco, modelo FT/IR 5M, fornecendo os espectros de transmitância pela transformada de Fourier. Os espectros foram limitados na faixa de 4300 a 2000 nm, sendo os mesmos anexados ao final deste capítulo.

No caso dos cristais e vidros de quartzo, a absorbância próximo ao comprimento de onda de 2700 nm ocorre devido às vibrações das moléculas de água e dos radicais OH livres na estrutura da sílica [1, 2, 12, 30, 58]. Uma vez que a absorbância na faixa do infra-vermelho



depende da quantidade de OH na estrutura, a concentração do OH pode ser determinado a partir da transmitância no comprimento de onda de $\lambda = 2,7 \mu\text{m}$ em relação à transmitância da linha de base, tomada no comprimento de onda de $\lambda = 4,0 \mu\text{m}$ [30, 58, 59, 64] através da expressão:

$$\text{CONC. OH [PPM]}_{\text{vl}} = (100/D) \times \text{Log}(T_b/T_m) \quad (4-1)$$

sendo: D a espessura da amostra medida em cm;

T_b a transmitância da linha de base medida em percentagem;

T_m a transmitância para $\lambda = 2,7 \mu\text{m}$ medida em percentagem.

A concentração dos radicais OH foram calculados com base na expressão acima, sendo listados nas tabelas 4-II e 4-III, onde se observa, para as amostras fundidas em chama de H_2/O_2 , uma pequena influência do enriquecimento da mistura da chama, assim como da temperatura de fusão, na incorporação de OH durante a fusão, sendo maior a concentração de OH quanto mais redutora for a mistura da chama e maior for a temperatura de fusão. Para os tarugos fundidos em chama de GLP/O_2 , a concentração de OH se verificou menor para misturas mais redutoras e obtendo-se melhores resultados (menor incorporação de OH) na temperatura de fusão aparente de 1700°C .

Comparando-se os espectros da transmitância na faixa de $\lambda = 2,7 \mu\text{m}$, observa-se que as amostras fundidas com chama de GLP/O_2 têm uma melhor transparência na região do infra-vermelho, apresentando aproximadamente a metade da concentração de OH que as amostras fundidas em chama de H_2/O_2 .

Além da transmitância na região do infra-vermelho, foi analisado também a transmitância na região do ultra-violeta, abrangendo a faixa de 850 a 190 nm. Os espectros de U-V obtidos estão relatados no final



Tabela 4-II Concentração de OH das amostras fundidas em chama de H_2/O_2 , determinados à partir dos espectros de transmitância no comprimento de onda de $2,7 \mu m$:

AMOSTRAS	A-1.1	A-1.2	A-1.3	A-2.1	A-2.2	A-2.3	A-3.1	A-3.2	A-3.3
D [cm]	0,2556	0,2550	0,2520	0,2555	0,2556	0,2566	0,2563	0,2549	0,2551
T_b [%]	92	86	90	86	82	80	85	80	79
T_m [%]	18,3	15,4	9,2	12,9	11,7	14,2	10,4	9,2	10,0
[OH] [PPM] _{wt}	274	293	393	322	331	293	356	368	352
ρ [g/cm ³]	2,1965	2,1980	2,1978	2,1942	2,1928	2,1983	2,1970	2,1991	2,1972

D - espessura média das amostras;

T_b - transmitância da linha de base;

T_m - transmitância no comprimento de onda de $2,7 \mu m$;

[OH] - concentração de OH;

ρ - densidade das amostras fundidas.

Tabela 4-III. Concentração de OH das amostras fundidas em chama de GLP/O_2 , determinados à partir dos espectros de transmitância no comprimento de onda de $2,7 \mu m$

AMOSTRAS	B-1.1	B-1.2	B-1.3	B-2.1	B-2.2	B-2.3	B-3.1	B-3.2	B-3.3
D [cm]	0,4506	0,4508	0,4483	0,4492	0,4500	0,4506	0,4516	0,4501	0,4501
T_b [%]	96	96	93	82	95	96	94	94	94
T_m [%]	10,0	7,1	12,1	10,8	16,7	25,0	7,5	11,2	25,0
[OH] [PPM] _{wt}	281	249	198	196	168	130	243	205	128
ρ [g/cm ³]	2,1991	2,1989	2,1983	2,2002	2,2029	2,1992	2,2016	2,2062	2,2039



deste capítulo, onde não se observa uma diferença significativa entre os espectros para as diferentes condições de fusão analisadas. No entanto, as amostras A-2.1, A-2.2 e A-3.1 mostram uma absorbância ligeiramente superior que as demais amostras, para comprimentos de onda inferiores a 500 nm, sendo essas mesmas amostras as que apresentaram uma maior concentração de bôlhas observadas na figura 4-8.

Em termos da transmitância, tanto na faixa do infra-vermelho como do ultra-violeta, os tarugos fundidos em chamas de H_2/O_2 e GLP/O_2 no forno de Verneuil simplificado apresentam espectros de transmitância equivalentes ao do espectro do quartzo fundido óptico comercial, não se observando restrições quanto ao uso da chama de GLP/O_2 na fusão do quartzo, como pode-se comparar pelas especificações técnicas de um quartzo fundido comercial anexados ao final deste capítulo.

4.3.3- MEDIDAS DE DENSIDADES:

Foram realizados também, medidas de densidade pelo método de Arquimedes, em todas as amostras fundidas. Os dados de densidade relatados nas tabelas 4-II e 4-III são os resultados médios de três medidas realizados em cada amostra, onde não-se observa uma variação significativa nos valores de densidade para as diversas condições de fusão, sendo que a densidade média das amostras fundidas com chama de GLP/O_2 se apresentou superior à média das amostras fundidas em chama de H_2/O_2 ($\delta = 2,2010$ e $\delta = 2,1997$ g/cm³ respectivamente).

Normalmente as variações de densidade nos vidros de quartzo



ocorrem principalmente como função da concentração de impurezas (presença de metais de transição) responsáveis pelos centros de cores. No entanto, nesses estudos de fusão, utilizou-se uma matéria-prima de baixa concentração de impurezas (vide tabela 4-1), sendo a variação de densidade média observada, provavelmente devido a outros fatores, como por exemplo, a presença de bôlhas; pois, numa análise qualitativa, as amostras que apresentam valores de densidade menores correspondem às amostras com maiores concentrações de bôlhas, como observados nas figuras 4-8. e 4-9.

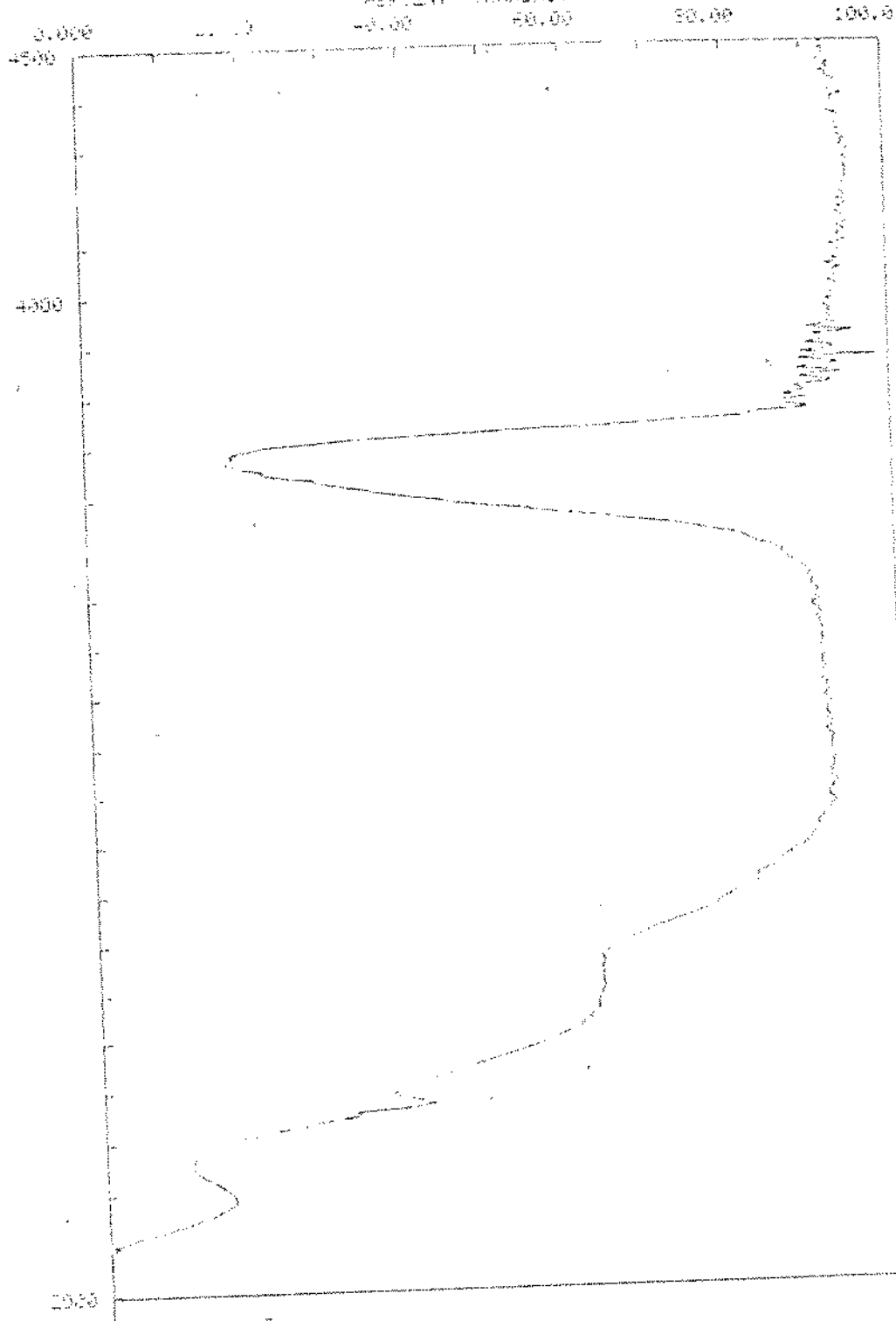


ESPECTROS DE INFRA-VERMELHO E ULTRA-VIOLETA DAS
AMOSTRAS FUNDIDAS EM CHAMAS DE H_2/O_2 E GLP/ O_2



ANDSTRA: 0-1.1
(SAMPLE)

PERCENT TRANSMITTANCE

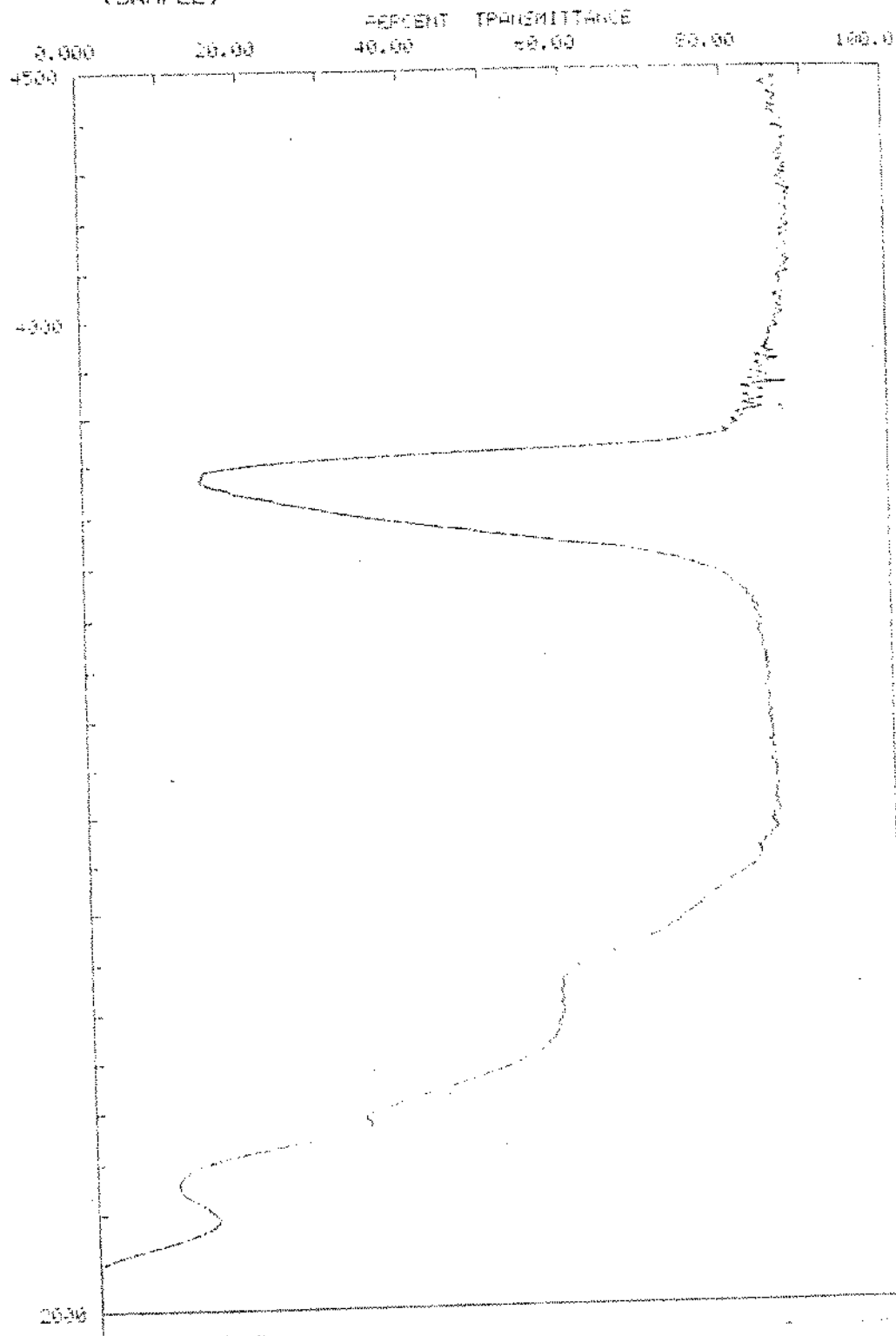




LINCOLN, MASS.

AMOSTRA: A-1.2
(SAMPLE)

100.00
90.00
80.00
70.00
60.00
50.00
40.00
30.00
20.00
10.00
0.00

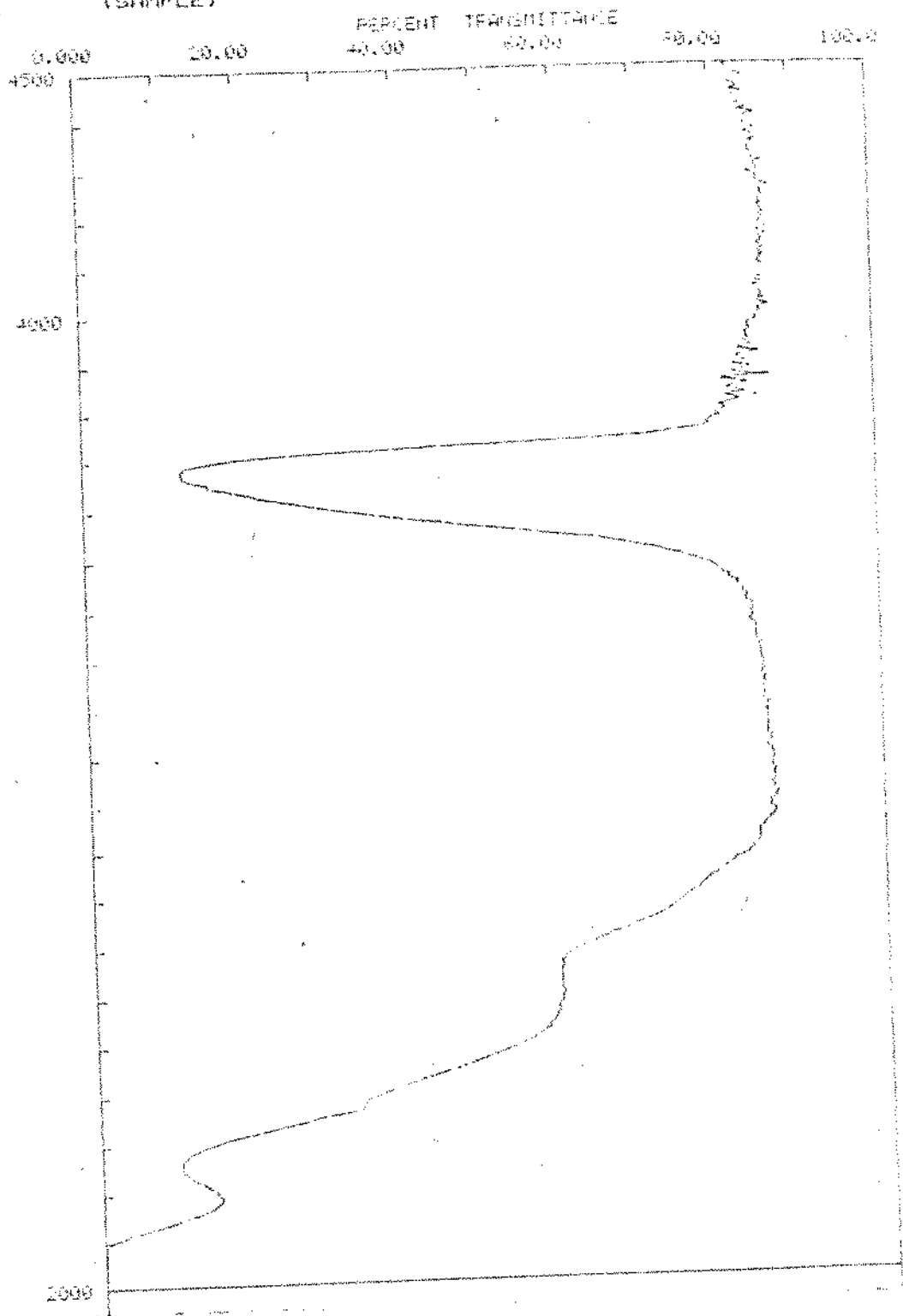




UNCLASSIFIED

100.00
90.00
80.00
70.00
60.00
50.00
40.00
30.00
20.00
10.00
0.00

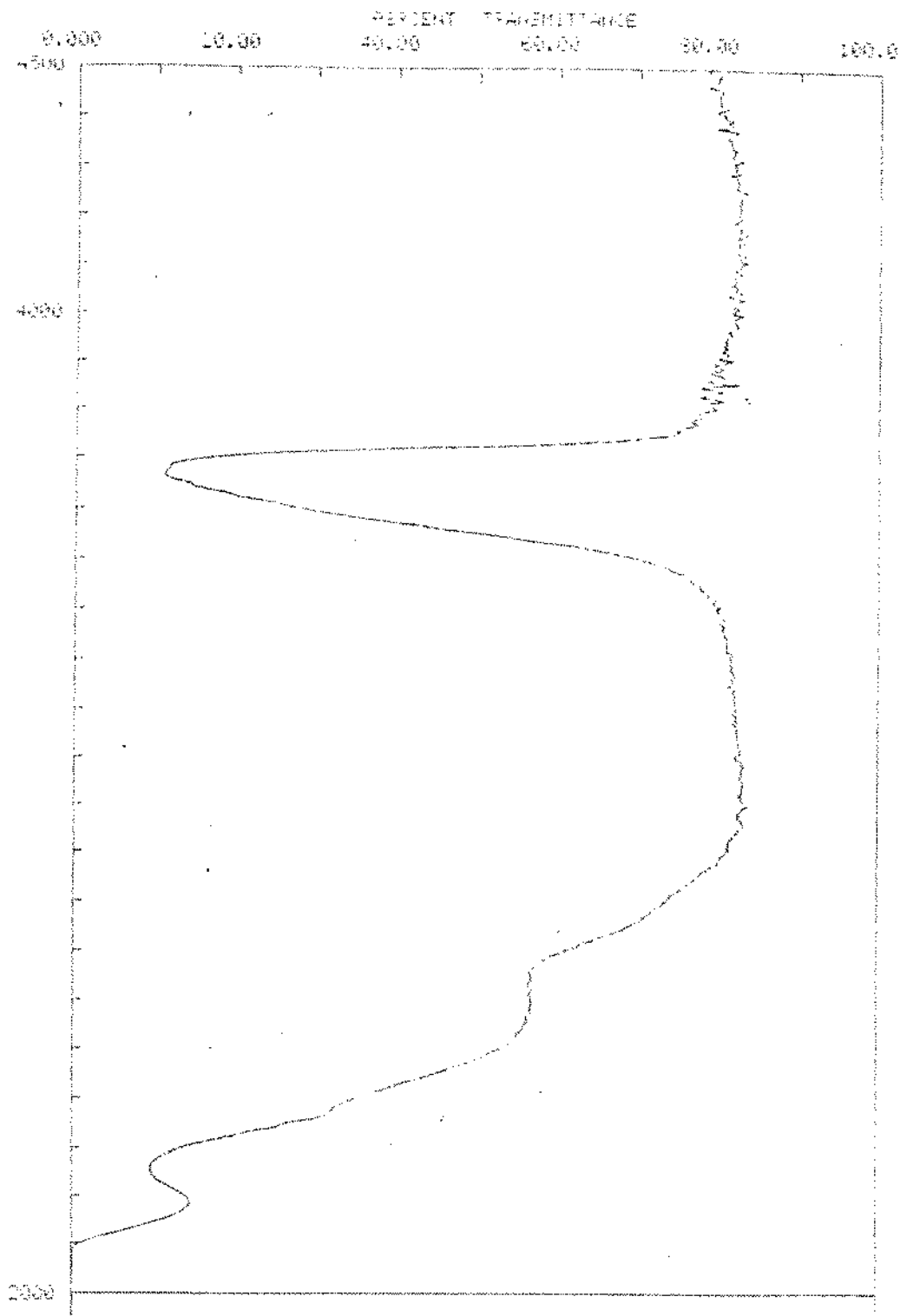
SAMPLE: A-2.1
(SAMPLE)

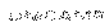




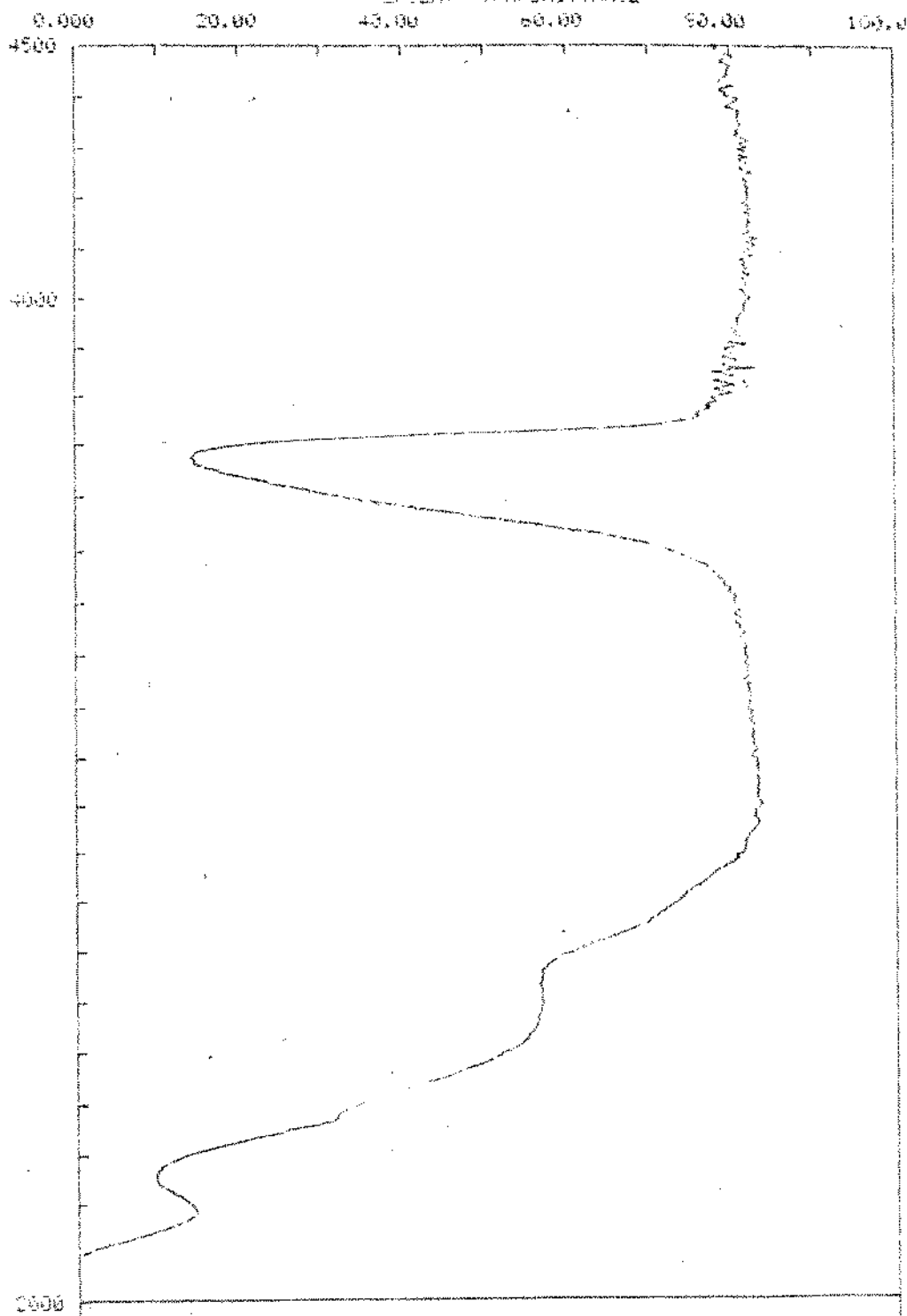
100.00
90.00
80.00
70.00
60.00
50.00
40.00
30.00
20.00
10.00
0.00

AMOSTRA: A-2.2
(SAMPLE)



[illegible]

PERCENT TRANSMITTANCE

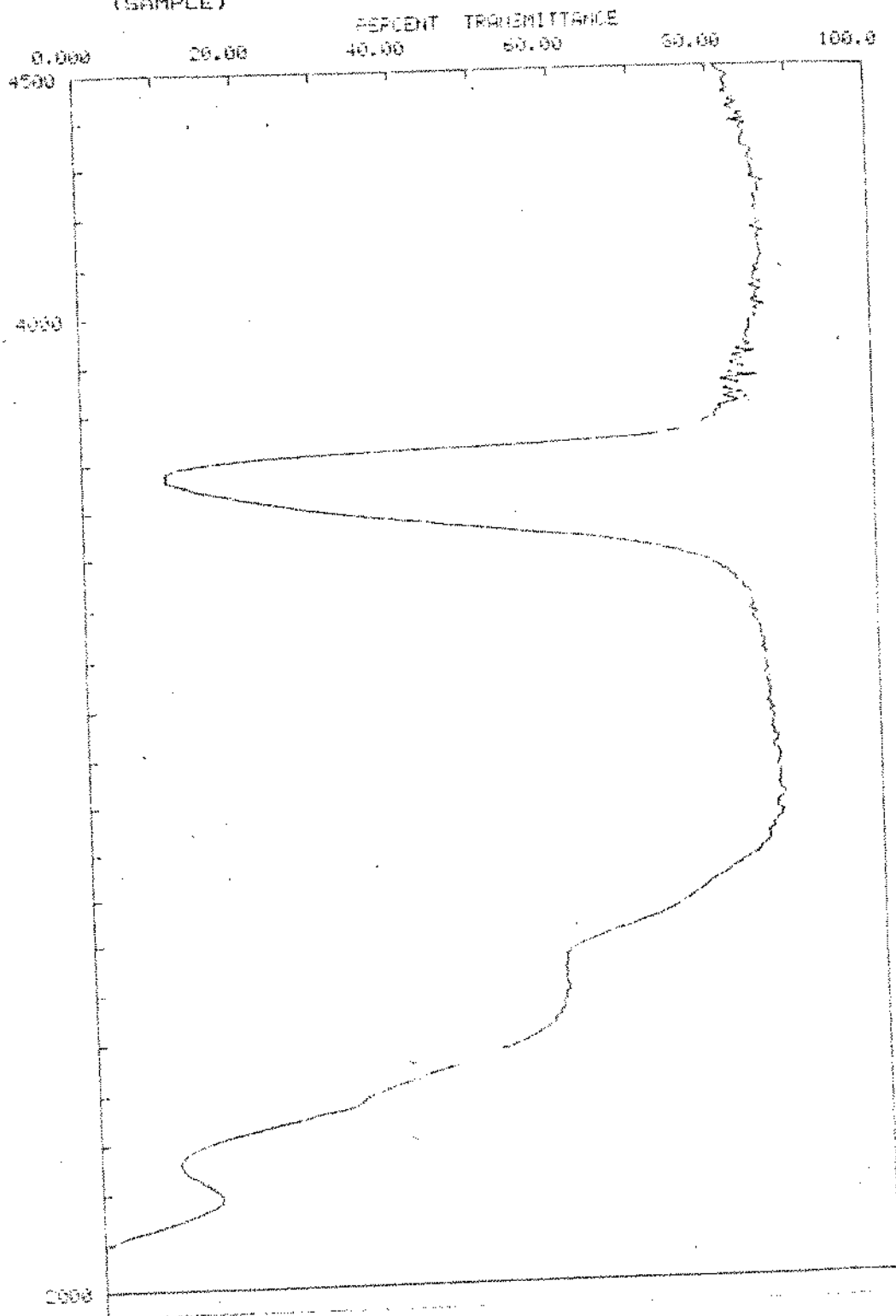




UNCLASSIFIED

100.00
99.99
99.98
99.97
99.96
99.95
99.94
99.93
99.92
99.91
99.90
99.89
99.88
99.87
99.86
99.85
99.84
99.83
99.82
99.81
99.80
99.79
99.78
99.77
99.76
99.75
99.74
99.73
99.72
99.71
99.70
99.69
99.68
99.67
99.66
99.65
99.64
99.63
99.62
99.61
99.60
99.59
99.58
99.57
99.56
99.55
99.54
99.53
99.52
99.51
99.50
99.49
99.48
99.47
99.46
99.45
99.44
99.43
99.42
99.41
99.40
99.39
99.38
99.37
99.36
99.35
99.34
99.33
99.32
99.31
99.30
99.29
99.28
99.27
99.26
99.25
99.24
99.23
99.22
99.21
99.20
99.19
99.18
99.17
99.16
99.15
99.14
99.13
99.12
99.11
99.10
99.09
99.08
99.07
99.06
99.05
99.04
99.03
99.02
99.01
99.00

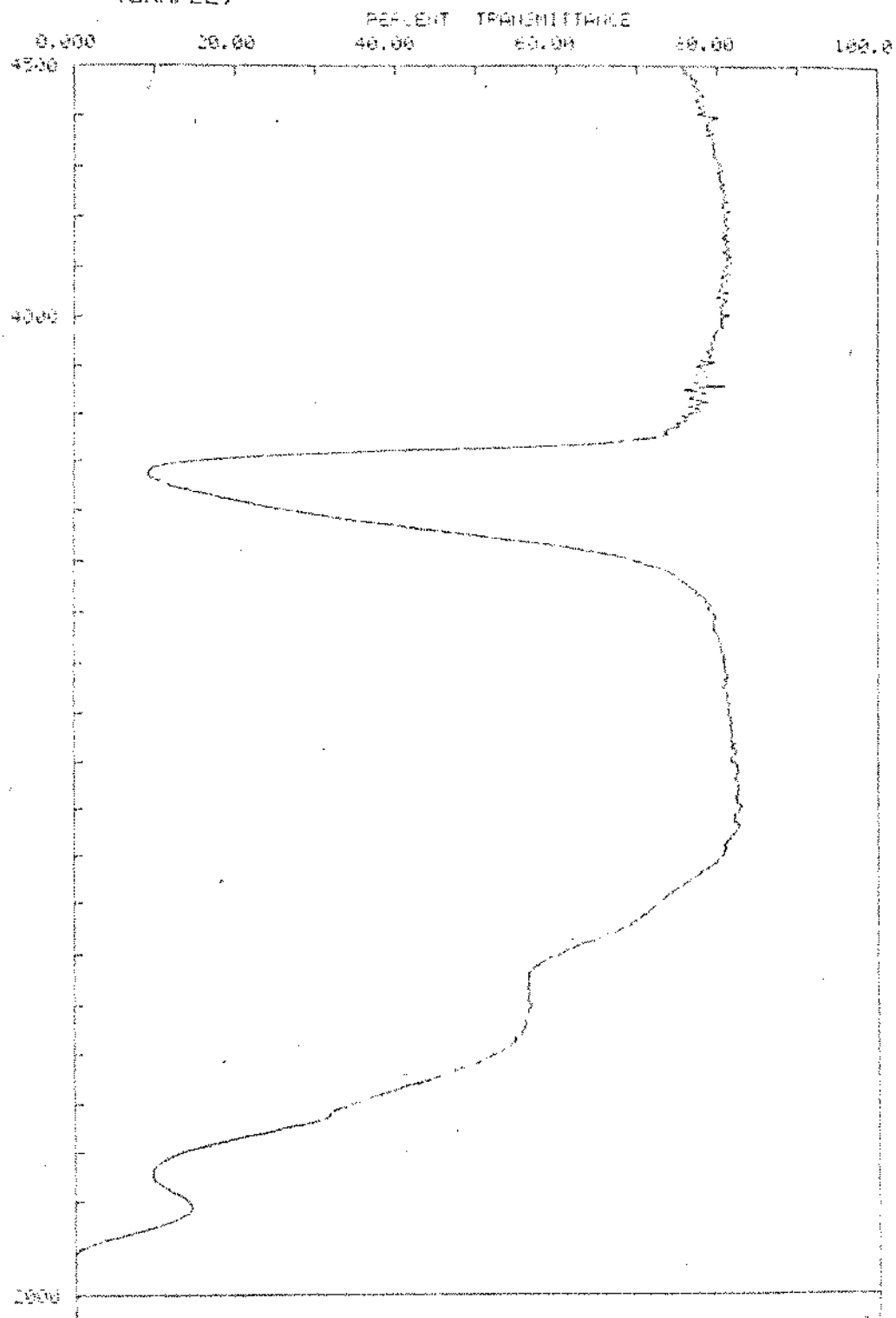
ANDSTRA: A-3.1
(SAMPLE)

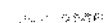




AMOSTRA: A-3.2
(SAMPLE)

WAVELENGTH (nm)	TRANSMITTANCE (%)
200	100
210	100
220	100
230	100
240	100
250	100
260	100
270	100
280	100
290	100
300	100
310	100
320	100
330	100
340	100
350	100
360	100
370	100
380	100
390	100
400	100
410	100
420	100
430	100
440	100
450	100
460	100
470	100
480	100
490	100
500	100
510	100
520	100
530	100
540	100
550	100
560	100
570	100
580	100
590	100
600	100
610	100
620	100
630	100
640	100
650	100
660	100
670	100
680	100
690	100
700	100
710	100
720	100
730	100
740	100
750	100
760	100
770	100
780	100
790	100
800	100





50

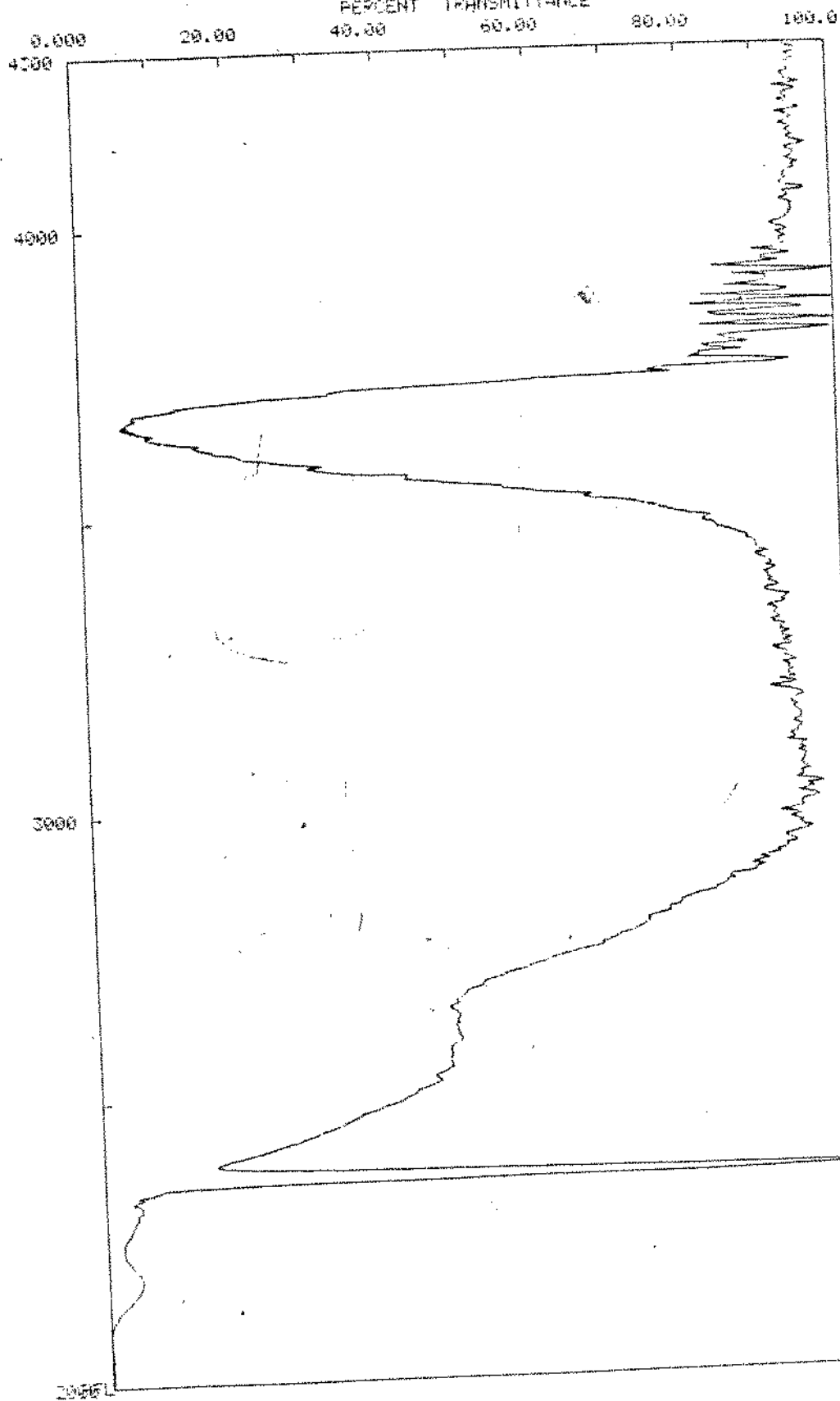
116



UNICAMP

AMQSTRA: B-1.2
(SAMPLE)

PERCENT TRANSMITTANCE





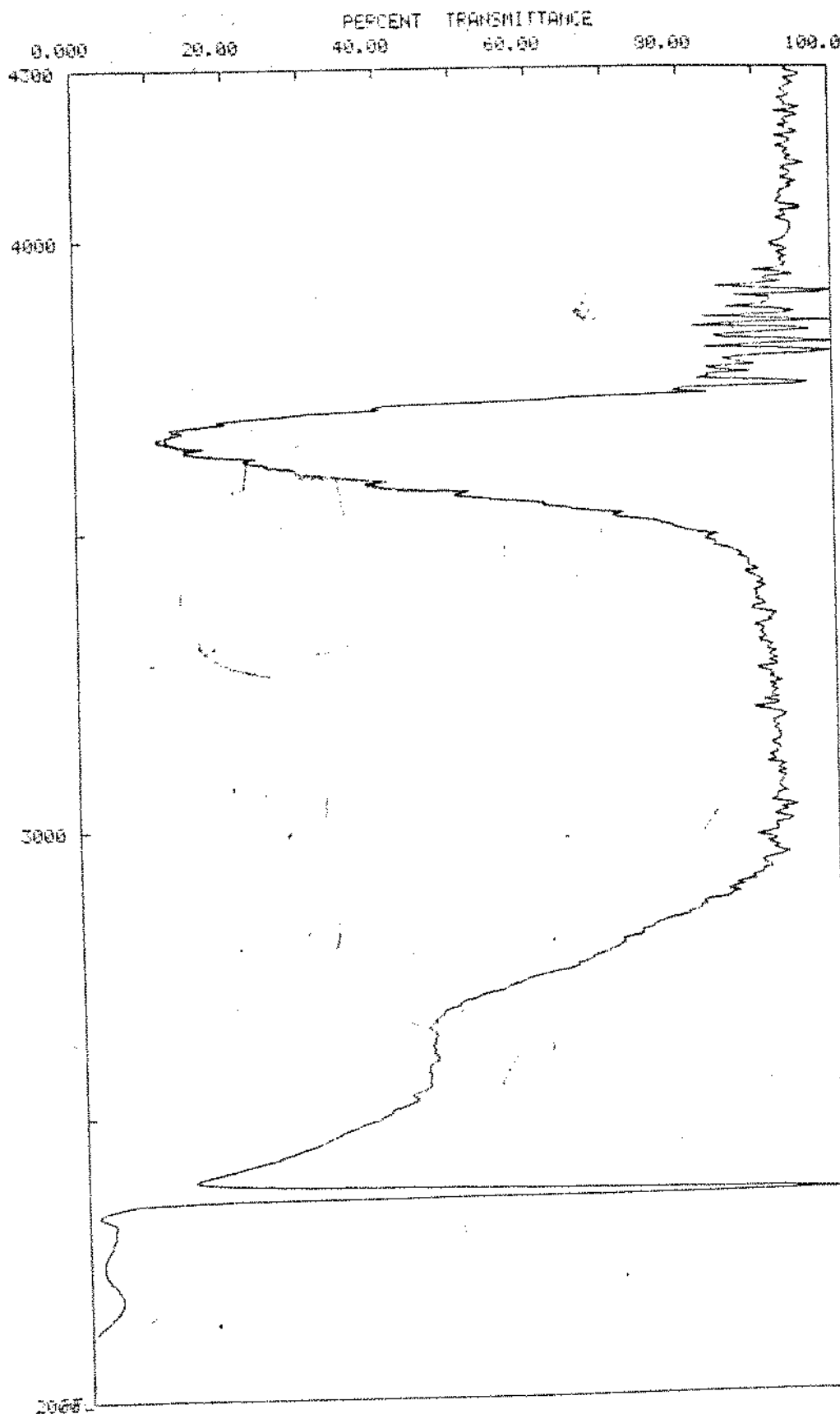
UNICAMP
UNICAMP

UNICAMP
UNICAMP

UNICAMP
UNICAMP

UNICAMP
UNICAMP

AMOSTRA: B-1.3
(SAMPLE)





AMOSTRA: B-2.1
(SAMPLE)

WAVE
LENGTH

CM

WAVE
LENGTH

CM

WAVE
LENGTH

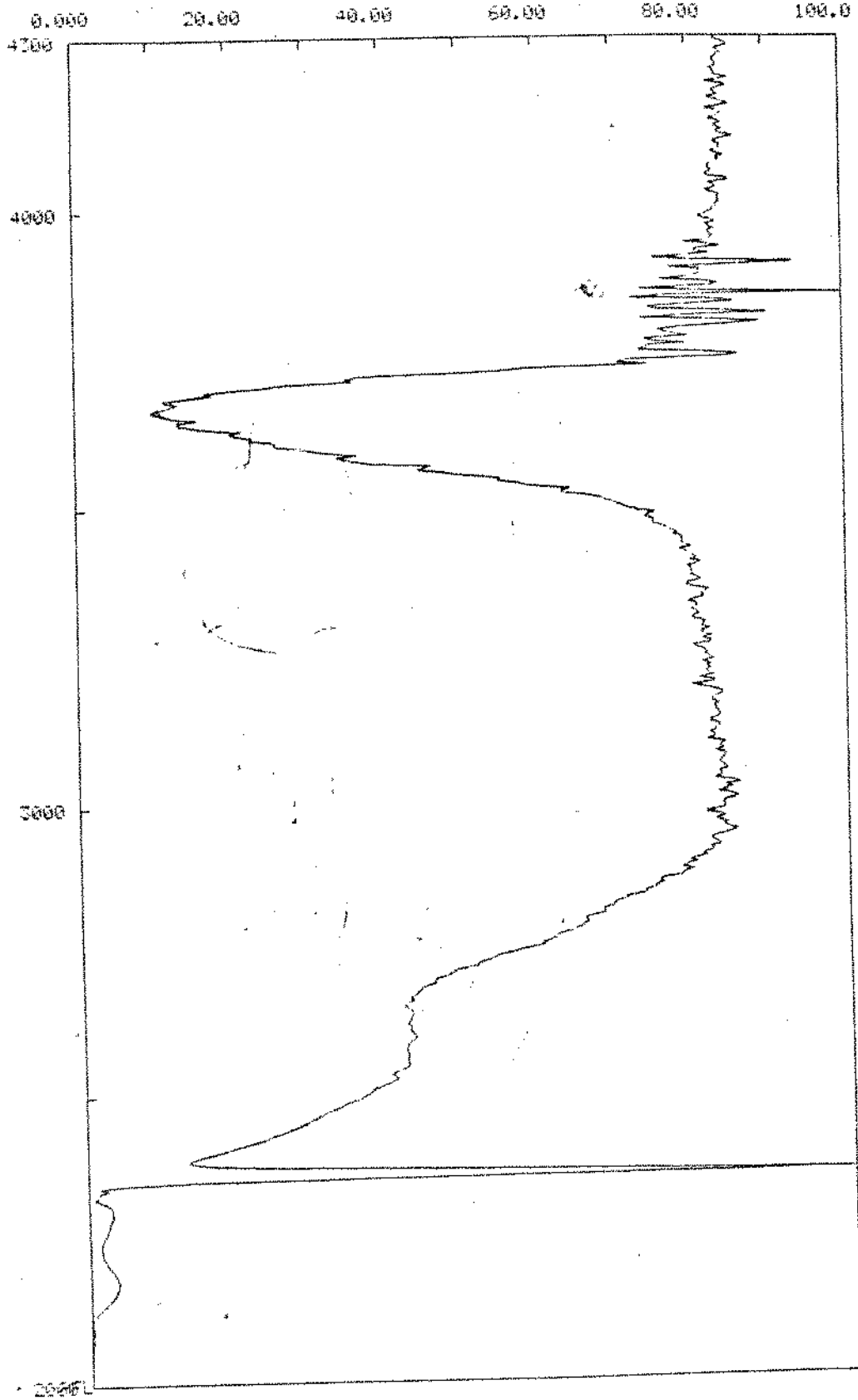
CM

WAVE
LENGTH

CM

WAVE
LENGTH

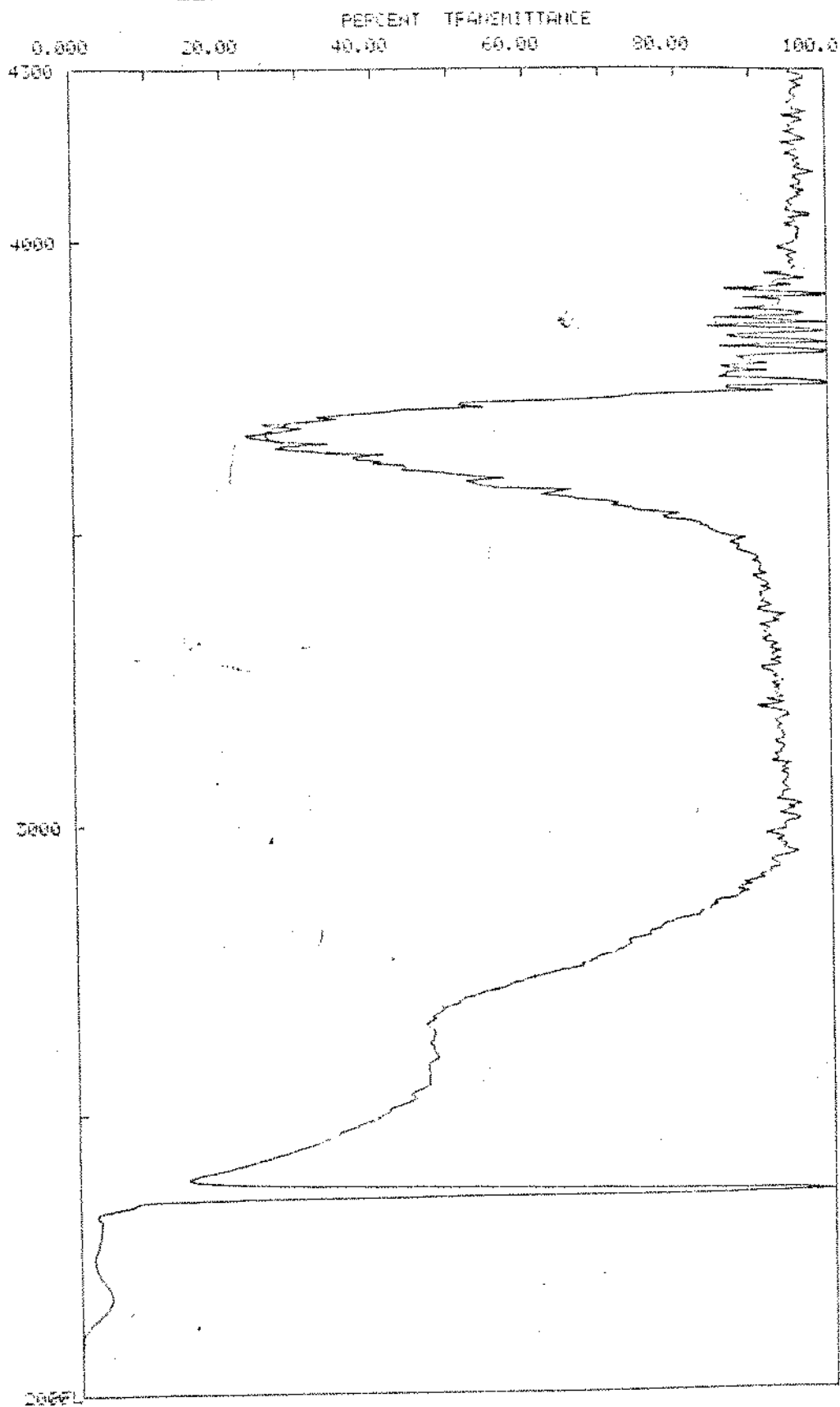
PERCENT TRANSMITTANCE





AMOSTRA: D-2.3
(SAMPLE)

Wavenumber (cm ⁻¹)	Transmittance (%)
1600	100
1500	100
1450	100
1400	100
1350	100
1300	100
1250	100
1200	100
1150	100
1100	100
1050	100
1000	100
950	100
900	100
850	100
800	100
750	100
700	100
650	100
600	100





AMOTKA: 8-3.1
(SAMPLE)

100.00

80.00

60.00

40.00

20.00

10.00

5.00

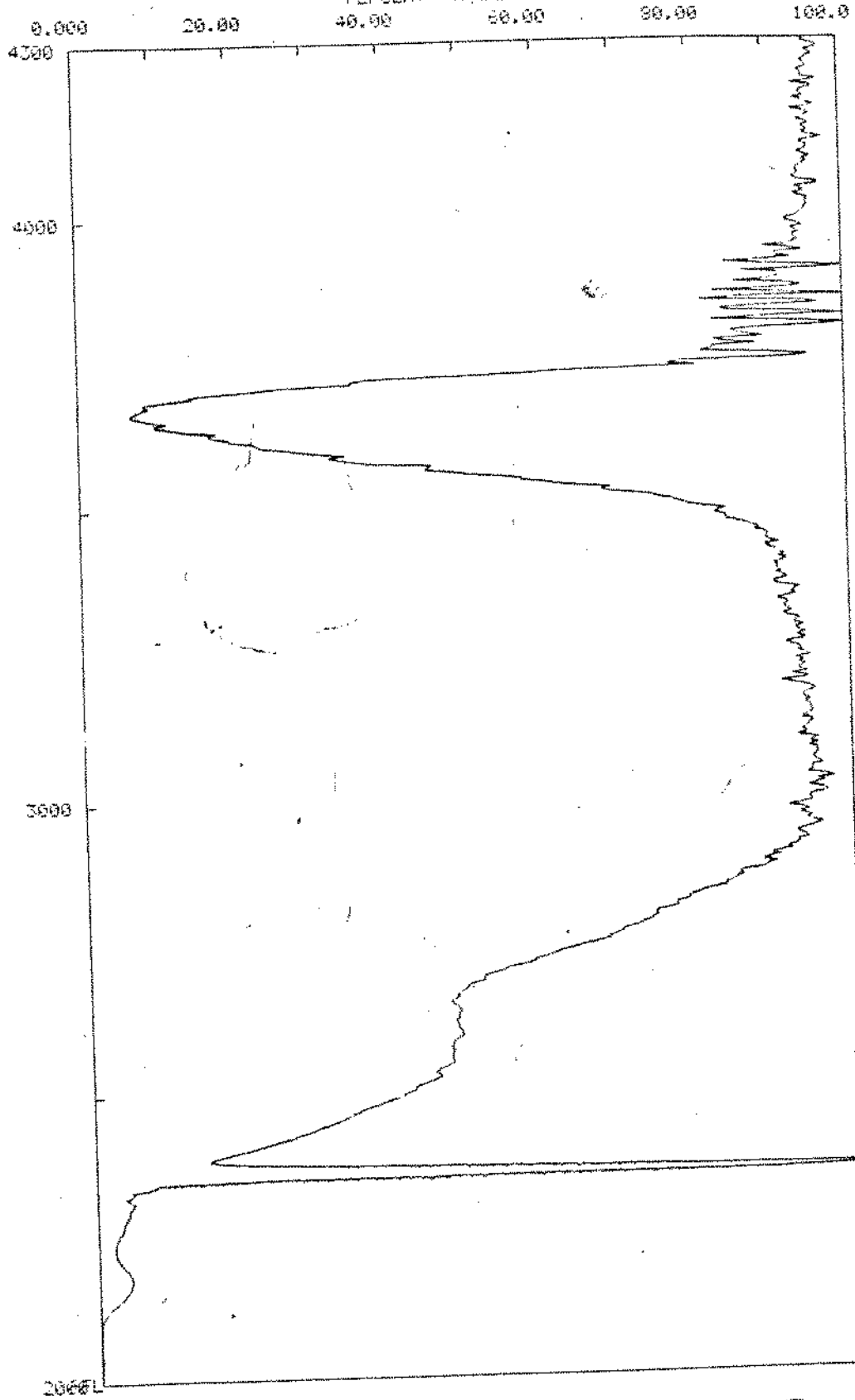
2.00

1.00

0.50

0.25

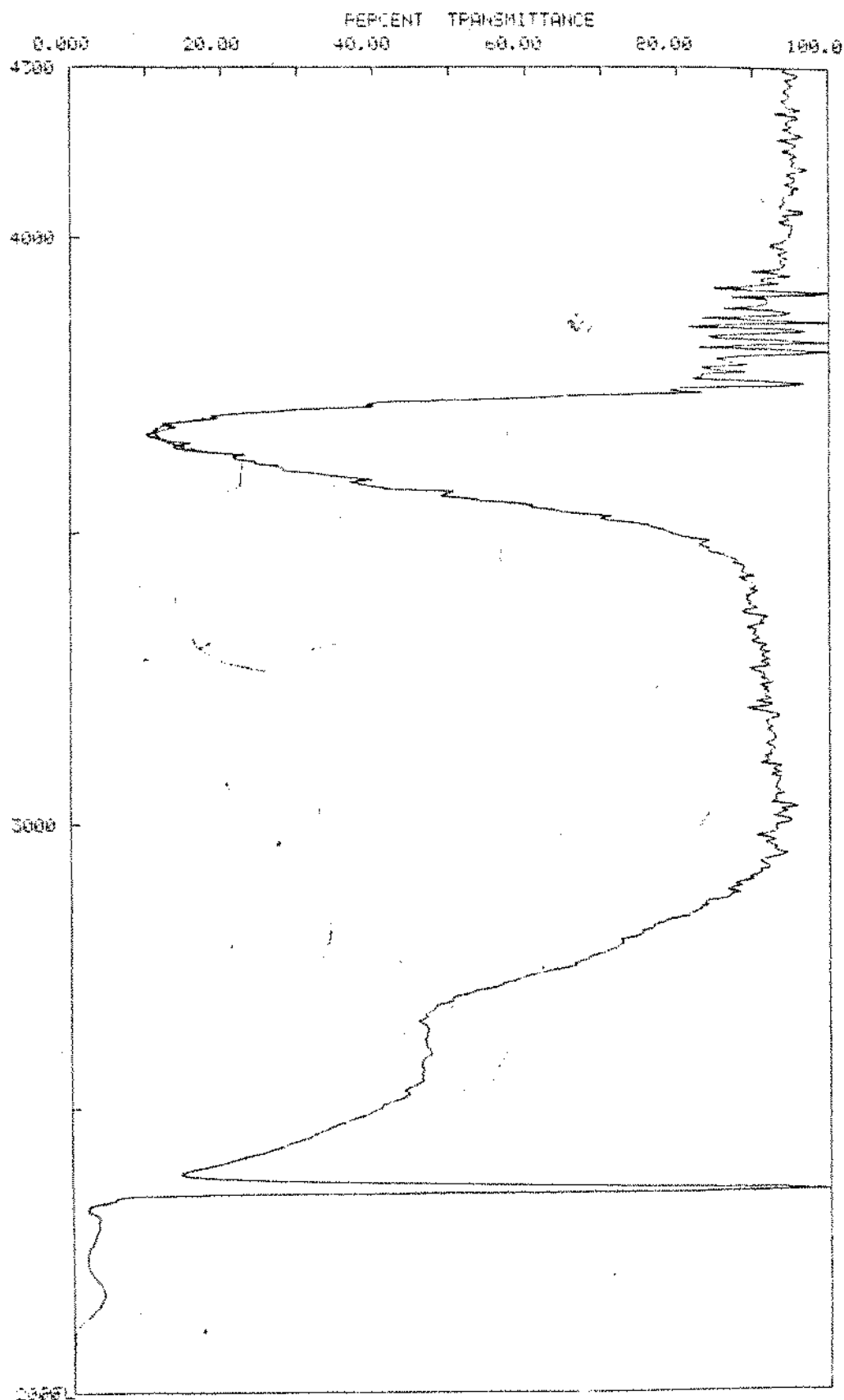
PERCENT TRANSMITTANCE





AMOSTRA: D-3.2
(SAMPLE)

100.00
90.00
80.00
70.00
60.00
50.00
40.00
30.00
20.00
10.00
0.00





Sheet NO.

SAMPLE

AMOSTRA A 1-1

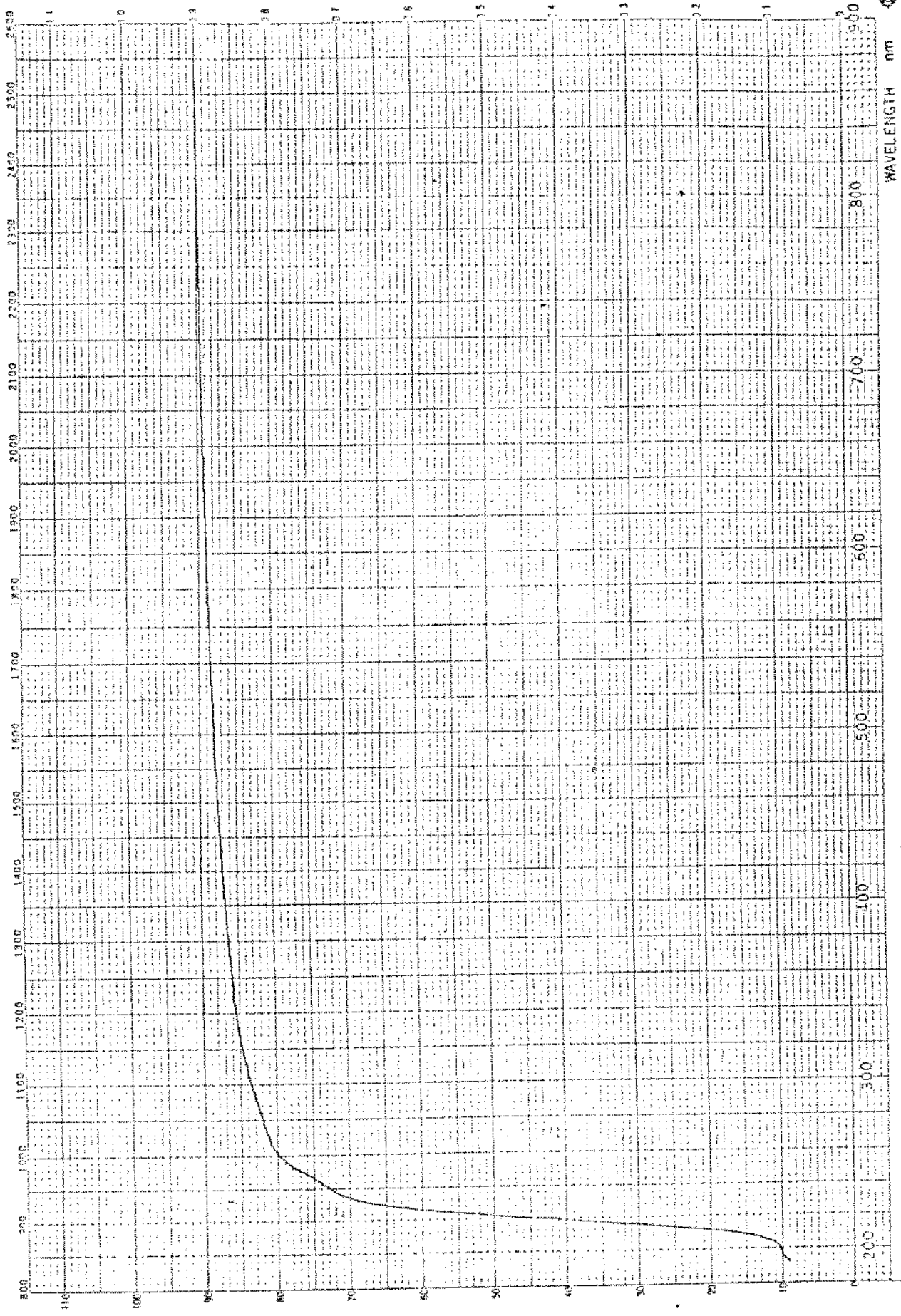
SCALE
ABS
%T
E
RANGE
UV-VIS
NIR
SCAN TIME

FEED BACK
DYESENSE
SLIT
SLIT
SENS
PHOTOMUL
PDS
ANALYST

DATE
03-07-20

CHART NO
140-1073

HITACHI





UNICAMP

Sheet NO.

SAMPLE

AMOSTRA A 1-B

SCALE

ABS

FT

E

RANGE

UV-VIS

NIR

SCAN TIME

1.813

FEED BACK

D-CODE

SLIT

SLIT

nm

SENS

PHOTOMUL

PBS

ANALYST

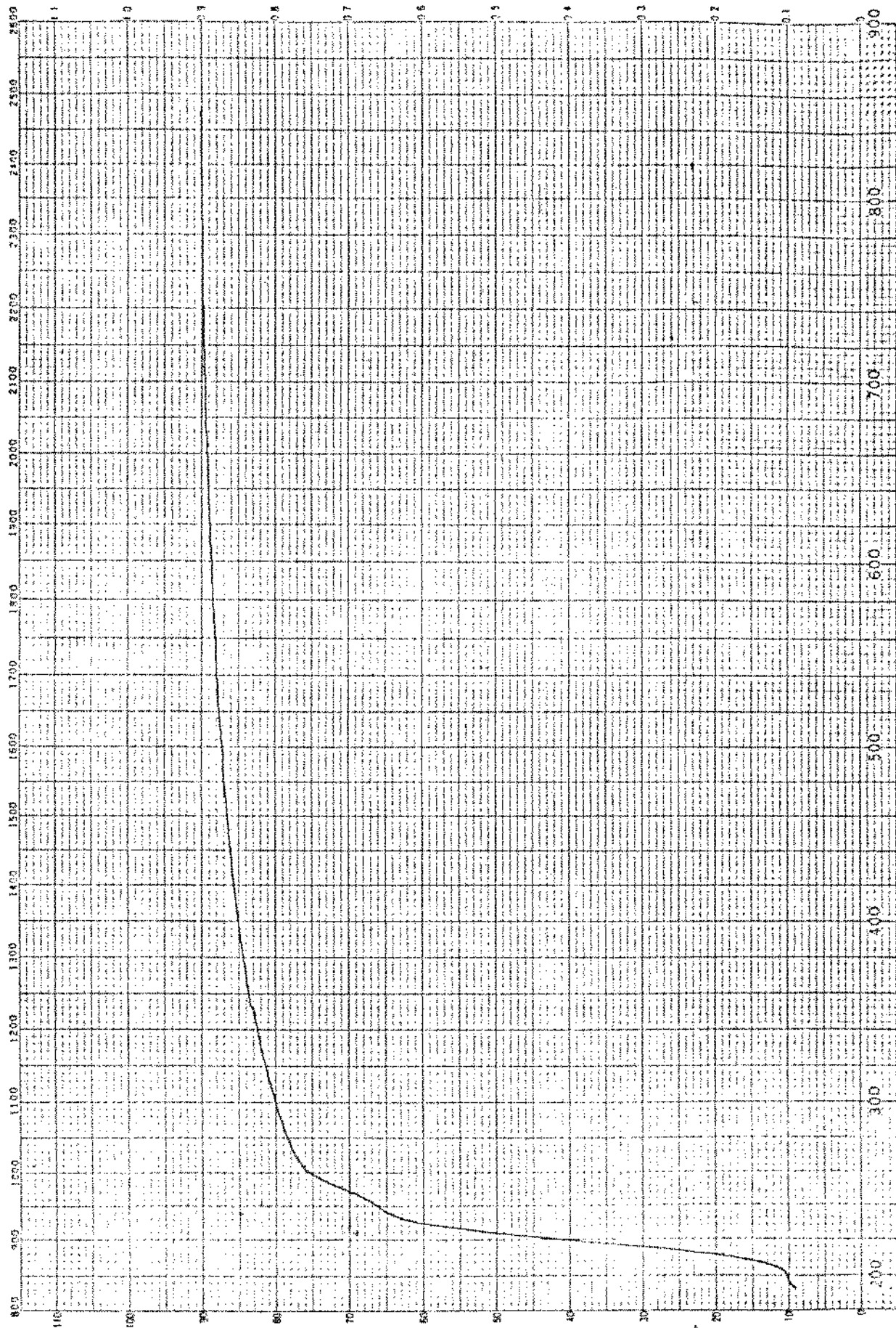
DATE

CHART NO.

140-1000

HITACHI

WAVELENGTH nm





Sheet NO.

SAMPLE

AMOSTRA A 1-3

SCALE

ABS

% T

E

RANGE

UV-VIS

NIR

SCAN TIME

1 EXP

FEED BACK

DYNODE

SLIT

SLIT

SENS

PHOTOMUL

PBS

ANALYST

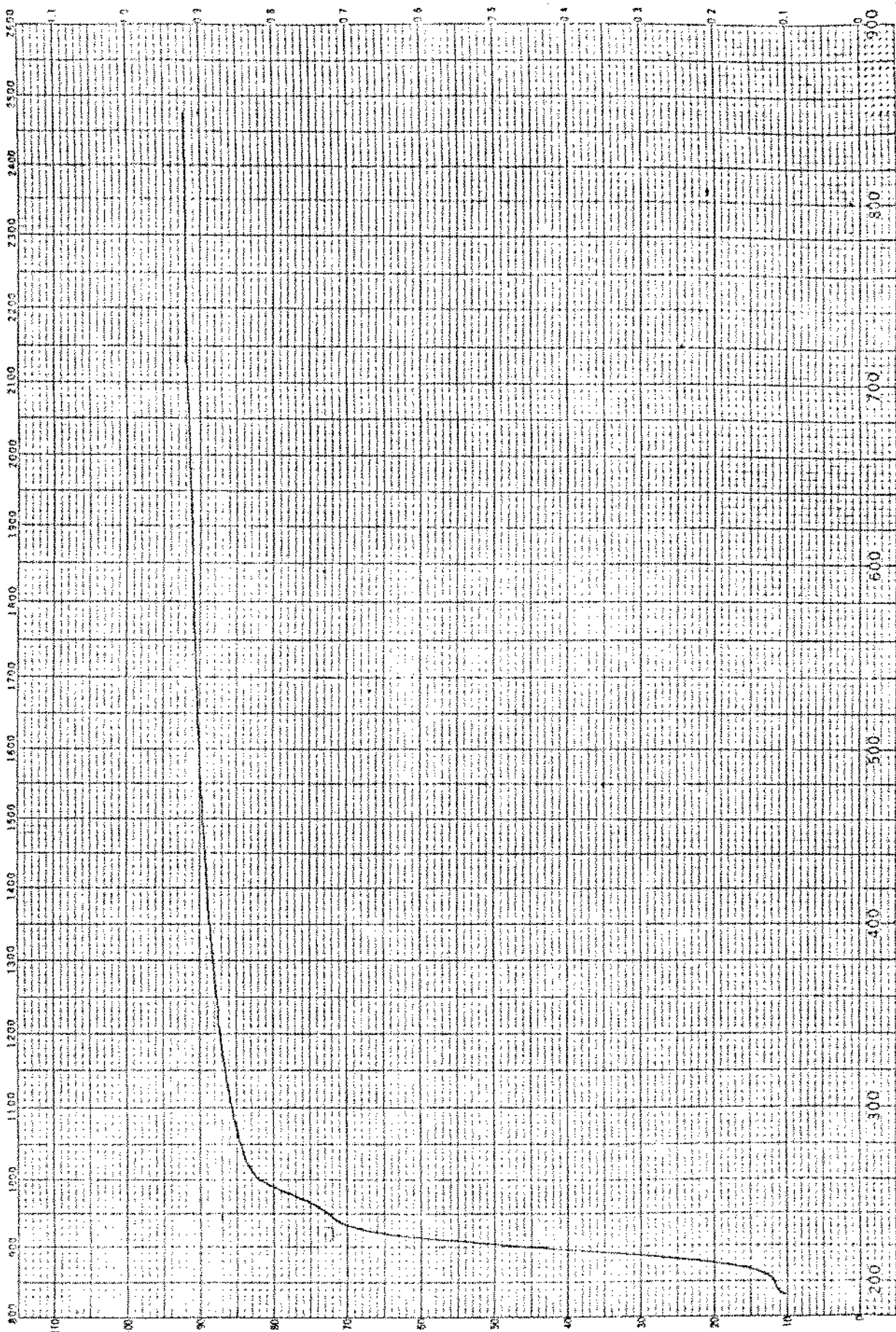
DATE

CHART NO.

340-102



WAVELENGTH nm





SHEET NO.

SAMPLE

AMOSTRA A 2-1

SCALE

ABS

4.7

2

RANGE

UV-VIS

NIR

SCAN TIME

1 EXP

FEED BACK

DYNODE

SLIT

SLIT

SENS

PHOTOP

PS

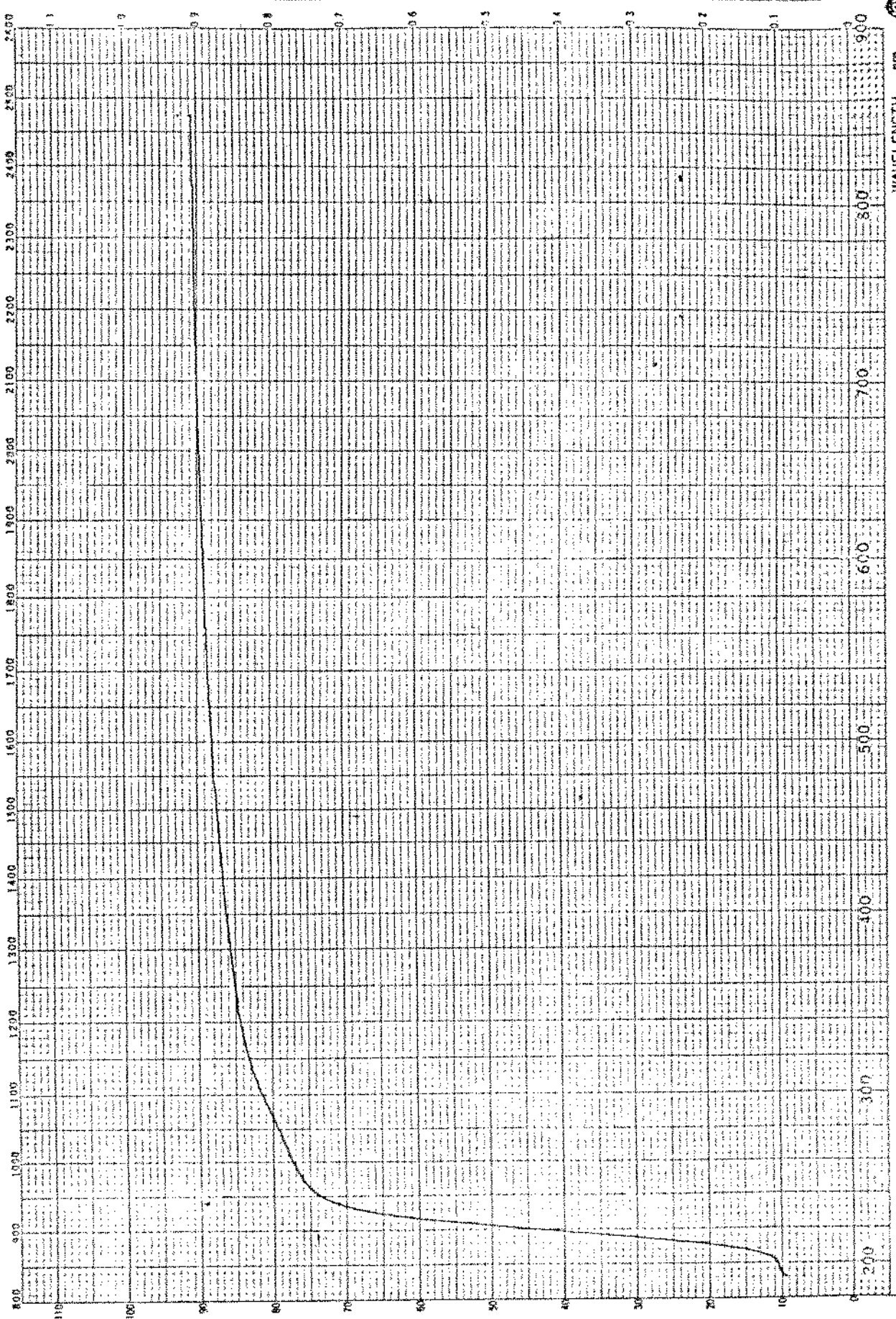
ANALYST

DATE

CHART NO

340-12

HITAC





SHEET NO

SAMPLE

AMOSTRA A 2-2

SCALE

ARS

T

E

BRIDGE

UV-VIS

WIR

SCAN TIME

1 EXP

FEED BACK

DYNOBE

SLIT

SLIT

nm

SENS

PHOTONAL

PBS

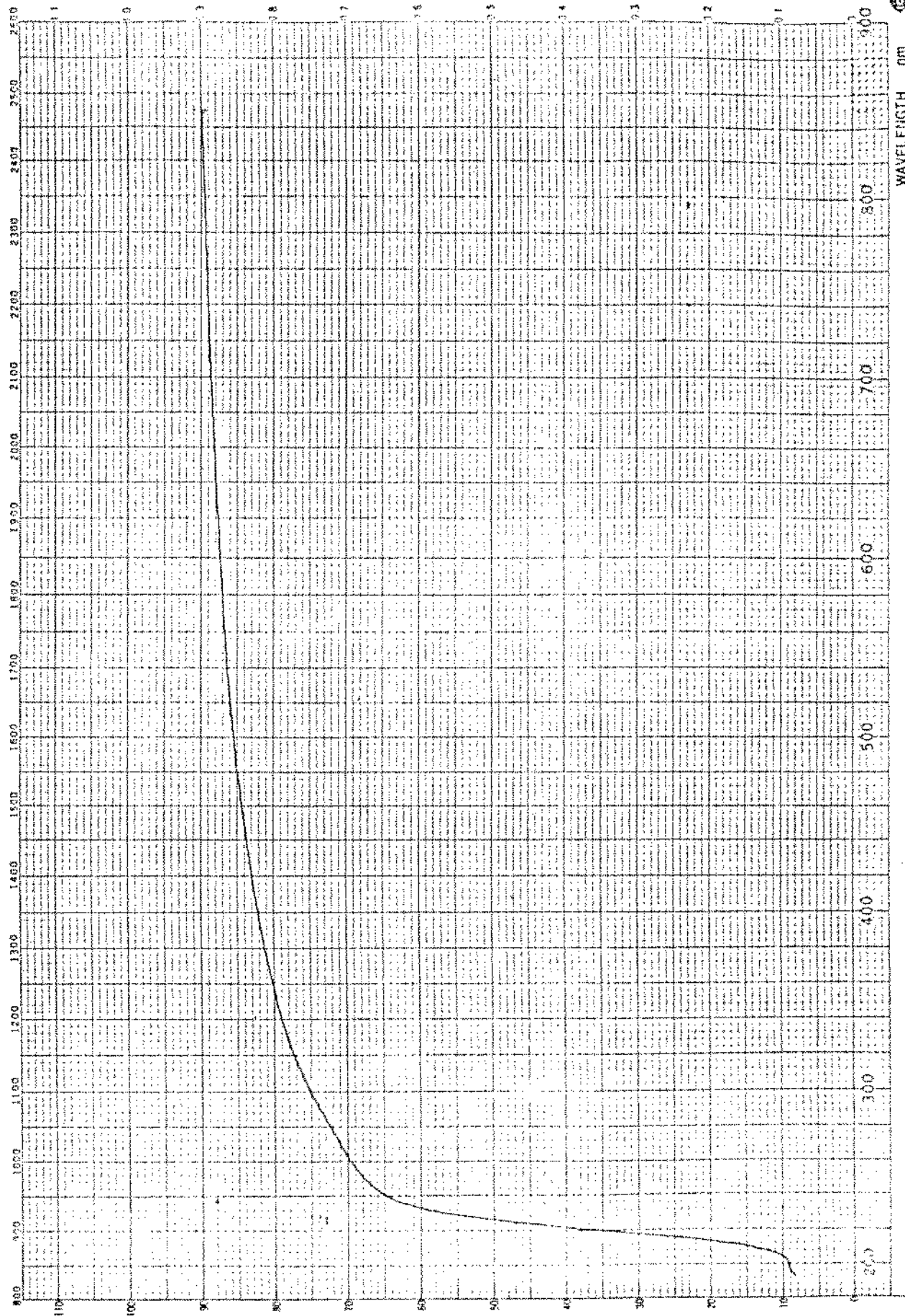
ANALYST

DATE

CHART NO

340-103

HITACHI





SHEET NO.

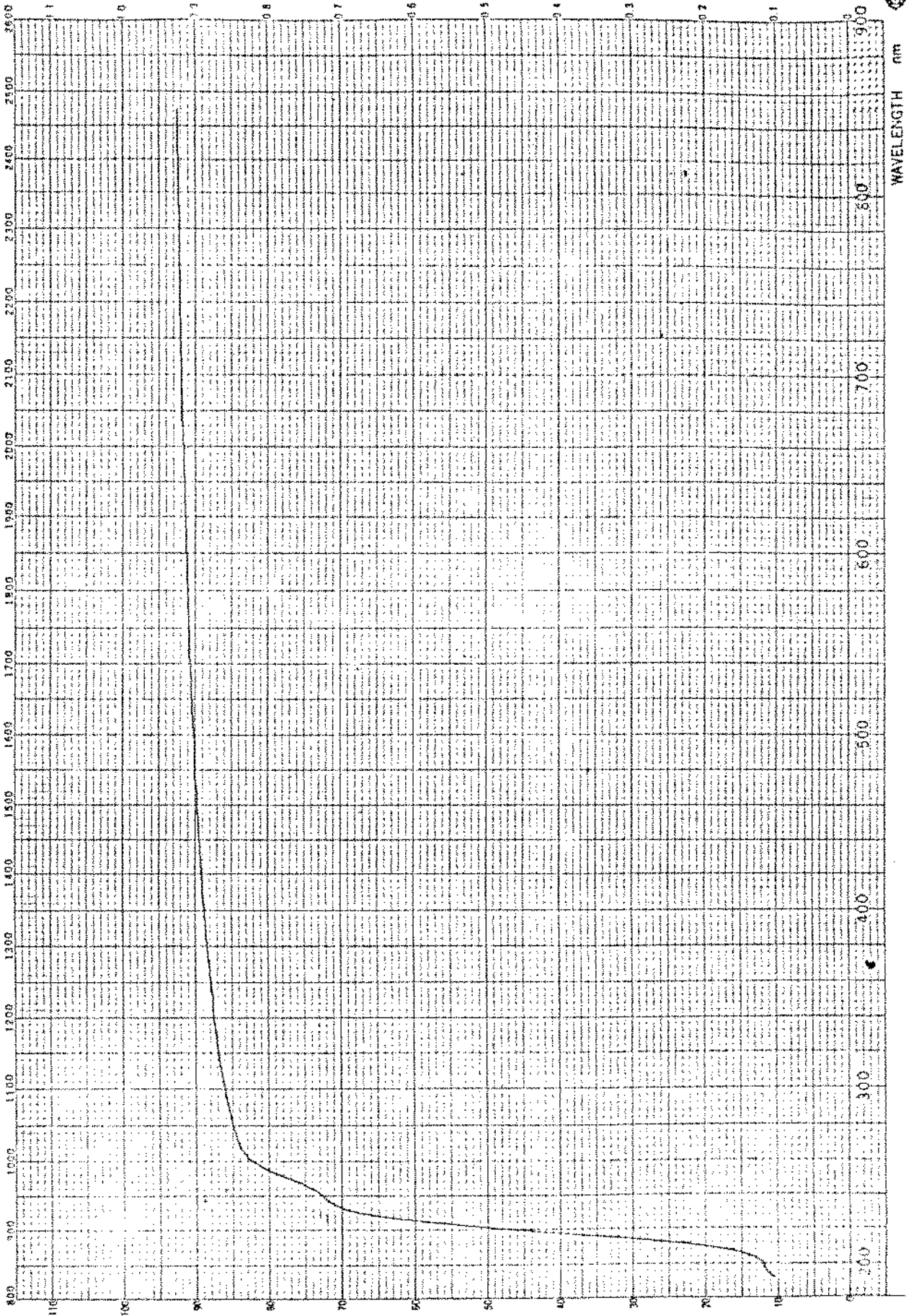
SAMPLE

AMOSTRA A 2-3

SCALE
ABS
%T
E
RANGE
UV-VIS
NIR
SCAN TIME
EEP
FEED BACK
DYNODE
SLIT
SLIT
SENS
PHOTOMUL
PDS
ANALYST
DATE

CHART NO.
340-10

HITACHI





Sheet NO.

SAMPLE

ANOSTRA A 9-1

SCALE

ABS

% T

E

RANGE

UV-VIS

NIR

SCAN TIME

TEMP

FEED BACK

DYADDE

SLIT

SLIT

SENS

PHOTOMUL

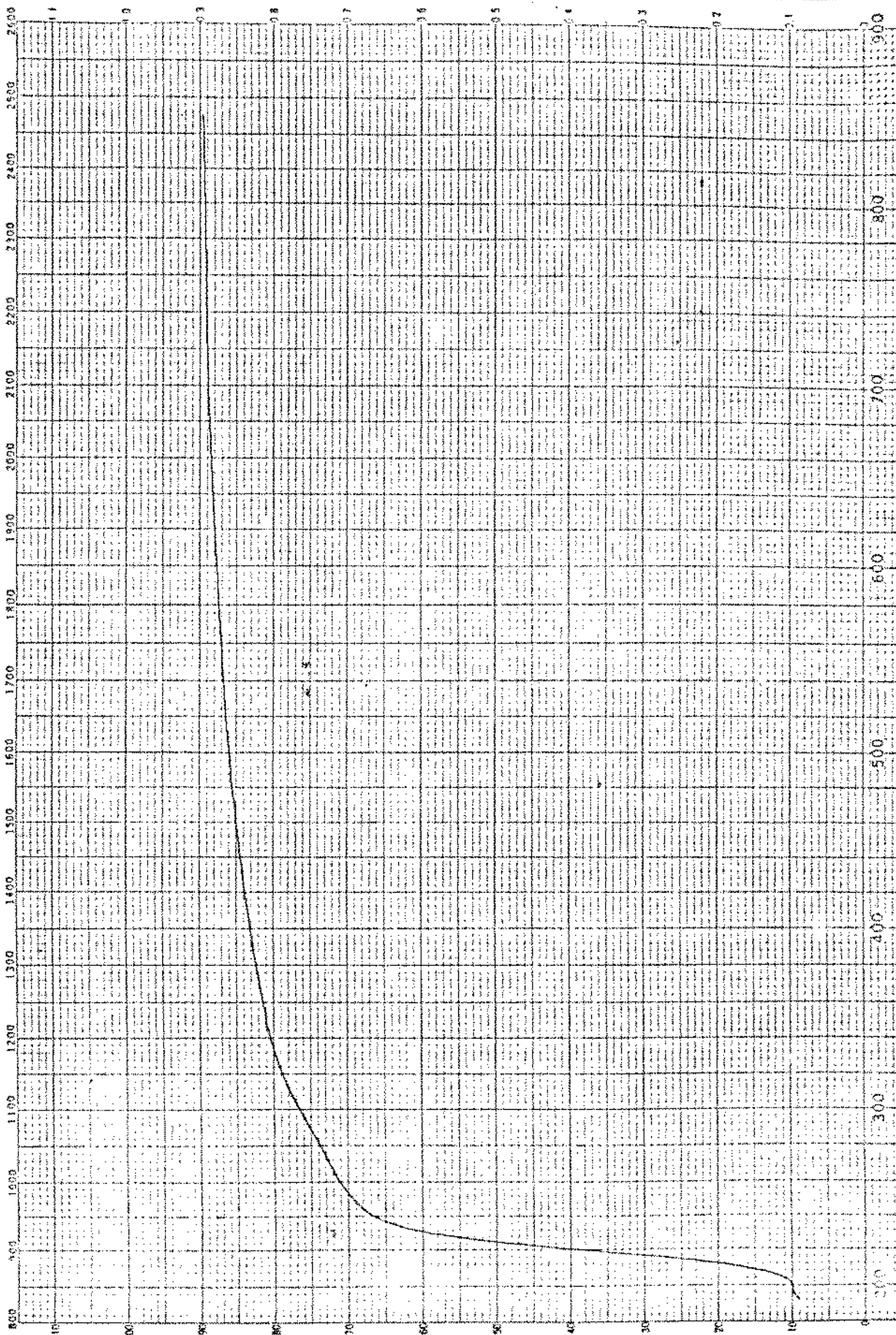
PRS

ANALYST

DATE

CHART NO.

340-1000





Sheet NO.

SAMPLE

AMOSTRA A 3-2

SCALE

ABS

%

E

RANGE

UV-VIS

NIR

SCAN TIME

1 EXP

FEED BACK

DYNODE

SLIT

SLIT

SENS

PHOTOMUL

PDS

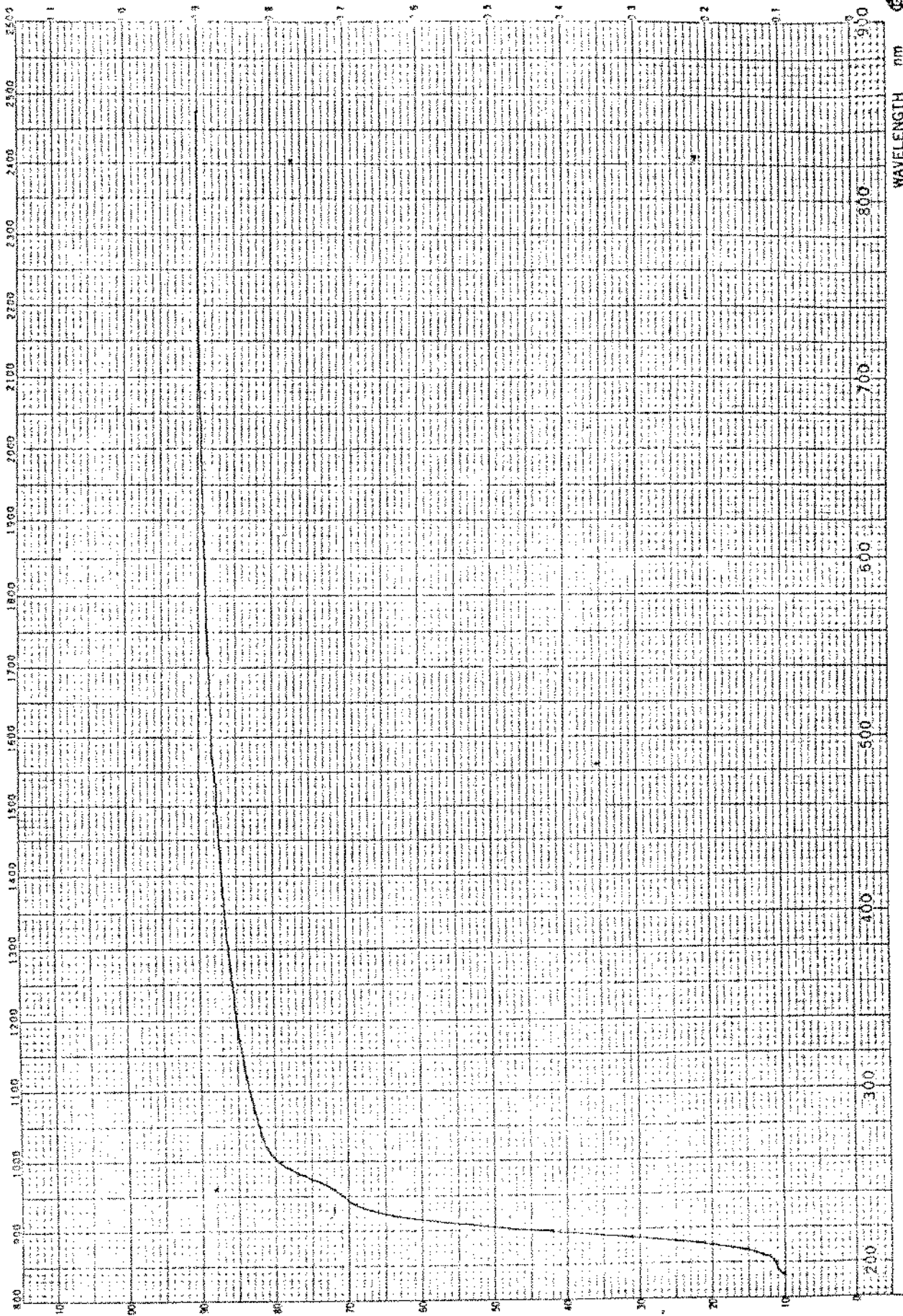
ANALYST

DATE

CHART NO.

340-1000

HITACH





Sheet NO.

SAMPLE

AMUSTRA A 3-3

SCALE

ABS

% T

E

PAGE

UV-VIS

NIR

SCAN TIME

SLIT

FIELD BACK

DRANGE

SLIT

SLIT

SENS

PHOTOV.

PHS

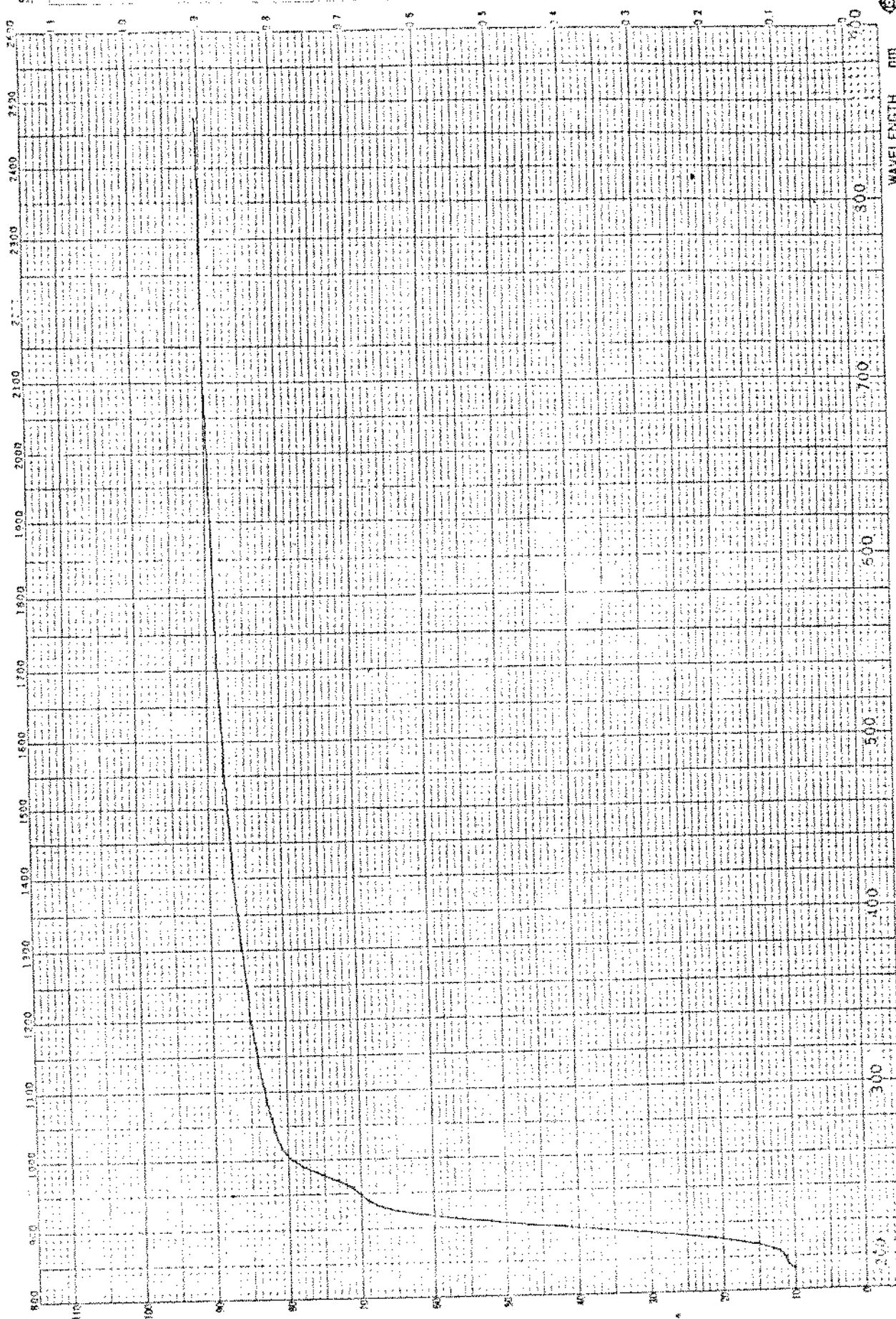
ANALYST

DATE

CHART NO

140-100

HITACHI





UNIT 4000

Sheet NO

SAMPLE

AMOSTRA B 1-1

SCALE

ABS

W

WAVE

VR-VIS

NR

SCAN TIME

11.4P

FED HAD

DYNODE

SLIT

SLIT

SENS

PHOTOP

PSS

ANALYST

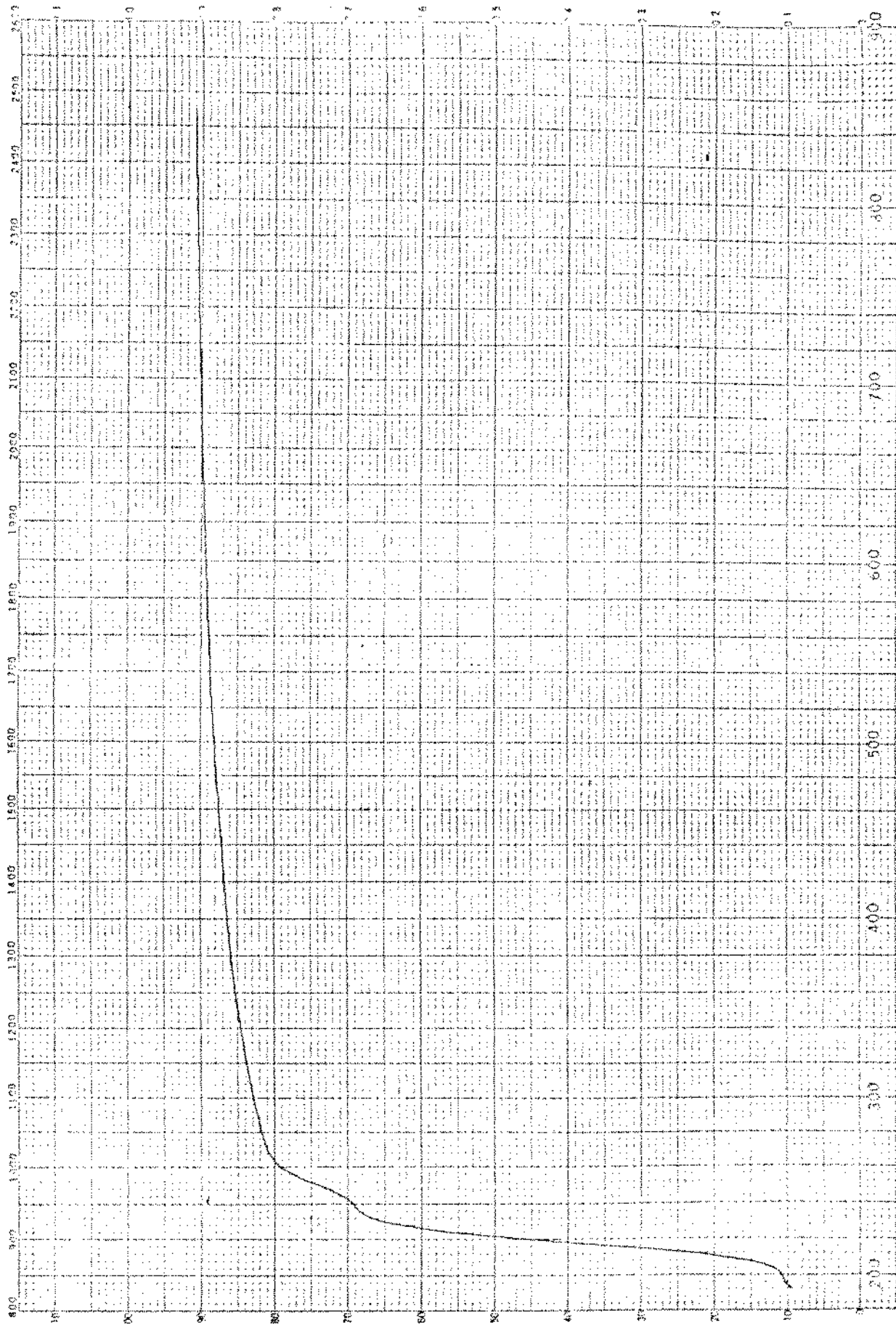
DATE

CHART NO

140-1

WAVELENGTH nm

HITACHI





Sheet NO.

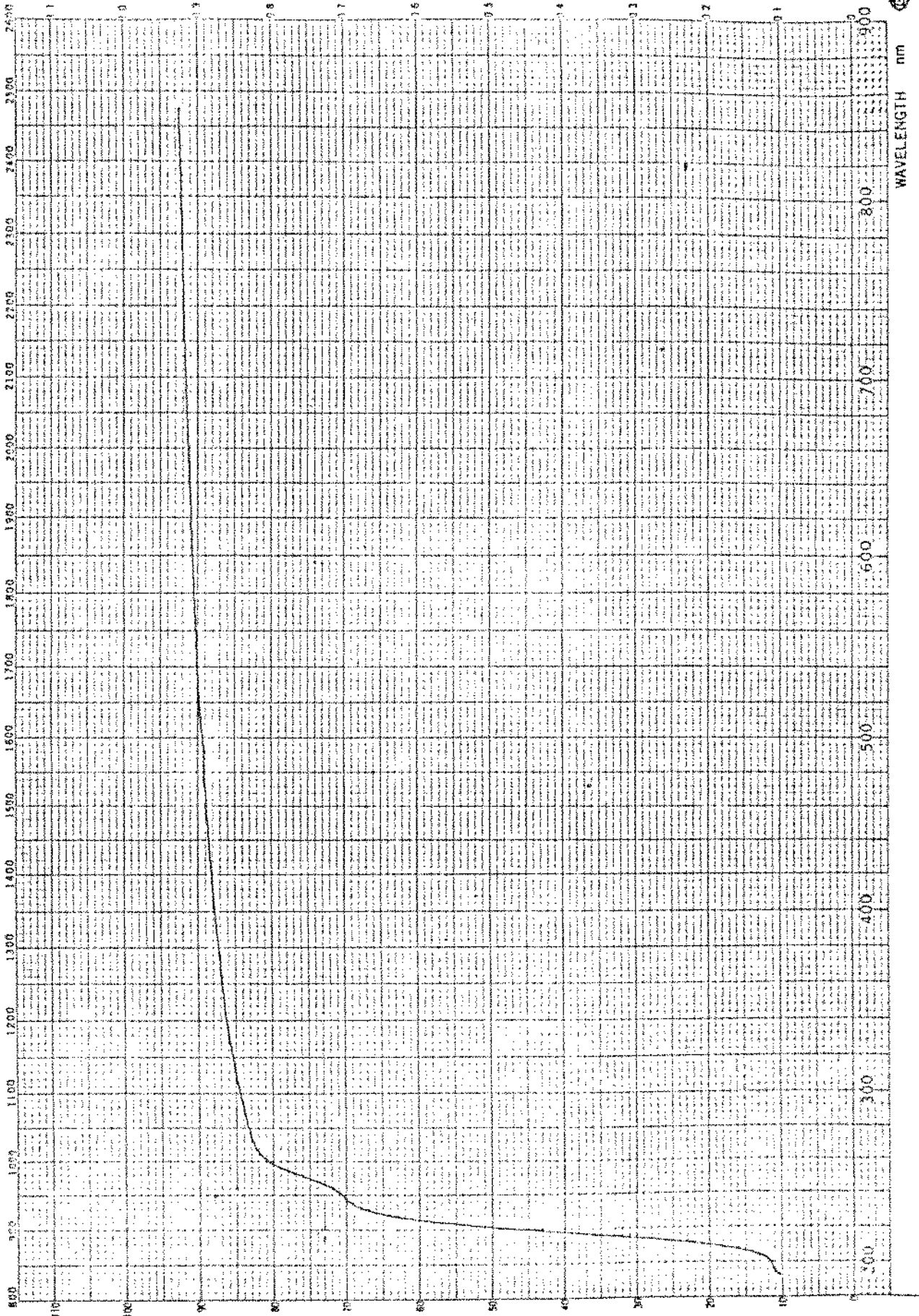
SAMPLE

AMOBTRA B 1-72

SCALE
ABS
% T
E
RANGE
UV - VIS
NIR
SCAN TIME
1 REP
FEED BACK
DYNODE
SLIT
SLIT
SENS
PHOTOMUL
PNS
ANALYST
DATE

CHART NO.
340-10

HITACHI





SHEET NO

SAMPLE

AMOSTRA B 1-2

SCALE

ABS

% T

E

RANGE

UV-VIS

NIR

SCAN TIME

REP

FEED BACK

DYNDCE

SLIT

SLIT

SENS

PHOTOCEL

PES

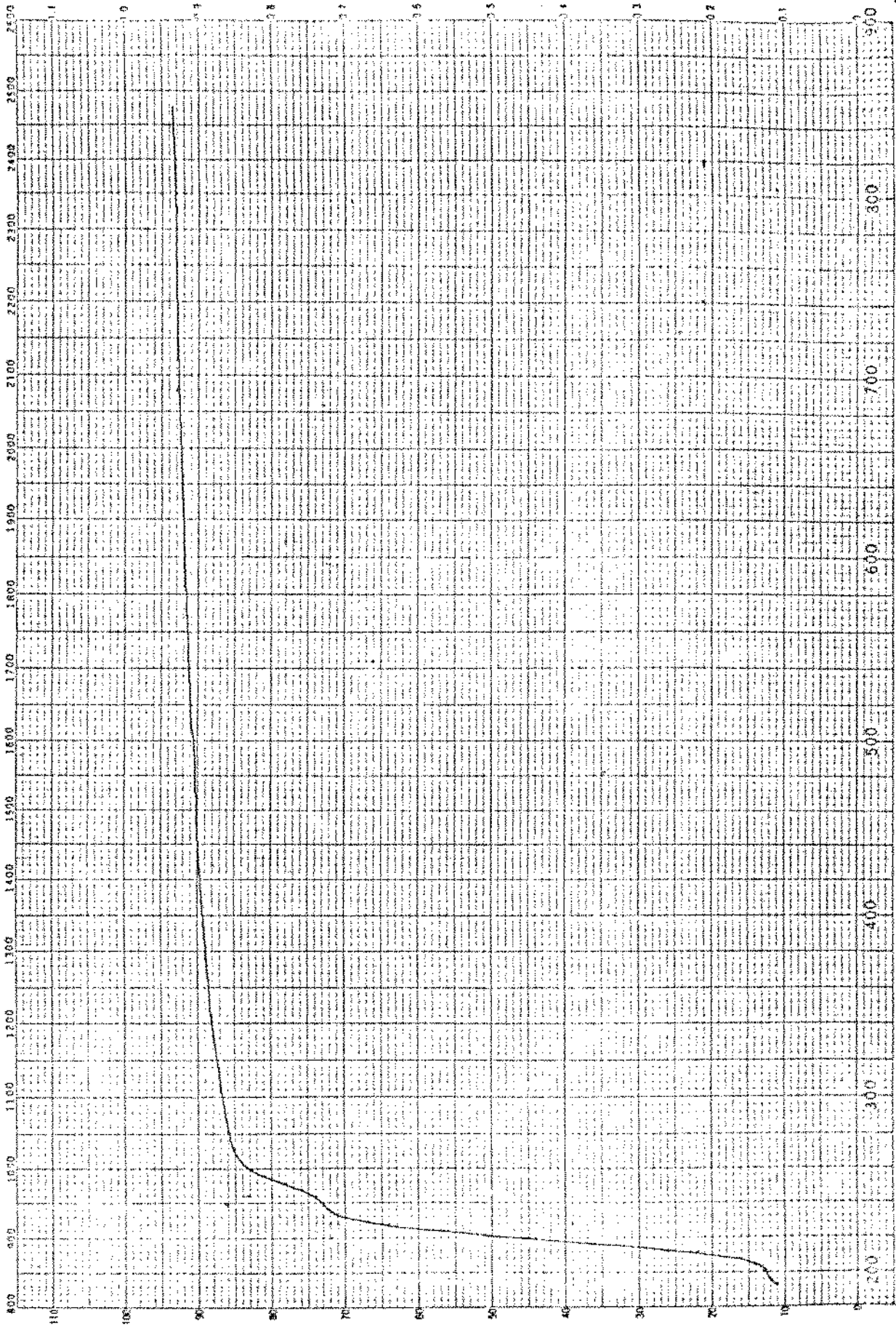
ANALYST

DATE

CHART NO

340-150

HITACHI





SHEET NO.

SAMPLE

AMOSTRA B 2-1

SCALE

ABS

% T

E

RANGE

UV-VIS

NIR

SCAY TIME

KEEP

FEED BACK

DYNODE

SLIT

SLIT

SENS

PHOTOMUL

PDS

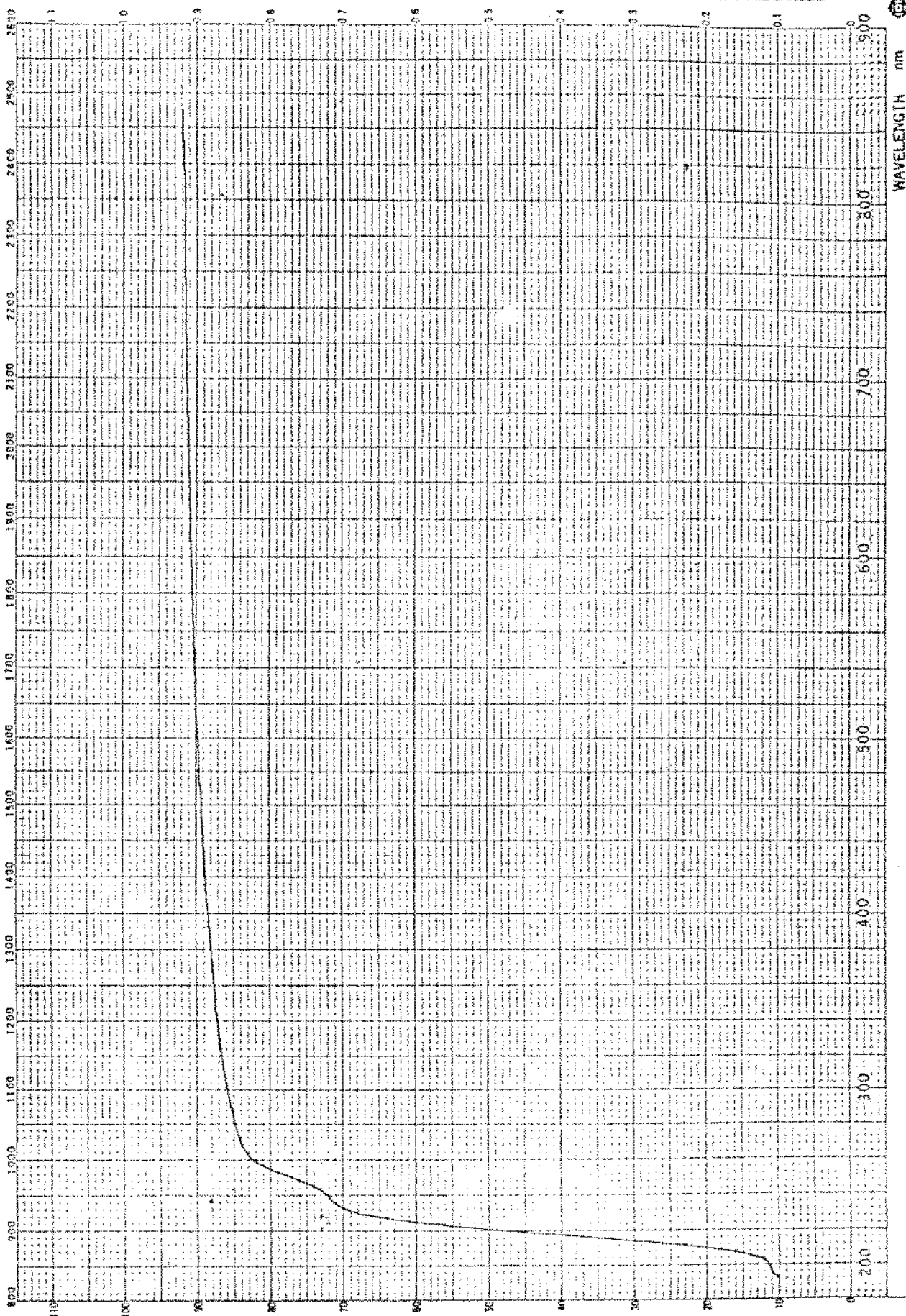
ANALYST

DATE

CHART NO.

340-100

HITACHI





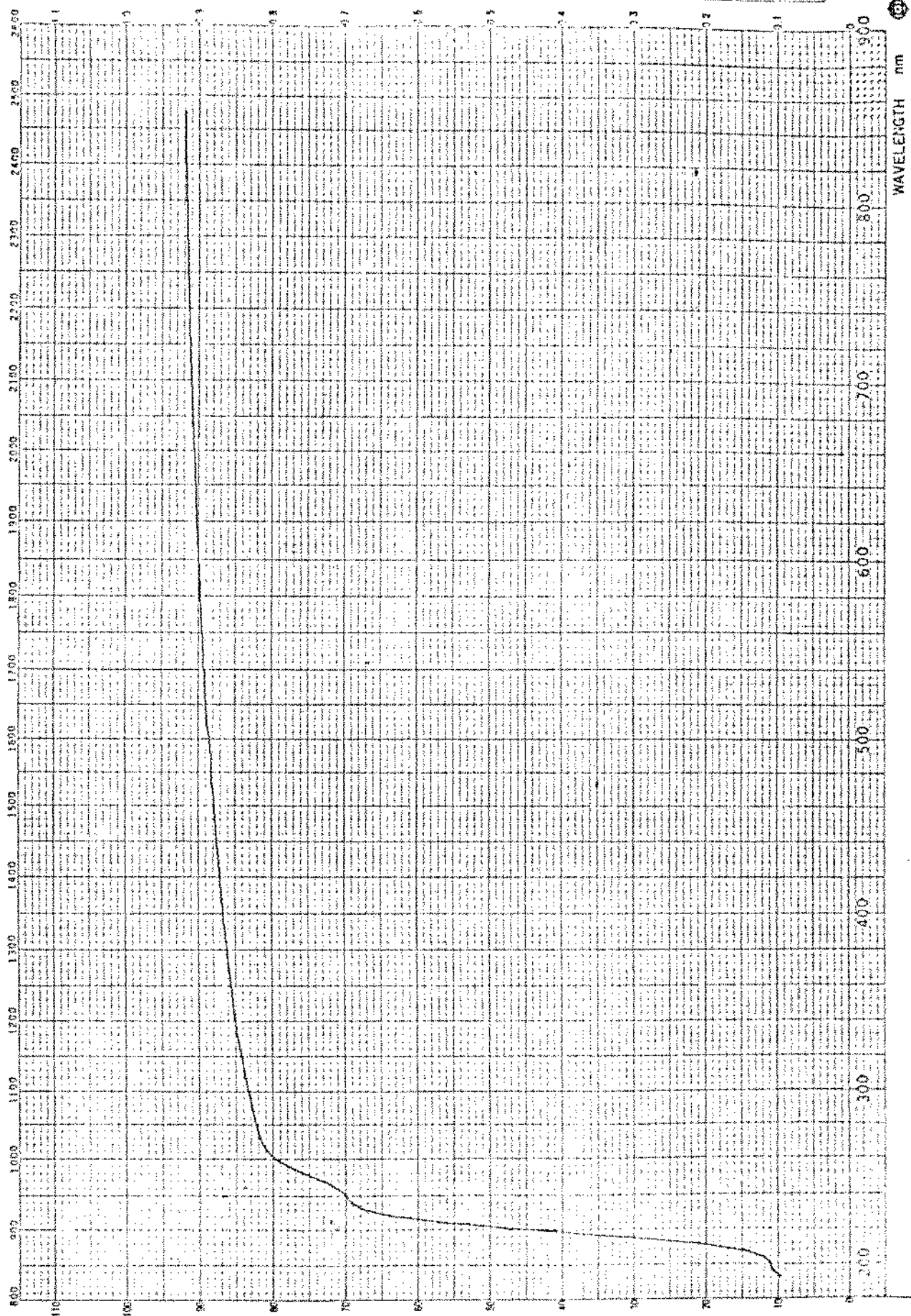
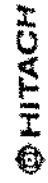
Sheet NO.

SAMPLE

AMOSTRA B B-D

SCALE	AB5	95 T	E	PA 5 E	UV-VIS	NIR	SCAN TIME	1 EXP	FEED BACK	DYNODE	SLIT	SLIT	SENS	PHOTOMETER	PSS	ANALYST	DATE
-------	-----	------	---	--------	--------	-----	-----------	-------	-----------	--------	------	------	------	------------	-----	---------	------

CHART NO. 340-1000





Sheet NO

SAMPLE

AMOSTRA B 2-3

SCALE

ABS

2.5

5

RANGE

UV-VIS

NIR

SCAN TIME

1.00

TEMP

FEED BACK

BY CODE

SLIT

SLIT

SEALS

PHOTOMETER

PDS

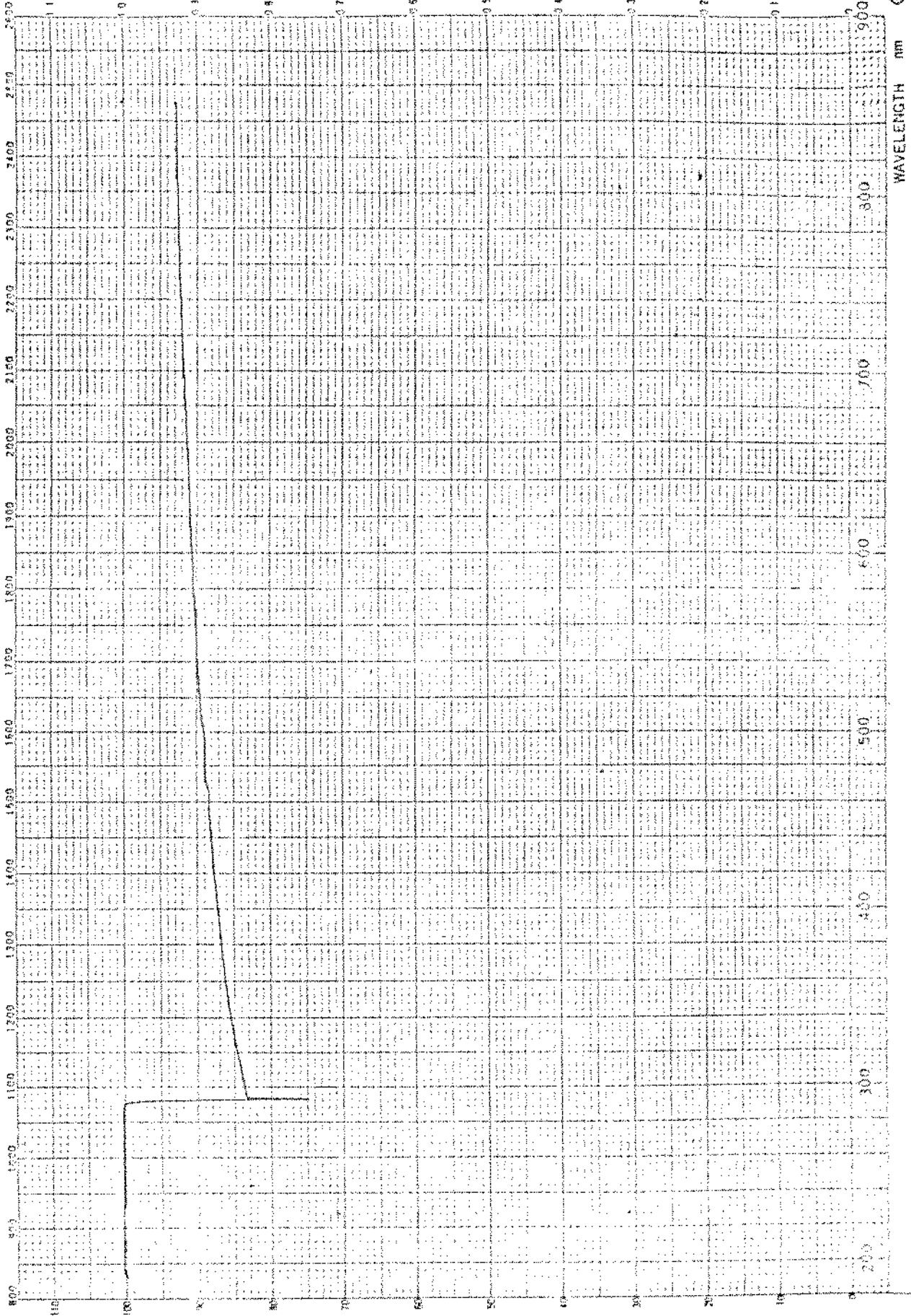
ANALYST

DATE

CHART NO.

340-100

HITACHI





Sheet NO.

SAMPLE

AMOSTRA B 3-1

SCALE

ABS

% T

E

RANGE

UV-VIS

NR

SCAN TIME

1.010

FIELD BACK

DATE

SLOT

SLIT

nm

SENS

PHOTOMUL

PSS

ANALYST

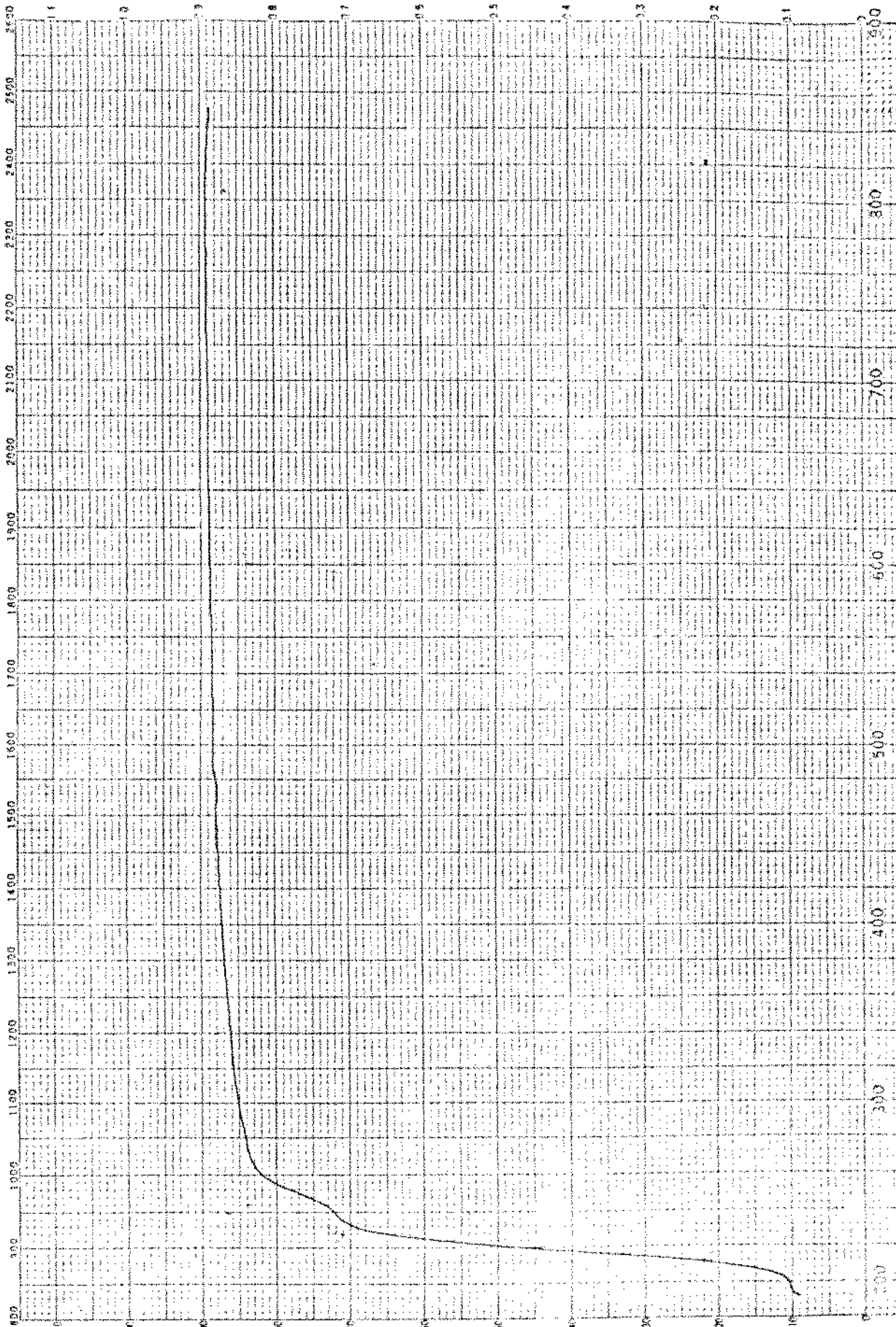
DATE

CHART NO.

340-155



WAVELENGTH nm





Sheet NO.

SAMPLE

AMOSTRA B 3-2

SCALE

485

2.5

E

RANGE

UV-VIS

THP

SCAN TIME

2 EXP

FEED BACK

DYNODE

SLIT

SLIT

nm

SENS

PHOTOMUL

PBS

ANALYST

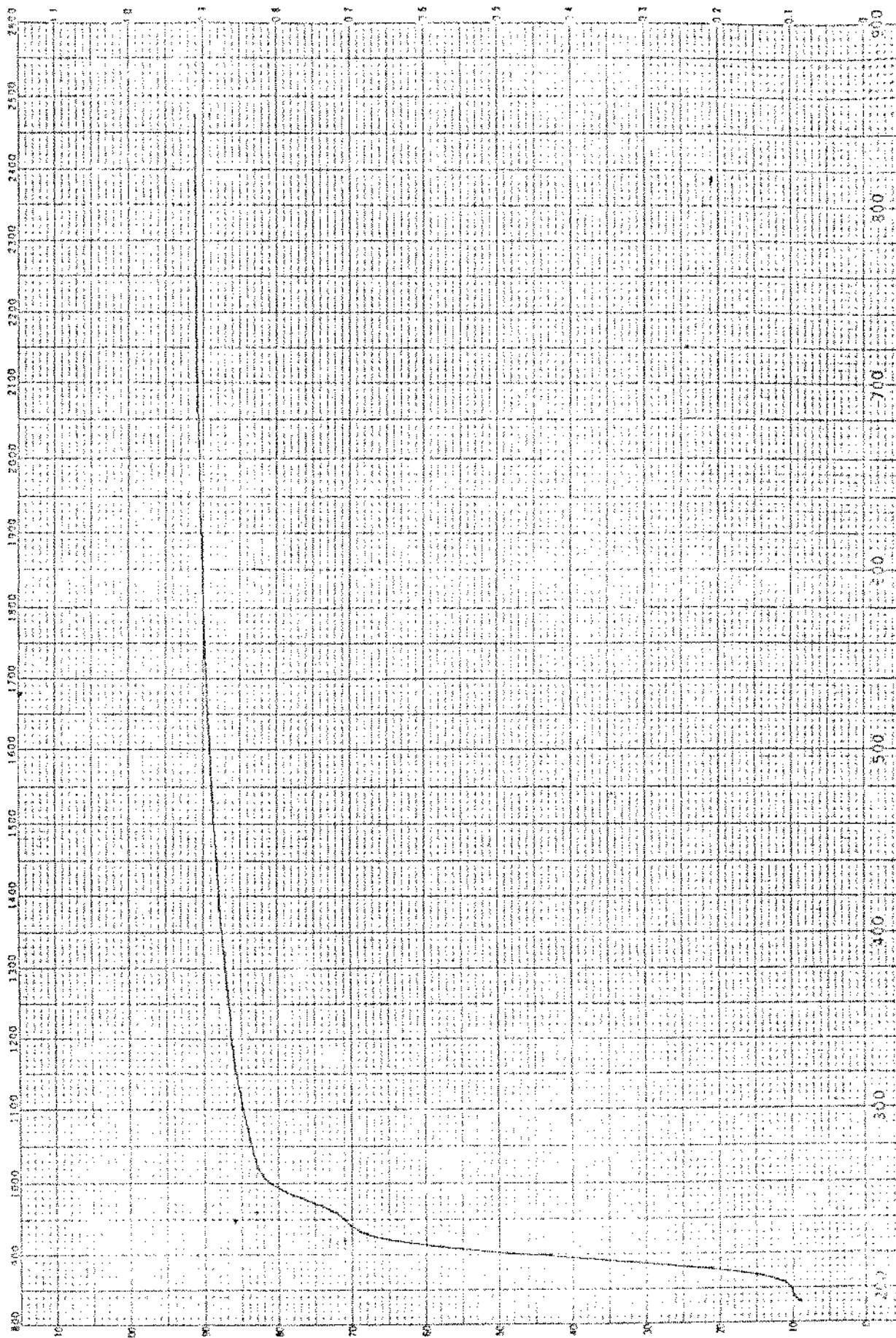
DATE

CHART NO.

340-1822

HITACHI

WAVELENGTH nm





Sheet NO

SAMPLE

AMOSTRA B 3-2

SEARCH
ABC
1-1
E
RANGE
10-45
NIP
SCAN TIME

1.100

FEED BACK

DYNO

SLIT

SLIT

SENS

PROGRAM

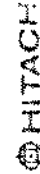
POS

ANALYST

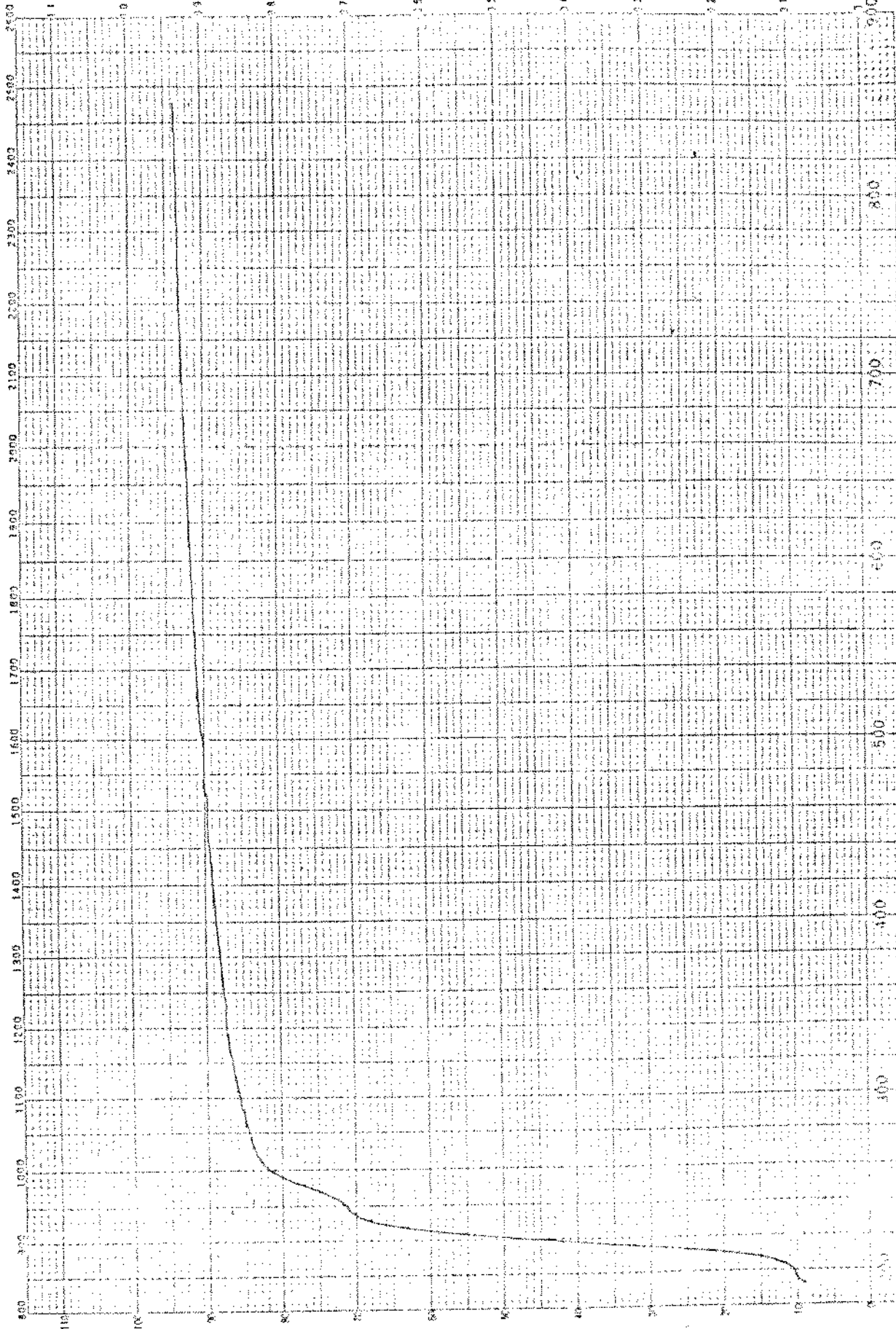
DATE

CHART NO

340



WAVELENGTH nm





PROPERTIES

	Transparent	Translucent
Density	2.2 g/c.c.	2.2 g/c.c.
Coefficient of Thermal Expansion	$0.55 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ (20°C – 350°C)	$0.55 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ (20°C – 350°C)
Thermal Conductivity	$0.0033 \text{ cal cm}^{-1} \text{ sec}^{-1} ^{\circ}\text{C}^{-1}$	$0.0032 \text{ cal cm}^{-1} \text{ sec}^{-1} ^{\circ}\text{C}^{-1}$
Specific Heat	0.18 cal/g	0.18 cal/g
Fusion Temperature	1700°C – 1800°C (approx.)	1700°C – 1800°C (approx.)
Softening Point	1670°C (approx.)	1650°C (approx.)
Annealing Point	1140°C (approx.)	1100°C (approx.)
Strain Point	1070°C (approx.)	1040°C (approx.)

	Temperature	Unit	Transparent	Translucent
Hardness		Mohs	6	6
Compressive Strength		p.s.i.	160,000 (a)	40,000 (a)
Young's Modulus	20°C	p.s.i.	11.1×10^6	10.31×10^6
	500°C	p.s.i.	11.7×10^6	10.81×10^6
	900°C	p.s.i.	12.1×10^6	11.13×10^6
Rigidity Modulus	20°C	p.s.i.	4.85×10^6	4.41×10^6
	500°C	p.s.i.	5.09×10^6	4.88×10^6
	900°C	p.s.i.	5.25×10^6	5.02×10^6
Bulk Modulus		p.s.i.	5.6×10^6 (approx.)	5.1×10^6 (approx.)
Poisson's Ratio	Room temp.	p.s.i.	0.14	0.14
Tensile Strength	20°C	p.s.i.	7,000 (b)	5,000 (b)
	500°C	p.s.i.	16,000 (c)	11,500 (c)
	900°C	p.s.i.	16,500 (c)	15,200 (c)
	900°C	p.s.i.	24,000 (c)	22,900 (c)
	1,100°C	p.s.i.	18,500 (c)	16,400 (c)
	1,000°C	Poise	5.6×10^{14}	1.0×10^{14}
Viscosity	1,100°C	Poise	2.6×10^{13}	5.2×10^{12}
	1,200°C	Poise	1.8×10^{12}	4.2×10^{11}
	1,300°C	Poise	1.8×10^{11}	4.6×10^{10}
	1,400°C	Poise	2.2×10^{10}	6.0×10^9
	1,500°C	Poise	3.6×10^9	1.1×10^9

Remarks: Rods used for testing (a) 24 mm diameter
(b) 5 mm diameter
(c) 0.7 mm diameter

Chemical Properties

Fused quartz (transparent) and fused silica (translucent) are amorphous products resulting from high temperature treatment of naturally occurring quartz crystals or sand (SiO_2). Fused quartz has a nominal purity of 99.98% and fused silica 99.90%. In addition, QSI has a higher purity product, type SD-P (water free) quartz, for use in semi-conductor applications. (See page 5 for SDP impurities chart.)

Fused quartz is inert in the presence of most acids, metals, chlorine and bromine at ordinary temperatures. It is affected slightly by alkaline solutions, the rate of reaction increasing in direct proportion to the rise in temperature. Fused quartz and silica are attacked by phosphoric acid at temperatures in the range of 150°C or higher and by hydrofluoric acid at all temperatures.



PROPERTIES

Physical and Thermal Properties

Fused quartz and silica have an extremely low coefficient of thermal expansion which imparts a high resistance to thermal shock. They can be heated to 1500° C or higher and instantly plunged into cold water without any physical damage resulting.

The annealing points and strain points are 1140° C and 1070° C respectively; the fusion point is between 1700° C to 1800° C.

Devitrification of fused quartz does not usually occur below 1150° C under normal conditions. At higher temperatures, devitrification can occur at a proportionately more rapid rate, particularly in the presence of certain surface contaminants such as: Alkaline solutions, salts and vapors. Handling fused quartz without gloves can deposit sufficient alkaline from perspiration to leave devitrification in fingerprint

patterns. Drops of water permitted to remain on the surface can collect sufficient alkaline from the atmosphere to result in water spot devitrification. Radioactive materials, hydrogen and certain metals will also accelerate devitrification.

The product of devitrification is high cristobalite which manifests itself, as the fused quartz cools below 250° C, by a hazy film caused by a maze of micro-fine cracks.

Devitrification can be forestalled by cleaning the quartz surface. A typical procedure is a wash in 10% hydrofluoric acid for several minutes at room temperature, followed by a series of rinses in distilled or deionized water. It is then dried as rapidly as possible.

Mechanical Strength

Fused quartz and silica have good mechanical strength and are among the most perfectly elastic materials known. The modulus of elasticity is approximately 10 million p.s.i. Fibers of this material are used as galvanometer suspensions because of their ability to return to zero after large angles of deflection.

Electrical Properties

Fused quartz and silica have excellent electrical strengths. These remain highly stable with temperature variation. For example quartz resistivity, in the order of 10^{17} ohms/cc at 25° C is in the order of 10^7 ohms/cc at 1000° C. Electric leakage resistance is also very high . . . over 10^{14} Ω /cm.

Electrical Resistance

Temperature °C	Specific Resistance Ω -cm	Temperature °C	Specific Resistance Ω -cm
20	10×10^{18}	700	10×10^6
100	1×10^{18}	800	4×10^6
200	10×10^{15}	900	2×10^6
300	0.2×10^{12}	1,000	1×10^6
400	5×10^9	1,000	0.7×10^6
500	0.3×10^9	1,200	0.5×10^6
600	60×10^6	1,300	0.4×10^6

Dielectric Constant & Dielectric Loss Factor

Cycle	Dielectric Constant ϵ		Dielectric Loss Factor $\tan \delta$	
	Transparent	Translucent	Transparent	Translucent
10^6	3.94	3.74	3.2×10^{-4}	90×10^{-4}
10^7	3.94	3.74	2.9×10^{-4}	70×10^{-4}
10^8	3.93	3.72	2.3×10^{-4}	16×10^{-4}

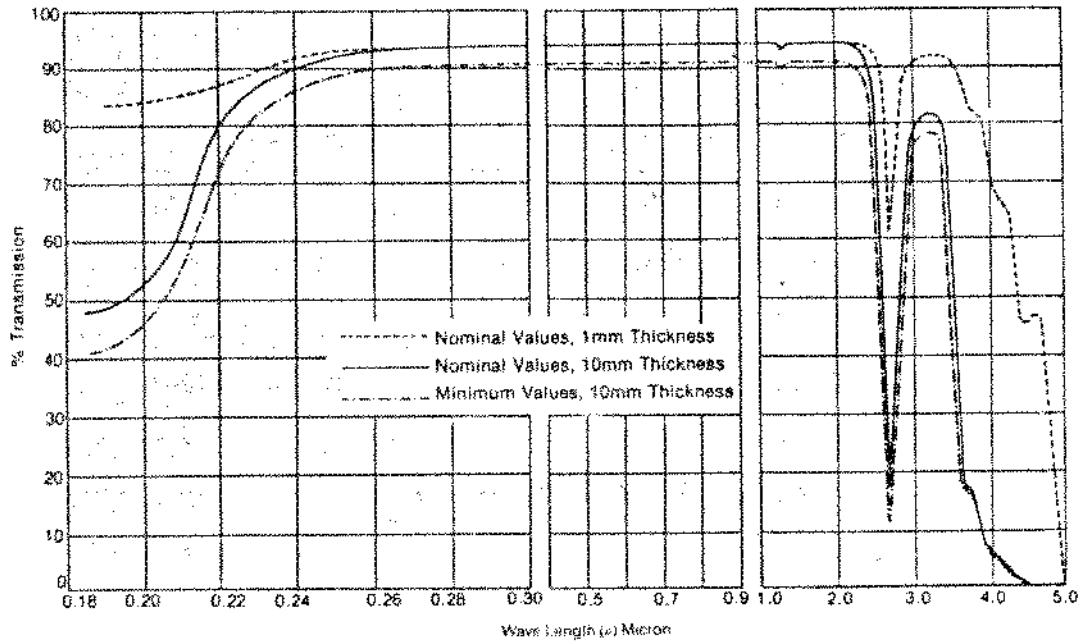


LINCAMP

CLEAR FUSED QUARTZ

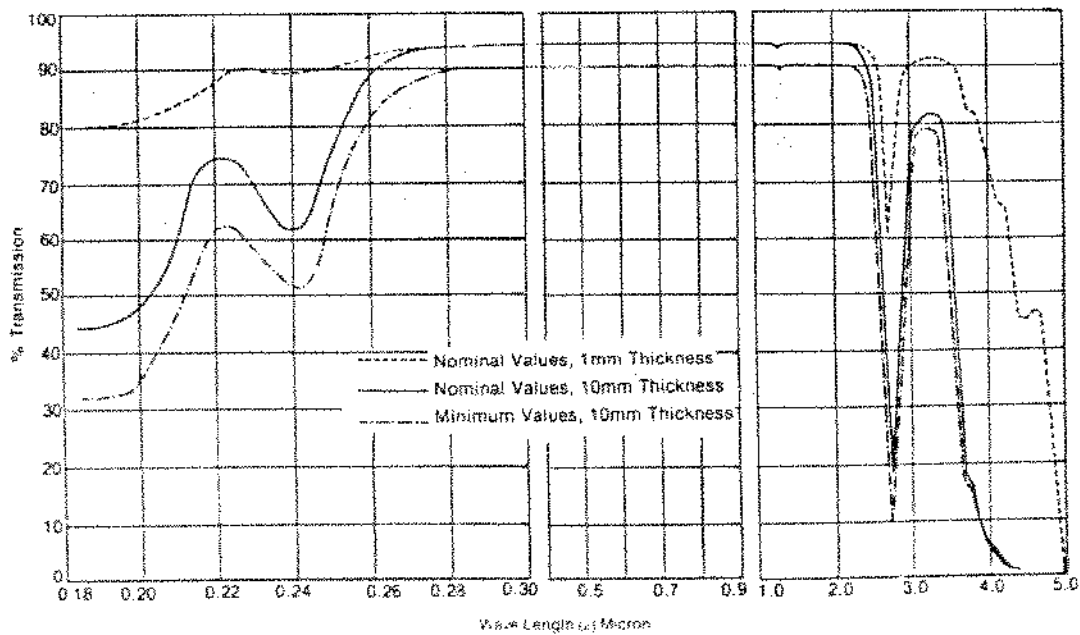
PROPERTIES

Optical Quartz Transmission



The above transmittance curve is plotted for use on 1 mm and 10 mm thick plates, polished on both sides, and includes surface reflection losses.

Commercial Grade Quartz Transmission



The above transmittance curve is plotted for use of 1 mm and 10 mm thick plates, polished on both sides, and includes surface reflection losses.

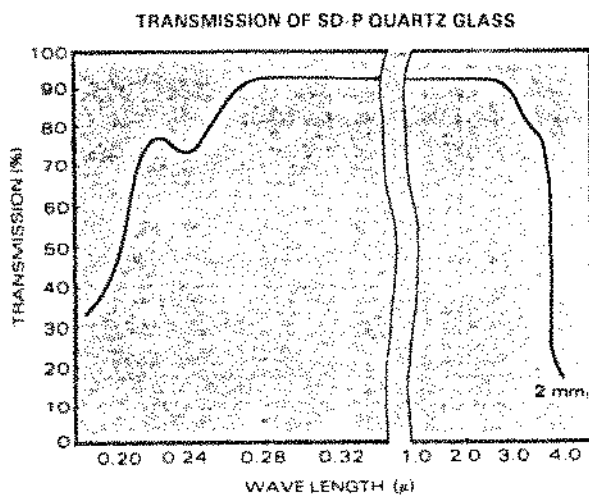
Properties of SD-P (water free). Clear Fused Quartz Tubing

SD-P clear fused quartz has lower metallic oxide impurities than conventional fused quartz (see Fig. 1). The SD-P transmission curve (see Fig. 2) is virtually devoid of the absorption of the 2.7μ by the OH group.

SD-P clear fused quartz has the following desirable properties:

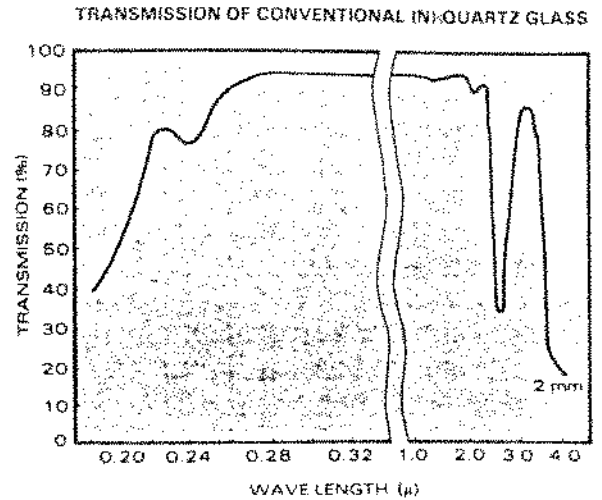
- Higher purity.
- Low devitrification tendency and rate at high temperatures due to low alkali content.
- SD-P viscosity is higher at temperatures above 1000°C . by about 50°C than conventional fused quartz (see Fig. 3).

Because of these properties, SD-P fused quartz is preferred for use in semi-conductor diffusion applications.



Properties of N (Conventional) Clear Fused Quartz Tubing

N-type material is manufactured by fusing rock crystal with hydrogen and oxygen. This material has a very good appearance, with few air bubbles and striae. It is an excellent material for lamp manufacture.

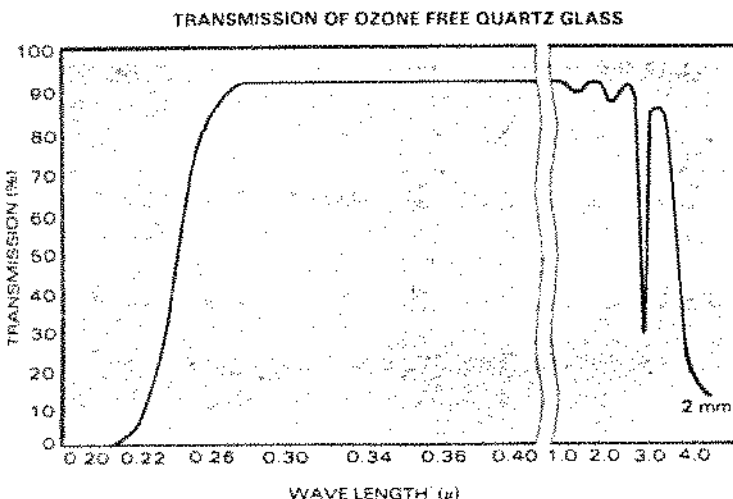


Impurities of Fused Quartz (impurity amounts in ppm)

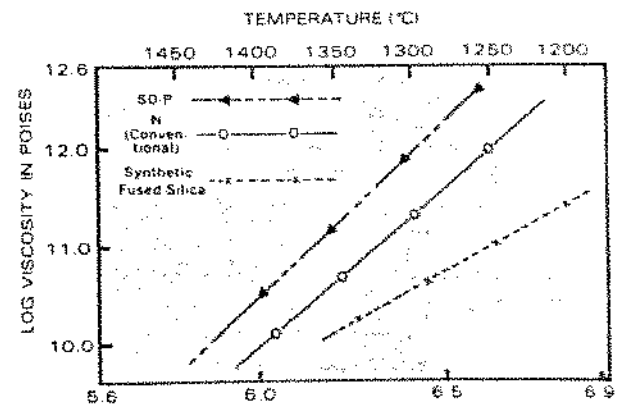
Type	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	Na ₂ O	K ₂ O	Cu	B
N (Conventional)	30	2	5	2	2	0.5	0.3
SD-P	30	1	2	2	2	0.5	0.3

Properties of Ozone-Free Quartz Glass

Ozone-free quartz glass has the same characteristics as N (conventional) material plus it generates no ozone as a result of ultraviolet rays. The ozone-free quartz glass absorbs ultraviolet rays of less than 0.21μ almost completely.



Viscosities for Various Types of Fused Quartz



5- CONCLUSÃO:

O trabalho desenvolvido abrange dois campos de aplicação do quartzo de grande potencial consumidor e que não exigem equipamentos e tecnologias tão sofisticadas, mesmo para aplicações em alta tecnologia, no entanto, o *know how*, o conhecimento das relações de qualidade da matéria-prima ao produto final, assim como o bom controle dos processos de beneficiamento, são essenciais na obtenção do *quartz glass* de boa qualidade. Por esse ponto de vista, os principais resultados obtidos e que podem contribuir no beneficiamento do quartzo brasileiro são:

- 1- As diferentes formações geológicas das jazidas de quartzo influenciam nas características do seu quartzo bruto e principalmente no seu processo de beneficiamento, devendo-se evitar ao máximo a mistura de matérias-primas de regiões distintas, pois lascas de quartzo de uma determinada região aparentemente de baixa qualidade, pode originar num produto final de qualidade superior que o produto de lasca de outra região, aparentemente de melhor qualidade, como observado no caso das inclusões presentes nas lascas e no pó.
- 2- Observou-se uma boa correlação entre a presença de inclusões no pó e a geração de bolhas no material fundido, devendo-se evitar pós de quartzo com inclusões presentes nos grãos para uso em fusão de *quartz glass* transparente.
- 3- O processo de moagem para obtenção de pó de quartzo para uso em fusão, verificou ser um processo eficiente de eliminação de inclusões com dimensões maiores que $\sim 30\mu\text{m}$.
- 4- A utilização de um moinho semi-autogênio constitui um processo simples para obtenção de pó de quartzo sem contaminação para o estudo



das relações de qualidade das lascas ao seu pó e ao seu fundido.

5- A etapa do quenching pode originar dois tipos de padrões de fratura no quartzo, dependendo do estado alotrópico em que se encontra o quartzo no momento do quench:

Fase alfa $\rightarrow$ fratura irregular,

Fase beta $\rightarrow$ fratura acicular (perpendicular à superfície de troca de calor das lascas). Deve-se evitar a fratura acicular na produção de pó para uso em fusão.

6- Na moagem de quartzo por batelada, em moinho de bolas rotativo, maior eficiência se verificou para um fator de preenchimento de $K \cong 0,40$ e relação entre lascas e bolas de $R \cong 0,50$.

7- O rendimento da moagem, Y , como função da relação R apresenta um comportamento linear para os moinhos utilizados.

8- A produção, W_p , e o rendimento da moagem, Y , como função da temperatura do quenching apresenta um comportamento exponencial crescente até a temperatura de $T_q \cong 573^\circ\text{C}$ quando ocorre a mudança no padrão de fratura do quartzo.

9- A maior eficiência de moagem foi obtida para aproximadamente 8 horas de corrida de moagem.

10- Pelas curvas de distribuição granulométrica dos tamanhos de grãos, a melhor condição encontrada na obtenção do pó para fusão em quartz glass foi para: $K \cong 0,40$; $R \cong 0,50$; $T_q \cong 550^\circ\text{C}$ e $t \cong 8,00\text{h}$.

11- A curva de distribuição granulométrica mostra a existência de dois picos que parecem ser característicos da moagem do quartzo, nas dimensões de 2 e 5 μm respectivamente, e que são independentes dos parâmetros de moagem utilizados.

12- No estudo do processo de fusão pelo método de Verneuil, verificou-se a possibilidade de fusão do quartzo com chama de H_2/O_2 e

de GLP/O₂ no forno de Verneuil construído.

13- O controle preciso dos parâmetros operacionais se verificou imprescindível na obtenção do *quartz glass* livre de bolhas, devendo-se encontrar um ponto ótimo entre a temperatura de fusão, a velocidade de rotação do tarugo e o fluxo de pó adicionado.

14- O principal fator de geração de bolha observado foi devido à variação no controle do fluxo de pó, cuja distribuição dentro da chama na forma de leque se verificou mais eficiente.

15- Para mistura de H₂/O₂ verificou-se uma maior eficiência de fusão para misturas redutoras (QH₂:QO₂ ≈ 2,2:1), em temperatura de fusão mais elevada (T_f ≈ 1600°C), obtendo-se no entanto, maiores concentrações de radicais OH.

16- Em chama de GLP/O₂ a melhor eficiência se observou para mistura de QGLP:QO₂ ≈ 1,0:1 e para temperatura de 1750°C. Temperatura de fusão muito elevada dificulta a formação do tarugo devido à perda da rigidez em virtude do decréscimo da viscosidade.

17- As amostras fundidas em chama de GLP/O₂ se apresentaram com menos bolhas e com menores concentrações de radicais OH, além da maior eficiência de fusão, do que as amostras fundidas em chamas de H₂/O₂.

18- Quanto à transparência na região do ultra-violeta, não se observou diferenças significativas entre as amostras, indicando uma grande possibilidade de se utilizar a chama de GLP/O₂ no lugar da chama de H₂/O₂ na fusão de *quartz glass*. Deve-se observar, no entanto, que a presença de hidrocarbonetos na chama de GLP/O₂ pode contaminar o material fundido com carbono (C, CO e CO₂), podendo ou não alterar de maneira significativa algumas propriedades físicas ou químicas do *quartz glass*, como o coeficiente de expansão térmico. Portanto, a viabilidade de se utilizar o GLP no lugar do Hidrogênio deverá ser

analisado caso a caso, de acordo com os requisitos quanto às propriedades do quartz glass.

Pelos resultados obtidos neste trabalho verificamos algumas correlações de qualidade entre a matéria-prima e o produto final, relacionados ao processo de beneficiamento (*powdering* e fusão). O conhecimento completo das implicações causa-efeito são bastante complexas, envolvendo um detalhamento específico, mas que são imprescindíveis, tanto para o conhecimento científico como tecnológico, como por exemplo a influência das características geológicas na estrutura do quartzo, definindo suas propriedades físicas (como a presença e tipos de inclusões, etc.) e de que forma essas características do quartzo influenciam no seu beneficiamento e na qualidade do seu produto final (geração de bôlhas).

Apesar das limitações deste trabalho, os resultados obtidos contribuem no esclarecimento de vários fatores que podem ser problemáticos no beneficiamento do quartzo e também como orientação básica na formação de recursos humanos para transferência e desenvolvimento científico-tecnológico na área.



UNESCO

6- REFERÊNCIAS:

- (1) Adams, R. V., "Infra-red Absorption Due to Water in Glasses"; Physics and Chemistry of Glasses, Vol. 2, No. 2, 1961, Pg.39-49.
- (2) Aines, R.D. and Rossman, G.R., "Water in Minerals? A Peak in the Infrared"; Jour. of Geophysical Research, Vol. 89, No. B6, 1984, Pg. 4059-4071.
- (3) Ainslie, N.G., Mackenzie, J.D. and Turnbull, D., "Melting Kinetics of Quartz and Cristobalite"; Jour, of Phys. Chem., Vol. 65, 1961, Pg. 1718-1724.
- (4) Atkinson, B.K., "A Fracture Mechanics Study of Subcritical Tensile Cracking of Quartz in Wet Enviroment"; Pageoph, Vol. 117, 1979, Pg. 1011-1024.
- (5) Atkinson, B.K., "Subcritical Crack Growth in Geological Minerals"; Jour. of Geophysical Research, Vol. 89, No. B6, 1984, Pg. 4077 - 4114.
- (6) Austin, L. G., Van Orden, D., Mc Williams, B. and Perez, J. W., "Breakage Parameters of Some Materials in Smooth Roll Crushers"; Powder Technology, Vol. 28, 1981, Pg. 254-261.
- (7) Austin, L.G. and Bagga, P., "An Analysis of Fine Dry Grinding in Ball Mill"; Powder Technology, Vol. 28, 1983, Pg. 83-90.
- (8) Austin, L.G. and Rogers, R.S.C., "Powder Technology in Industrial Size Reduction"; Powder Technology, Vol. 42, 1985, Pg. 91-109.
- (9) Austin, L.G., Bagga, P. and Celik, M., "Breakage Properties of Some Materials in a Laboratory Ball Mill"; Powder Technology, Vol. 28, 1981, Pg. 235-241.
- (10) Austin, L.G., Barahona, C.A. and Menacho, J.M., "Investigations of Autogeneous and Semi - Autogeneous Grinding in Tumbling Ball Mill"; Powder Technlology, Vol. 51, 1987, Pg. 283-294.



- (11) Badaliane, R., Krohn, D.A. and Hasselman, D.P.H., "Effect of Slow Crack Growth on the Thermal-Stress Resistance of an $\text{Na}_2\text{O} - \text{CaO} - \text{SiO}_2$ Glass"; Jour. of The American Ceramic Society, Vol. 57, No. 10, 1974, Pg. 432-436.
- (12) Bartholomew, R.F. et. al., "Infrared Spectra of Water - Containing Glass"; Jour. of American Ceramic Society, Vol. 63, No. 9-10, 1980, Pg. 481-485.
- (13) Bell, T., Hetherington, G. and Jack, K. H., "Water in Vitreous Silica. Part 2: Some Aspects of Hydrogen - Water - Silica Equilibria"; Physics and Chemistry of Glasses, Vol. 5, 1962, Pg. 141-146.
- (14) Bond, F.C., "The Third Theory of Comminution"; Transaction AIME Mining Engineering, Vol. 193, 1952, Pg. 484-494.
- (15) Borg, I. Y. and Maxwell, J. C., "Interpretation of Fabrics of Experimentally Deformed Sand"; Am. Jour. of Science, Vol. 254, 1956, Pg. 71-81.
- (16) Bruckner, R., "Properties and Structure of Vitreous silica. I"; J. of Non-Crystalline Solids, No.5, 1970, Pg.123-175.
- (17) Buessem, W.R., "Thermal Shock Testing"; Jour. of The American Ceramic Society, Vol. 38, No. 1, 1955, Pg. 15-17.
- (17) Bruckner, R., "Properties and Structure of Vitreous Silica. II"; J. Non-Crystalline Solids, No.5, 1971, Pg.177-216.
- (18) Busby, T.S., "Gas Bubbles From Refractories"; Glass Technology, Vol. 20. No. 3, 1979, Pg. 91-95.
- (19) Charles, R.J., "Energy-Size Reduction Relationships in Comminution"; Transaction AIME Mining Engineering, Vol. 208, 1957, Pg. 80-88.

- (20) Davidge, R. W., "Effect of Microstructure on the Mechanical Properties of Ceramics"; Fracture Mechanics of Ceramics, Plenum Press - New York - London, Vol. 2, 1973, Pg. 447-462.
- (21) Dollimore, D., Horridge, T.A. and Robinson, R., "The Bulk Volume of Some Related Siliceous Materials"; Powder Technology, Vol. 7, 1973, Pg. 390-
- (22) Erdogan, F., "The Interaction Between Inclusions and Cracks"; Fracture Mechanics of Ceramics, Plenum Press - New York - London Vol. 1, 1973, Pg.245-267.
- (23) Ferguson, C.C., Lloyd, G.E. and Knipe, R. J., "Fracture Mechanics and Deformation Process in Natural Quartz: A Combined Vickers Indentation, SEM, and TEM Study"; Can. Jour. of Earth Science, Vol. 24, 1987, Pg. 544-555.
- (24) Freiman, S.W., "Effects of Chemical Enviroments on Slow Crack Growth in Glasses and Ceramics"; Jour. of Geophysical Research, Vol. 89, No. B6, 1984, Pg. 4072-4076.
- (25) Freiman, S.W., "Temperature Dependence of Crack Propagation in Glass in Alcohols"; Jour. of The American Ceramic Society - Discussion and Notes,
- (26) Gilvarry, J. J., "Fracture of Brittle Solids. I. Distribution Function for Fragment Size in Single Fracture (Theoretical)"; Jour. Applied Physics, Vol. 32, No. 3, 1961, Pg. 391-399.
- (27) Griggs, D. "A Model of Hydrolytic Weakening in Quartz"; Jour. of Geophysical Research, Vol. 79, 1974, Pg. 1653-1661.
- (28) Gupta, V.K., Zoult, H. and Hodouin, D., "The Effect of Ball and Mill Diameters on Grinding Rate Parameters in Dry Grinding Operation"; Powder Technology, Vol. 42, 1985, Pg. 199-208.



IUPAC AMP

- (29) Heising, R. A., "Quartz Crystals for Eletrical Circuits"; Van Nostrand, Princenton, New Jersey, 1946.
- (30) Hetherington, G. and Jack, K.H., "Water in Vitreous Silica. Part 1: Influence of Water Content on the Properties of Vitreous Silica"; Physics and Chemistry of Glasses, Vol. 3, No. 4, 1962, Pg. 129 - 133.
- (31) Heyes, G.W., Kersall, D.F. and Stewart, S.B., "Continuous Grinding in a Wet Rod Mill. Part. I Comparison With a Small Ball Mill"; Powder Technology, Vol. 7, 1973, Pg. 319-325.
- (32) Hogg, R., "Grinding and Mixing of Non-Metallic Powders"; Am. Cer. Soc., Vol.60, No.2, 1981, Pg.206-211, 220.
- (33) Holt, C.B., "The Shape of Particles Produced by Comminution. A Review"; Powder Technology, Vol. 28, 1981, Pg. 59-63.
- (34) Hukki, R.T., "Proposal for a Solomonic Settlement Between the Theories of Von Rittinger, Kick and Bond"; Trans. of AIME, Vol.220, 1961, Pg.403-408.
- (35) Irani, R.R., "The Interpretation of Abnormalities in the Log-Normal Distribution of Particle Size"; Jour. of Chem. Phys., Vol. 63, 1959, Pg. 1603-1607.
- (36) Iwasa, M. and Bradt, R. C., "Cleavage of Natural and Synthetic Single Crystal Quartz"; Mat. Res. Bull., Vol. 22, 1987, Pg. 1241 -1248.
- (37) Kanda, Y., Abe, Y., Yamaguchi, M. and Endo, C., "A Fundamental Study of Dry and Wet Grinding From the Viewpoint of Breaking Strength"; Powder Technology, Vol. 56, No. 1, 1988, Pg. 57-62.

- (38) Kanda, Y., Sano, S. and Yashima, S., "A Consideration of Grinding Limit Based on Fracture Mechanics"; Powder Technology, Vol 48, 1986, Pg.263-267.
- (39) Kapur, K. C., "The Energy - Size Reduction Relationships in Comminution"; Chemical Engineering Science, Vol. 26, 1971, Pg. 11-16.
- (40) Kelly, E.J., "An Empirical Study of Comminution in an Open Circuit Ball Mill"; Trans. Can. Inst. Min. Metall., Vol.73, 1970, Pg.119-127.
- (41) Kendall, K., "Influence of Powder Structure on Processing and Properties of Advanced Ceramics"; Powder Technology, Vol. 58, 1989, Pg. 151-161.
- (42) Kersall, D.F., Reid, K.J. and Restarick, C.J., "Continuous Grinding in a Wet Ball Mill. Part I. A Study of the influence of Ball Diameter"; Powder Technology, Vol. 1, 1967/68, Pg. 291-300.
- (43) Kersall, D.F., Reid, K.J. and Restarick, C.J., "Continuous Grinding in a Wet Ball Mill. Part II. A Study of the Influence of Hold-up Weight"; Powder Technology, Vol.2, 1968/69, Pg. 162-168.
- (44) Kersall, D.F., Reid, K.J. and Restarick, C.J., "Continuous Grinding in a Wet Ball Mill. Part III. A Study of Distribution of Residence Time"; Powder Technology, Vol.3, 1969, Pg. 170-178.
- (45) Kersall, D.F., Stewart, S.B. and Weller, K.R., "Continuous Grinding in a Wet Ball Mill. Part IV. A Study of Influence of Grinding Media Load and Density"; Powder Technology, Vol. 7, 1973, Pg. 293-301.

- (46) Kuwahara, Y. et. al., "Contamination of Powder During Fine Grinding"; Particuology'88 - Proceedings Trilateral Symposium on Particuology Beijing, People's Republic of China, 1988, Pg. 184-192.
- (47) Mackenzie, J.D., "Fusion of Quartz and Cristobalite"; Jour. of American Ceramic Society, Vol. 43, No. 12, 1960, Pg. 615-620.
- (48) Martin, R.J.III, "Time-Dependent Crack Growth in Quartz and its Application to the Creep of Rocks"; Jour. of Geophysical Research, Vol. 77, No. 8, 1972, Pg. 1406-1419.
- (49) Moulson, A.J. and Roberts, J.P., "Water in Silica Glass"; Trans. Brit. Cer. Soc., Vol. 59, 1960, Pg. 388-399.
- (50) Muhlich, A., Bonewitz, H.U. and Rau, K.H., "Semi - Finished Silica Products for Optical Fibre Fabrication"; Glass Technology, Vol. 21, No. 1, 1980, Pg. 4-5.
- (51) Nemec, L., "The Behaviour of Bubbles in Glass Melts. Part 1. Bubbles Size Controlled by Diffusion"; Glass Technology, Vol. 21, No. 3, 1980, Pg. 134-138.
- (52) Nemec, L., "The Behaviour of Bubbles in Glass Melts. Part 2. Bubbles Size Controlled by Diffusion and Chemical Reaction"; Glass Technology, Vol. 21, No. 3, 1980, Pg. 139-144.
- (53) Newman, S., Stolper, E.M. and Epstein, S., "Measurements of Water in Rhyolitic Glasses. Calibration of an Infrared Spectroscopic Technique"; Am. Mineralogist, Vol. 71, 1986, Pg. 1527-1541.
- (54) Nomura, S. and Tanaka, T., "Analysis of Mill Capacity Using a Theoretically Derived Selection Function Applied to Ball and Hardgrove Mills"; Powder Technology, Vol. 58, No. 2, 1989, Pg. 117-124.

- (55) Opoczky, L., "Fine Grinding and Agglomeration of Silicates"; Powder Technology, Vol. 17, 1977, Pg. 1-7.
- (56) Pandolfelli, V. C., Varela, J. A., Silva, E. L. e Casarini, J. R., "Variáveis do Processo de Moagem para Produção de Refratários Especiais de Óxido de Alumínio"; Rev. Cerâmica, Vol. 32, 1986, Pg. 135-140.
- (57) Papanikolau, E. and Wachters, A.J.H., "A Theory of Bubble Growth at Chemical Equilibrium With the Application to the Hydrogen Reboil in Fused Silica"; Philips Journal of Research, Vol. 35, No. 1, 1980, Pg. 59-93.
- (58) Paterson, M. S., "The Determination of Hydroxyl by Infrared Absorption in Quartz, Silicate Glasses and Familiar Materials"; Bull. Mineral., Vol. 105, 1982, Pg. 20-29.
- (59) Paul Williams, J. et. al., "Direct Determination of Water in Glass"; Am. Cer. Soc. Bull., Vol. 55, No. 5, 1976, Pg. 524-527.
- (60) Pauw, O.G. and Maré, M.S., "The Determination of Optimum Impact - Breakage Routes for an Ore"; Powder Technology, Vol. 54, 1988, Pg. 3-13.
- (61) Pauw, O.G., "The Minimization of Overbreakage During Repetitive Impact Breakage of Single Ore Particles"; Powder Technology, Vol. 56, No. 4, 1988, Pg. 251-257.
- (62) Peleg, M., Normand, M. D. and Rosenau, J. R., "The Distribution Function for Particle Populations Having a Finite Size Range and a Mode Independent of the Spread"; Powder Technology, Vol. 46, 1986, Pg. 209-214.



- (63) Peterson, T. W., Scotto, M. V. and Sarofim, A. F., "Comparison of Comminution Data With Analytical Solutions of the Fragmentation Equation"; Powder Technology, Vol. 45, 1985, Pg.87-93.
- (64) Physical Properties Committee for the Society, "The Measurements of Water in Glass"; Glass Technology, Vol. 23, No. 6, 1982, Pg. 249-250.
- (65) Roedder, E., "Fluid Inclusions"; Reviews in Mineralogy, Am. Soc. Mineral., Vol.12, 1984, (Series Ed. Paul H. Ribbe).
- (66) Schuhmann, R. Jr., "Energy Input and Size Distribution in Comminution"; Trans. of Am. Ins. of Min. Met. and Pet. Eng., Vol. 217, 1960, Pg. 22-25.
- (67) Shelby, J. E., Vitko, J. Jr. and Benner, R. E., "Quantitative Determination of the Hydroxyl Content of Vitreous Silica"; Communications of the American Ceramic Society, 1982, Pg. C-59 - C-60.
- (68) Simpson, L.A., "Microstructural Considerations for the Application of Fracture Mechanics Techniques"; Fracture Mechanics of Ceramics, Plenum Press - New York - London, Vol. 2, 1973, Pg. 567-577.
- (69) Smith, H.D. and Mattox, D.M., "Estimates of the Melting Rate of Quartz"; Glass Technology, Vol. 23, No. 6, 1982, Pg. 277-281.
- (70) Steen, G.H.A.M.van der. and Papanikolau, E., "Introduction and Removal of Hydroxyl Groups in Vitreous Silica. Part I. Influence of the Melting Conditions on the Hydroxyl Content in Vitreous Silica"; Philips Res. Repts., Vol. 30, 1975, Pg. 103-119.



- (71) Steen, G.H.A.M. van der., "Introduction and Removal of Hydroxyl Groups in Vitreous Silica. Part III. Some Thermodynamic Data on the Reduction of Vitreous Silica"; Philips Res. Repts., Vol. 30, 1975, Pg. 309-319.
- (72) Steen, G.H.A.M. van der. and Papanikolau, E., "Introduction and Removal of Hydroxyl Groups in Vitreous Silica. Part II. Chemical and Physical Solubility of Hydrogen in Vitreous Silica"; Philips Res. Repts., Vol. 30, 1975, Pg. 192-205.
- (73) Su, G.J., Borrelli, N.F. and Miller, A.R., "An Interpretation of the Infrared Spectra of Silicate Glasses"; Physics and Chemistry of Glasses, Vol. 3, No. 5, 1962, Pg. 167-176.
- (74) Torikai, D., Hummel, D. C. A. and Suzuki, C. K., "Fusion Tests for Bubbles Generation From Inclusions in Lascas"; Anais do Bo. CBECIMAT, 1988, Pg. 428-431.
- (75) Visser, J., "An Invited Review. Van der Waals and Other Cohesive Forces Affecting Powder Fluidization"; Powder Technology, Vol. 58, 1989, Pg. 1-10.
- (76) Walker, D. R. and Shaw, M. C., "A Physical Explanation of the Empirical Law of Comminution"; Transaction AIME, March 1954, Pg. 313-320.
- (77) Walraten, G.E. and Samanta, S.R., "Infrared Absorbance Spectra and Interactions Involving OH Groups in Fused Silica"; Jour. Chem. Phys., Vol. 61, No. 1, 1978, Pg. 493-495.
- (78) Yashima, S., Kanda, Y. and Sano, S., "Relationships Between Particle Size and Fracture Energy or Impact Velocity Required to Fracture as Estimated From Single Particle Crushing"; Powder Technology, Vol. 51, No. 3, 1987, Pg. 277-282.



- (79) Beraldo, J.L., 1987, "Moagem de Minérios em Moedores Tubulares"; São Paulo, Editora Edgard Blücher Ltda., 140p.
- (80) Hayden, W., Moffatt, W. G. and Wulff, J., 1965, Vol. III., "Mechanical Behavior"; New York - London - Sydney, John Wiley and Sons, Inc., pp. 143-215.
- (81) Irani, R.R. and Callis, C.F., 1963, "Particle Size: Measurement, Interpretation, and Application"; New York - London, John Wiley and Sons, Inc., 165p.
- (82) Lynch, A.J., 1977, "Mineral Crushing and Grinding Circuits. Their Simulation, Optimization, Design and Control"; Amsterdam - Oxford - New York, Elsevier Scientific Publishing Company, 340p.
- (83) Boletim de Preços, DNPM, No.68, Jan/Fev/mar/1989.