

Este exemplar corresponde à redação final da tese defendida pelo aluno Norberto Aranha e aprovada pela Comissão Julgadora.

Luiz Carlos Barbosa

"FUSÃO, REFINAMENTO E EXTRUSÃO DE VIDROS
COMPOSTOS PARA APLICAÇÕES EM FIBRAS ÓPTICAS"

NORBERTO ARANHA

ORIENTADOR: Prof. Dr. Luiz Carlos Barbosa

Tese apresentada ao Instituto de Física
"Gleb Wataghin" da Universidade Estadual
de Campinas - UNICAMP, para a obtenção
do Título de MESTRE EM FÍSICA.

Agosto de 1987.

À meus pais

Juarez e Josefina.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Luis Carlos Barbosa pelo apoio e orientação dada a este trabalho.

À Simone, pelo apoio e ajuda.

À José Brésil pelos ensinamentos práticos.

À João Pink pela preparação das amostras de vidro.

À Tina, Dinei e Vicene, pela amizade e às noites de estudo.

À José Flávio pelo apoio dado durante a minha graduação.

Ao pessoal do projeto Fibras Ópticas, em particular a João Mendes e Danilo.

À Maria Luiza pela paciência e datilografia deste trabalho.

À Telebrás pela possibilidade de desenvolvimento deste trabalho.

R E S U M O

A utilização da indução para a fusão de vidros é um dos métodos mais puros, uma vez que o vidro é fundido diretamente, eliminando por exemplo a contaminação provocada por refratários. Neste trabalho mostraremos o preparo das matérias-primas e as características que envolvem a fusão de vidros compostos em forno de indução de RF, especificando entre outras coisas o tipo de pré-aquecimento necessário para cadinhos de mulite e de quartzo.

Durante a fusão é necessária a retirada de bolhas que permanecem dentro do vidro fundido. Testamos portanto três métodos para a retirada dessas bolhas: a) a vácuo, b) borbulhamento de gases e c) cadinho acelerado. Estes métodos apresentam grande eficiência, sendo os dois primeiros os que mais se destacam, como veremos detalhadamente neste trabalho. Por questões práticas, o método escolhido por nós foi o de borbulhamento de He.

Além das experiências de fusão e refinamento do vidro, fizemos um estudo preliminar a respeito dos mecanismos de deslizamento que sofre o vidro durante a extrusão, a qual pode ser utilizada para a obtenção de barras e tubos que servirão para a fabricação de fibras ópticas para curtas distâncias pelo método "rod-in-tube". Utilizamos basicamente três diferentes composições de vidros: A = 70% B_2O_3 + 30% PbO; B = 37,3% B_2O_3 + 42,3% SiO_2 + 19,4% Na_2O + 1% Al_2O_3 ; C = 34,25% PbO + 25,04% P_2O_5 + 23,91% Nb_2O_5 + 16,80% K_2O (% em mol)

Veremos que o escoamento do vidro A é regido pelo mecanismo de "adesão à parede", enquanto os vidros B e C são regidos pelo mecanismo de "filme deslizante".

Durante a extrusão, observaremos também "anomalias do fluxo" que são provocadas pela variação da viscosidade do vidro devido à "tensão de cisalhamento" que este sofre ao fluir pelo canal do "die".

ABSTRACT

Using induction furnace to glass melting is one of the purest methods, because the glass is melted directly, removing, for example, the contamination caused by refractories.

In this work we will show the raw materials preparation and the characteristics that involve the compound glasses melting in an induction furnace (RF), specifying the kind of initial heating used for mullite and quartz crucibles.

During the melting, it is necessary to remove the bubbles that remain inside the melted glass. We had tested the following three methods: (a) vacuum, (b) gas bubbling, (c) accelerated crucible. These methods present a great efficiency, and (a) and (b) are better, as we will see in details in this work. For practical reasons, the selected method was He bubbling. Besides, the glass melting and refinement experiences, we had made a preliminary study related to the sliding mechanisms that the glasses suffer during extrusion. This method can be used to rods and tubes production, that will serve to fiber optics to short distances fabrication by the method rod-in-tube. Three basic different glasses compositions were tested: A = 70% B₂O₃ + 30% PbO; B = 37,3% B₂O₃ + 42,3% SiO₂ + 19,4% Na₂O + 1% Al₂O₃; C = 34,25% PbO + 25,04% P₂O₅ + 23,91% Nb₂O₅ + 16,80% K₂O (% em mol).

We will see that the glass flow is explained by the "Channel adhesion" mechanism, and B and C glasses are explained by the "sliding film" mechanism.

During the extrusion, we will also observe "flow anomalies" that are caused by glass viscosity variety due to "shear stress" that the glass suffer when flows through the "die" channel.

Í N D I C E

	pg.
CAPÍTULO I - INTRODUÇÃO	001
CAPÍTULO II - TEORIA	
II-1 Tipos de Extrusão	008
II-2 Variáveis que Influenciam na Extrusão	010
II-2-1 Pressão	010
II-2-2 Temperatura e Viscosidade	013
II-2-3 Tipos de Vidros	014
II-2-4 Velocidade de Extrusão	017
II-2-5 "Dies"	017
II-3 Tipos de Escoamento no Canal do "Die"	018
II-3-1 Adesão à Parede	019
II-3-2 Filme Deslizante	020
II-3-3 Deslizamento na Parede	023
CAPÍTULO III - PARTE EXPERIMENTAL	
III-1 Fornos para Fusão de Vidros	025
III-2 Materias-Primas (preparação)	028
III-3 Fução do Vidro	028
III-3-1 Prê-aquecimento com Susceptor de grafite.	031
III-3-2 Prê-aquecimento com Forno de Resistência.	034

	pg.
III-4 Refinamento	036
III-4-1 Vácuo	036
III-4-2 Borbulhamento de He	039
III-4-3 Cadinho Acelerado	040
III-5 Transferência do Vidro para a Matriz	042
III-6 Curvas de Dilatação	043
III-7 Sistema de Extrusão	045
III-7-1 Prensa	047
III-7-2 Forno de Resistência	047
III-7-3 Contrôles de Potência do Forno	047
III-7-4 Matriz	047
III-7-5 "Die"	050
III-7-6 Refrigeração	053
III-7-7 Termopar	053

CAPÍTULO IV - RESULTADOS e DISCUSSÕES

IV-1 Fusão dos Vidros	054
IV-2 Refinamento	057
IV-3 Curvas de Dilatação	059
IV-4 Sistema de Extrusão	074
IV-5 Vidro A	077
IV-5-1 Características da Superfície da Barra.	077
IV-5-2 Bôlhas e Cristalização	080
IV-5-3 Curvas de Velocidade de Extrusão	083

	pg.
IV-6 Vidro B	086
IV-6-1 Características da Superfície da Barra	087
IV-6-2 Bôlhas e Cristalização	090
IV-6-3 Curvas de Velocidade de Extrusão	094
IV-6-4 Extrusão de Tubos	104
IV-7 Vidro C	112
IV-7-1 Curvas de Velocidade de Extrusão	113
IV-8 Anomalias do Fluxo Durante a Extrusão	118
CAPÍTULO V - CONCLUSÃO	126
Sugestões para trabalhos futuros	128
Apêndice I	129
Apêndice II	131
Apêndice III	133
Apêndice IV	134
Apêndice V	138
Referências	140

CAPÍTULO I

I N T R O D U Ç Ã O

Desde que se tornou possível a obtenção de luz coerente de frequência e fase uniformes, com a descoberta do laser, a expectativa em relação a comunicação óptica cresceu vertiginosamente. Diversos métodos foram pesquisados, entre os quais destacamos as fibras ópticas.

Na época a fibra óptica já era utilizada para endoscopia, porém apresentava perdas de sinal superiores a 100 dB/Km. As pesquisas foram avançando e em 1968 companhias japonesas⁽¹⁾ desenvolveram a primeira fibra óptica com índice gradual do mundo (a fibra selfoc) de vidro composto.

Em 1970 a companhia Corning Glass dos EUA fabricou fibras ópticas de baixas perdas com grande capacidade de transmissão, pelo método denominado CVD (Chemical Vapour Deposition). Já em 1977 a Nippon Electric Company⁽²⁾ implantou o primeiro sistema de transmissão de PCM utilizando fibras ópticas de vidros compostos (Selfoc) monomodo, com capacidade de 400 Mb/S, utilizando repetidores a cada 5,2 km.

As fibras tinham comprimentos de 1,2 km e 0,5 km, sendo que a perda de cada fibra era de 5,9 dB/km, isto para um comprimento de onda de 0,83 μ m. A mínima perda a cada 4,2 Km era de 30,6 dB.

Apesar deste sistema apresentar bons resultados as pesquisas voltaram-se para as fibras de alta sílica, sendo um dos métodos para a sua fabricação o MCVD⁽³⁾ (Modified Chemical Vapor Deposition). Estas fibras são mais adequadas para sistemas de telecomunicações, apresentando pequenas perdas como mostra a tabela 1.

Tabela 1. - Tipos de fibras com suas respectivas perdas.

Tipo de fibra	Comprimento de onda (μm)	Perda dB/Km
Monomodo	1,3	0,6
Monomodo	1,55	0,35
Multimodo	0,85	2,3

As fibras ópticas de vidros compostos ficaram portanto restritas a aplicações a curtas distâncias pois apresentam perdas maiores do que as fibras de alta sílica (fibras para telecomunicações), além de terem diâmetro e abertura numérica grandes.

Como vantagens das fibras de vidros compostos podemos citar: excelente eficiência no acoplamento com a fonte luminosa, utilização de leds ao invés de lasers, incremento mínimo na perda de transmissão que surgem com o encurvamento após as instalações, bom desempenho em ambientes externos onde as mudanças de temperatura são bruscas, utilização de conectores mais baratos, etc.

Os vidros utilizados na fabricação dessas fibras

são basicamente semelhantes aos vidros ópticos utilizados em lentes de câmeras fotográficas e a faixa de escolha quanto a composição química e índice de refração é ampla.

A seguir temos três métodos para a fabricação de fibras ópticas de vidros compostos.

1 - Glass-on-Glass

A técnica consiste em derramar uma camada de vidro que formará a casca da fibra, figura 1, sobre a superfície do vidro que formará o núcleo, já fundido no interior de um cadinho⁽⁴⁾. Uma barra composta é então puxada da superfície por intermédio de outra barra que é introduzida no material do cadinho até atingir o vidro do núcleo e puxada, obtendo-se a proforma que será depois puxada em fibras.

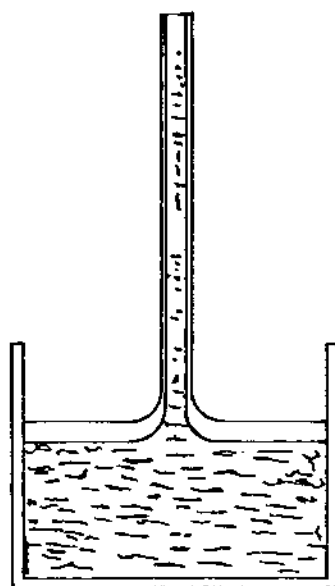


Fig. 1 - Confeccção de proformas pelo método "Glass-on-Glass"⁽⁵⁾.

2 - Cadinho Duplo

Neste método⁽⁶⁾ colocamos o vidro do núcleo com alto índice de refração no cadinho interno e no cadinho externo o vidro da casca que apresenta menor índice de refração com relação ao vidro do núcleo. A seguir a fibra é então puxada do orifício na base dos cadinhos. É um processo contínuo, e por isso indicado para a produção de fibras ópticas em larga escala. A figura 2 ilustra este processo.

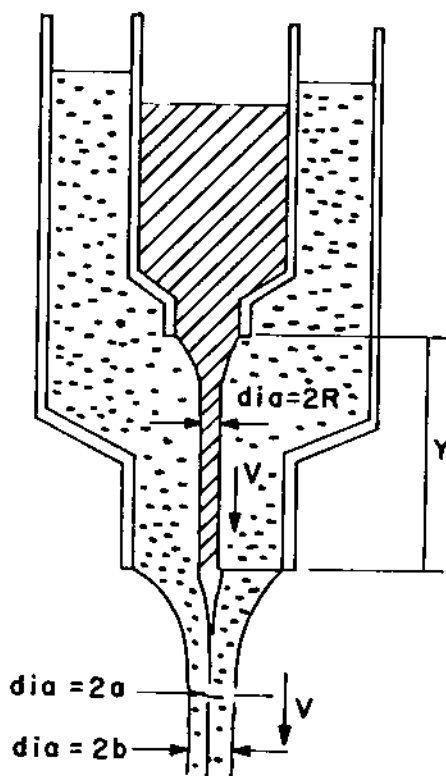


Fig. 2 - Processo de puxamento de fibras ópticas pelo método do cadinho duplo⁽⁷⁾.

3 - Rod-in-Tube

Está técnica consiste em obter-se uma barra e um tubo de vidros compostos⁽⁸⁾ que formarão a preforma que é puxada posteriormente em fibras como mostra a figura 3. A técnica rod-in-tube é mais apropriada à produção de fibras de altas perdas, com perfil de índice de refração degrau e dimensões relativamente grandes, onde a atenuação do vidro da casca não seja um fator crítico.

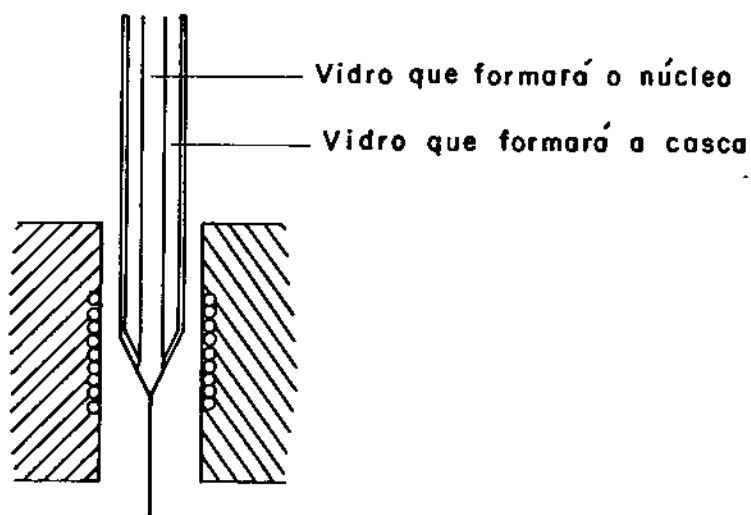


Fig. 3 - Preparação de preformas e puxamento pelo método "rod-in-tube"⁽⁹⁾.

Este trabalho está voltado para a técnica rod-in-tube onde tanto a barra quanto o tubo podem ser obtidos através da extrusão de vidros compostos, método este também utilizado na produção de tubos de quartzo⁽¹⁰⁾ para a fabricação de fibras de alta sílica (ou fibra para telecomunicações) como mostra a figura 4.

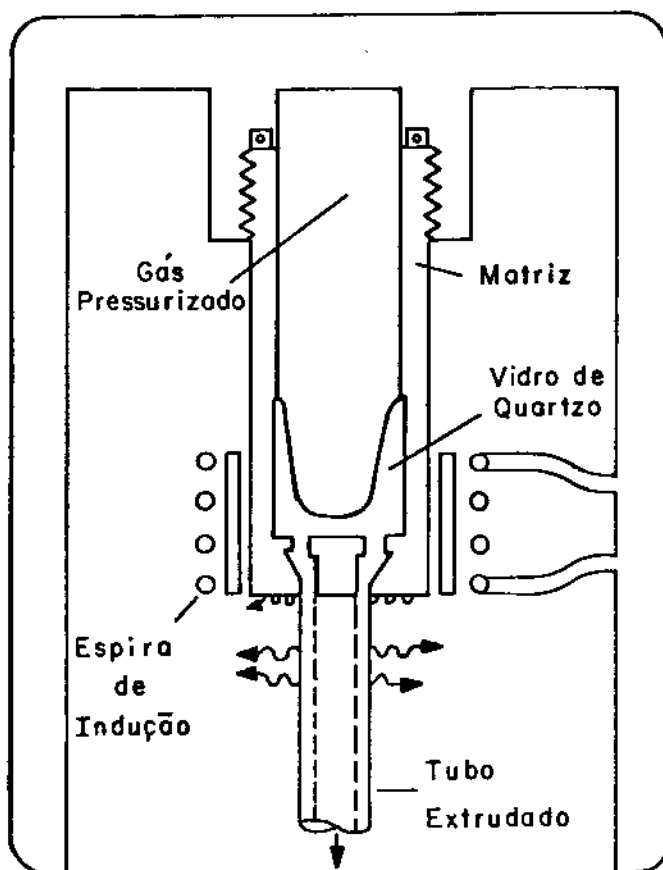


Fig. 4 - Sistema de Extrusão para tubo de quartzo⁽¹¹⁾.

O processo de preparação dos vidros compostos em geral apresenta vários detalhes, este trabalho portanto tenta esclarecer ao máximo, principalmente em relação a parte prática, as etapas e problemas enfrentados durante o preparo, fusão e refinamento dos vidros. Veremos as etapas envolvidas na fusão em forno de indução⁽¹²⁾ (RF) e alguns métodos de refinamento para a retirada de bôlhas. Uma vez pronto o vidro testaremos o sistema de extrusão onde iniciaremos um estudo preliminar a respeito dos mecanismos de deslizamento do vidro na saída da matriz⁽¹³⁾ (canal do "die"). Para isto testamos três sistemas de vidros cujas composições estão na tabela 2. Inicialmente utilizamos o vidro "A" por ser bastante conhecido e de fácil fusão, afim de testarmos o sistema de extrusão observando as dificuldades encontradas. Uma vez sanados os problemas iniciais, a nossas atenções voltaram-se para os vidros "B" e "C" por apresentarem composições mais próximas para a fabricação de fibras de curtas distâncias, e pelo fato do Brasil deter uma das maiores jazidas tanto de quartzo quanto de nióbio.

Vidro	Composição dos vidros (mol%)							
	B ₂ O ₃	PbO	SiO ₂	Na ₂ O	Al ₂ O ₃	P ₂ O ₅	Nb ₂ O ₅	K ₂ O
A	70	30	-	-	-	-	-	-
B	37,3	-	42,3	19,4	1	-	-	-
C	-	34,25	-	-	-	25,04	23,91	16,80

Tabela 1 - Composição inicial dos vidros utilizados.

CAPÍTULO II

T E O R I AII-1 - Extrusão

Extrusão é um processo pelo qual um bloco de vidro alojado no interior da matriz é comprimido por um pistão e flui através de um orifício denominado "die", o qual dará a forma final ao vidro extrudado. Tal processo é realizado a altas pressões e temperaturas. Em geral, a extrusão é utilizada para produzir barras e tubos cilíndricos.

A extrusão subdivide-se em dois tipos⁽¹⁴⁾:

a) Direta - Neste tipo de extrusão o vidro é pressionado contra o "die" pelo pistão que está conectado a prensa, como mostrado na fig. 5 -a.

O fluxo do vidro extrudado, neste caso, tem o mesmo sentido de movimento do pistão.

b) Inversa - Na extrusão inversa o vidro escôa em oposição ao movimento do pistão, fig. 5 -b. Neste caso, o pistão ôco move-se em relação a matriz, mas não ocorre movimento relativo entre as superfícies do vidro e da matriz, eliminando o atrito entre essas duas superfícies e reduzindo assim a pressão requerida para a extrusão.

Como vantagens desse tipo de extrusão podemos citar:

1 - Menor pressão requerida para a extrusão.

2 - Devido a ausência de movimento relativa entre

o vidro e a matriz a pressão de extrusão não é proporcional ao comprimento do tarugo de vidro.

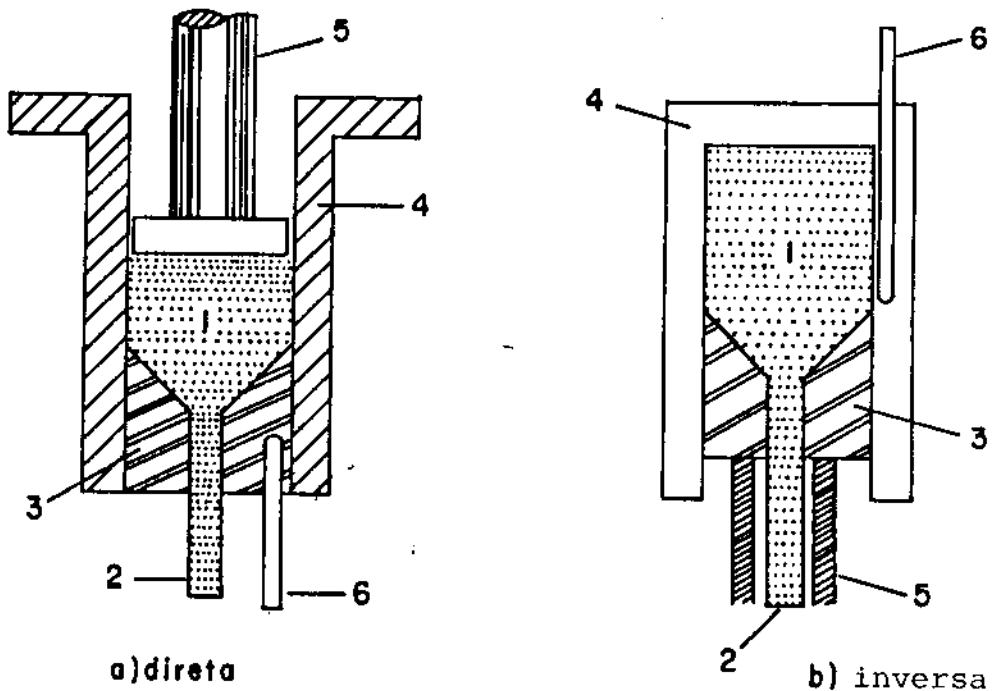
3 - A vida dos componentes do sistema, tais como: pistão, matriz, etc., é maior que na extrusão direta.

Algumas desvantagens:

1 - Dificuldade na limpeza da matriz após a extrusão.

2 - O tamanho da barra (ou tubo) extrudada (\varnothing) é limitada pelo tamanho do pistão.

3 - Maior dificuldade na confecção das peças do sistema.



- 1 - vidro
- 2 - barra extrudada
- 3 - die

- 4 - matriz
- 5 - pistão
- 6 - termopar

Fig. 5 - Tipos de Extrusão: (15) a) direta b) inversa.

II-2 - Variáveis que influenciam na extrusão

II-2-1 Pressão

A pressão de extrusão depende de diversos fatores tais como: tipo de extrusão, viscosidade do vidro, geometria e material do "die" e da redução de área.

A pressão de trabalho na extrusão inversa é menor pois não existe atrito entre o vidro e a matriz, sendo também o escoamento mais uniforme.

A análise das curvas⁽¹⁶⁾ de pressão de extrusão versus percurso do pistão, fig. 6 , mostra que o processo de extrusão direta apresenta um nível de pressão inicial mais elevado do que o da extrusão inversa. Na extrusão direta a pressão inicial para fazer o vidro fluir pelo "die" apresenta um nível elevado, que com o avanço do pistão decresce continuamente até um valor mínimo, para depois tender a crescer novamente quando o percurso do pistão chega ao final. Na extrusão inversa a pressão se manteria idealmente constante, porém cresce um pouco com o avanço do pistão devido a resíduos do vidro que ficam retidos entre o "die" (que neste caso é o próprio pistão) e a matriz, dificultando o movimento.

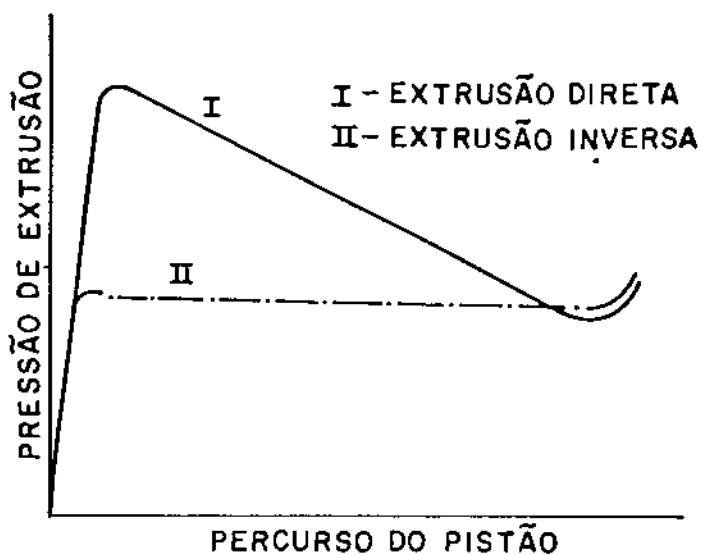


Fig. 6 - Curvas de pressão de extrusão versus percurso do pistão⁽¹⁷⁾

A razão de extrusão R é definida como a razão entre a área de seção reta inicial do bloco de vidro pela área de seção reta da barra de vidro após a extrusão,

$$R = \frac{A_o}{A_f} \quad (1)$$

A pressão de extrusão⁽¹⁸⁾ é uma função aproximadamente linear do logaritmo natural da razão de extrusão. Portanto, a força de extrusão F é dada por

$$F = \tau_o A_o \ln \frac{A_o}{A_f} \quad (2)$$

Se τ_o for tomado como a tensão uniaxial do fluxo nas condições de temperatura e taxa de deformação utilizadas durante a extrusão, a equação 2 prevê uma força de extrusão 50% menor do que aquela observada na prática. Supondo a extrusão em condições ideais estimaremos a seguir a pressão necessária. Considere a extrusão de um cilindro maciço de vidro de comprimento L_o , área de seção reta A_o , em uma barra de comprimento L_f e área de seção reta A_f . Levando em conta a hipótese de não haver atrito e deformação uniforme, isto é, não existem regiões com altas deformações de cisalhamento o trabalho por unidade de volume necessário para aumentar o comprimento da barra extrudada pelo incremento dL é dado por:

$$dW = \tau \, d\varepsilon_1 = \tau_o \frac{dL}{L} \quad (3)$$

O trabalho total necessário para deformar o vidro é:

$$w = \tau_o V \int_{L_o}^{L_f} \frac{dL}{L} \quad (4)$$

onde $V = AL$ é o volume do vidro.

Portanto,

$$\omega = \tau_0 V \ln \frac{Lf}{L_0} \quad (5)$$

O trabalho realizado pelo pistão em mover-se através de uma distância L é dado por

$$\omega = fL = p AL \quad (6)$$

onde f = força no pistão

p = pressão de extrusão

Igualando o trabalho necessário para deformar o vidro com o trabalho de extrusão do pistão, obtemos a equação 7 para a pressão de extrusão.

$$p = \tau_0 \ln \frac{Lf}{L_0} = \tau_0 \ln \frac{A_0}{A_f} \quad (7)$$

Na realidade a equação acima prevê uma pressão de extrusão 50% menor do que a necessária pois não foi levado em conta o atrito e a não homogeneidade da deformação. Caso isto seja considerado, teremos por exemplo para uma extrusão através de um "die" plano a seguinte relação:

$$p = \tau_0 \left\{ (\beta \ln R - 1) \exp \frac{4fL}{D} + 1 \right\} \quad (8)$$

onde

R = razão de extrusão

f = coeficiente de atrito entre o bloco de vidro e a matriz de diâmetro interno D .

L = comprimento do bloco de vidro no interior da matriz.

$\beta \sim 1,5$ = fator de forma

D = diâmetro interno da matriz

O coeficiente de atrito pode ser avaliado medindo as pressões necessárias para extrudar dois blocos de vidro de diferentes comprimentos, pois

$$\frac{p_1}{p_2} = \exp \frac{4f}{D} (L_1 - L_2) \quad (9)$$

A pressão de extrusão pode também ser expressa em termos da razão de extrusão por equações de forma:

$$p = \tau_o (C_1 + C_2 \ln R) \quad (10)$$

onde as constantes C_1 e C_2 dependem das condições de atrito e do ângulo do "die".

II-2-2 - Temperatura e Viscosidade

A viscosidade relaciona-se com a temperatura segundo a equação:

$$\log \eta = A + \frac{B}{T} \quad (11)$$

onde

η = viscosidade

T = temperatura

A = constante

B = constante denominada de energia de ativação.

A figura 7 mostra uma curva típica da viscosidade⁽¹⁹⁾ em função da temperatura, com os respectivos pontos característicos.

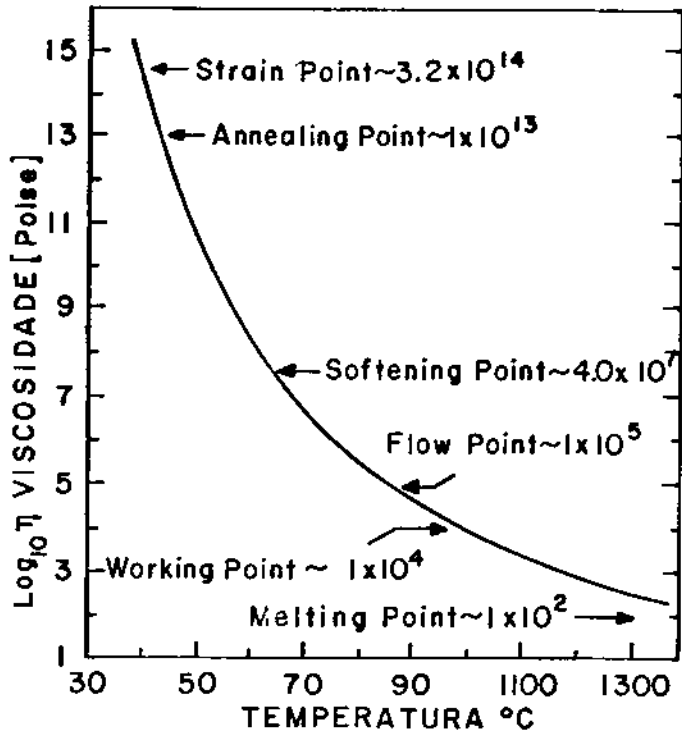


Fig. 7 - Curva de viscosidade em função da temperatura para um vidro soda-lime(20)*

O controle da temperatura deve ser tal que mantenha a viscosidade do vidro praticamente constante durante a extrusão, evitando assim variações na barra (ou tubo) extrudada(o). Todavia tal controle pode ser mais ou menos complicado dependendo do tipo de vidro que está sendo extrudado, da distribuição de temperatura no forno e do tipo de controle eletrônico utilizado para acionar o forno.

II-2-3 - Tipos de Vidro

a) Vidros Curtos e Longos

Vidros curtos⁽²¹⁾ são aqueles que apresentam grandes variações na viscosidade para pequenas variações na temperatura, portanto o controle da temperatura se torna mais crítico. Vidros desse tipo não são facilmente extrudados. Por outro lado, vidros longos apresentam características opostas, ou seja, a viscosidade desses vidros varia pouco com a temperatura, proporcionando uma maior variação desta duran

*A definição dos pontos assinalados na curva encontram-se no apêndice II

te a extrusão sem afetar o processo. Portanto esses vidros são mais facilmente extrudados. Na fig.8 temos curvas de alguns vidros longos e curtos. A tabela 3 também ilustra esses tipos de vidros, onde temos a variação de temperatura (ΔT) para os pontos de softening e working.

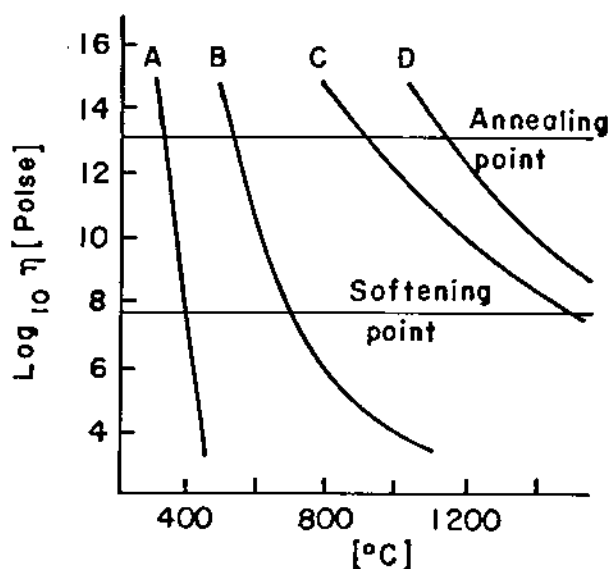


Fig. 8 - Tipos de vidros⁽²²⁾: A e B - Vidros curtos
C e D - Vidros longos

Tabela 3 - Variação da viscosidade com a temperatura de alguns vidros Corning⁽²³⁾.

Código dos Vidros	Composição dos Vidros (% em mol)						Temp. dos vidros em °C, para as viscosidades de :		Δt (°C)
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	B ₂ O ₃	Na ₂ O	K ₂ O	PbO	(Poise)		
							10 ^{7,5}	10 ⁴	
7250	78	2	15	5	-	-	780	1190	410
7720	73	2	15	4	-	6	755	1140	385
0010	63	1	-	7	7	22	625	485	360
7570	3	11	11	-	-	75	440	560	120
8363	5	3	10	-	-	82	315	380	65

b) Vidros de Fácil Cristalização

No processo de extrusão, grandes forças de deformação são exercidas sobre o vidro. Deste modo, a extrusão de vidros pode ser feita a uma alta viscosidade, e portanto a baixa temperatura, sendo este o método convencional. Aplicando pressões da ordem de 10^8 N/m^2 é possível ir acima de uma viscosidade de 10^8 poise. Isto é uma grande vantagem para vidros que devitrificam facilmente, isto é, cristalizam. Na figura 9 vemos que a faixa de viscosidade D, em que a tendência à cristalização é muito forte (24), está no meio da faixa de trabalho do método convencional (P). Portanto, vidros que apresentam facilidade de cristalização podem ser extrudados desde que consigamos manter sua viscosidade acima da região de cristalização

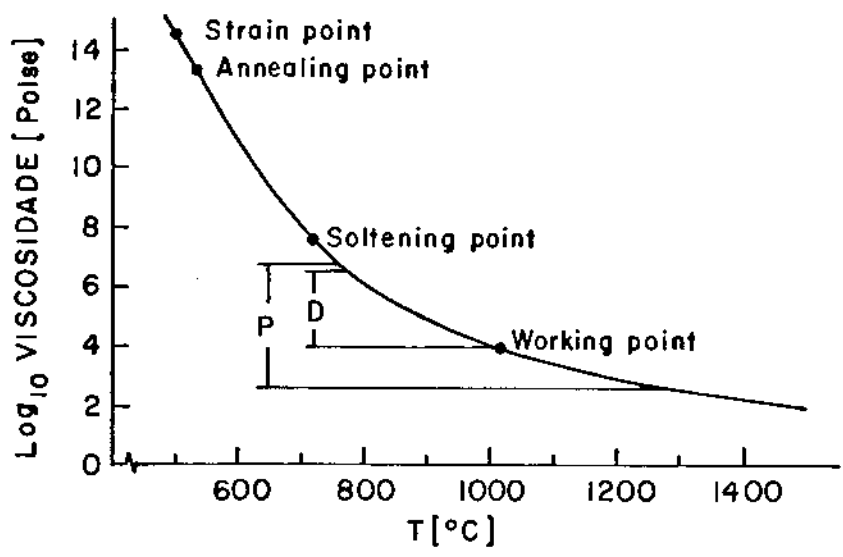


Fig. 9 - Curva de viscosidade em função da temperatura de um vidro soda-lime(25).

II-2-4 - Velocidade de Extrusão

A velocidade de extrusão deve ser escolhida de modo que seja compatível com o sistema, produzindo um material extrudado o mais perfeito possível. Observa-se que conforme se aumenta a pressão, para uma dada temperatura de trabalho, aumenta também a velocidade de extrusão, por sua vez essa velocidade não pode ter valores muito elevados pois provocaria o desequilíbrio do sistema, uma vez que temos um sistema dinâmico onde há um gradiente de temperatura ao longo da matriz. Valores elevados da velocidade provocariam variações na temperatura do "die", dificultando o controle da mesma. Como resultado teríamos variações no diâmetro da barra (ou tubo) extrudada (o), além de trincas no vidro devido ao choque térmico uma vez que para grandes velocidades haveria um resfriamento muito rápido do material extrudado. Portanto, a velocidade de extrusão deve ser tal que possa garantir um controle da temperatura e um resfriamento admissível para o vidro.

II-2-5 - "Dies"

O "die" é uma das variáveis mais importantes no processo de extrusão, uma vez que ele dará a forma final ao material extrudado⁽²⁶⁾, sendo a sua geometria e o tipo de material de que é feito, os dois fatores mais importantes. Na fig. 10 temos em corte dois tipos de "dies" para a extrusão de barras.

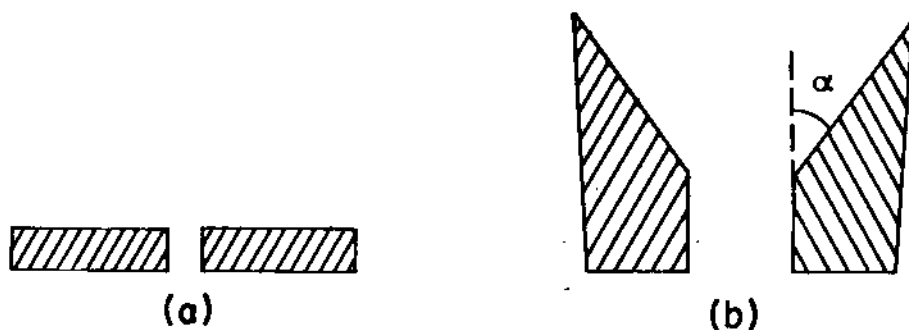


Fig.10 - Formatos de "dies" para a extrusão de barras:
(a-Reto, b-Cônico)

Não há uma regra precisa para relacionar o ângulo de entrada (α) com o nível de pressão de extrusão, pois a medida em que a pressão tende a cair com o aumento do ângulo de entrada, o aumento da área de contacto com o vidro eleva esta pressão devido ao aumento da força de atrito.

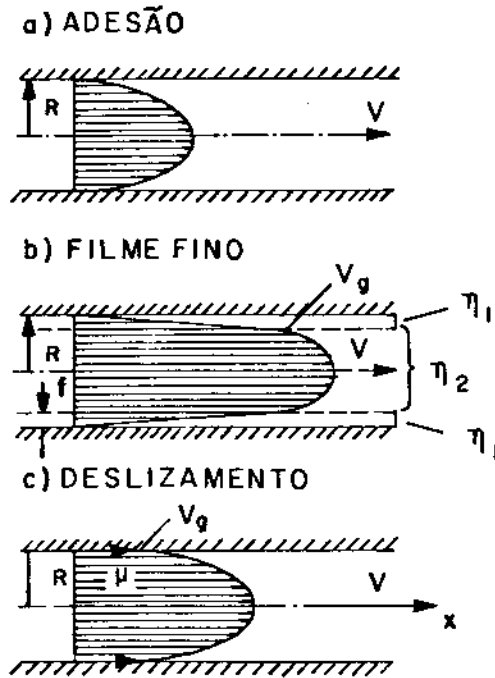
"Dies" de superfícies planas, isto é, com ângulos de entrada de 90° (fig.10-a) apresentam escoamento menos uniforme do que em "dies" com aberturas cônicas, apesar destes apresentarem um nível de força de atrito maior.

Quanto mais elevado a pressão, e consequentemente a velocidade de extrusão, maior a deformação da barra.

II-3 - Tipos de Escoamento no Canal do "Die".

O comportamento do escoamento de um líquido incompressível através de um orifício pode ser descrito, para

o caso de "fluxo laminar," através de três condições limitantes diferentes⁽²⁷⁾. As figuras (11-a) a (11-c) mostram os perfis de velocidades correspondentes na passagem através de um canal de abertura transversal de forma circular.



V = velocidade do fluxo
 V_g = velocidade de cisalhamento
 η_1 = viscosidade da casca
 η_2 = viscosidade do vidro
 μ = coeficiente de atrito de Coulomb.

Fig.11 - Perfis de velocidade no canal do "die"⁽²⁸⁾.

II-3-1 - Adesão à Parede

Para o caso da aderência do líquido corrente na parede do canal, uma distribuição de velocidade parabólica sobre o raio do canal (figura 11-a) é obtida segundo a equação :

$$v(r) = \frac{R^2 - r^2}{4\eta L} \Delta p \quad (12)$$

onde R significa o raio do canal, r a coordenada radial, L o comprimento do canal, η a viscosidade dinãmica do fluido e Δp o gradiente de pressãõ.

A vazãõ volumetrica \dot{V} que equivale à integral de superfície da velocidade ao longo da secção transversal total do canal do "die" é dada por:

$$\dot{V} = \frac{\pi R^4}{8\eta L} \Delta p \tag{13}$$

Esta equaçãõ é conhecida como lei de "Hagen-Poiseuille", a partir dela podemos obter a velocidade média de fluxo \bar{V} dividindo-a pela secção transversal do canal.

$$\bar{V} = \frac{R^2}{8\eta L} \Delta p \tag{14}$$

A tensãõ de cisalhamento na parede, que é constante ao longo do comprimento total do canal é dada por:

$$\tau_w = \frac{R}{2L} \Delta p \tag{15}$$

II-3-2 - Filme Deslizante

Caso se forme entre o líquido (no caso o vidro) e a parede do canal uma camada⁽²⁹⁾, a qual em comparação com o líquido apresenta uma viscosidade considerãvelmente menor, entãõ o líquido altamente viscoso desliza devido a sua propria falta de adesãõ à parede, sobre a camada fina de menor viscosidade. Este deslizamento, como está representado na fig. 11-b, é um fluxo de cisalhamento com um gradiente de velocidade anormalmente grande, na camada que se aderiu

à parede. Se a espessura da camada for muito fina, ou seja, se aproxima de zero, então é possível tratar matematicamente este efeito como descontinuidade da velocidade. Neste caso, é possível determinar a velocidade de deslizamento (V_G) a partir da inclinação das retas que se obtém de um gráfico $\dot{V}/\pi R^3$ em função de $1/R$, empregando canais com diferentes raios. Neste método desenvolvido por Mooney⁽³⁰⁾, é preciso atentar para o fato de que a tensão de cisalhamento na parede do canal e a pressão média devem ser mantidas constantes. Se empregarmos canais com igual relação L/R , então é possível satisfazer a estas duas exigências. A velocidade de deslizamento permanece constante em todo o comprimento do canal.

A vazão volumétrica para esse tipo de escoamento é composta de duas partes, onde uma corresponde ao deslizamento ao longo da parede do canal e a outra à deformação de cisalhamento do líquido. Para a parte de deslizamento vale a relação:

$$\dot{V}_G = \pi R^2 V_G \quad (16)$$

onde V_G é a velocidade de deslizamento.

A vazão volumétrica, por causa da deformação de cisalhamento, pode ser expressa de uma forma genérica mostrada a seguir:

$$\dot{V}_S = \frac{\pi R^3}{\tau_w^3} \int_0^{\tau_w} \tau^2 f(\tau) d\tau \quad (17)$$

onde $f(\tau)$ equivale ao declive de cisalhamento.

Com isso, a vazão volumétrica total é:

$$\dot{V} = \Pi R^2 v_G + \frac{\Pi R^3}{\tau_\omega^3} \int_0^{\tau_\omega} \tau^2 f(\tau) d\tau \quad (18)$$

Dividindo-se a equação acima pela secção transversal do canal (ΠR^2) teremos:

$$\frac{\dot{V}}{\Pi R^2} = v_G + \frac{R}{\tau_\omega^3} \int_0^{\tau_\omega} \tau^2 f(\tau) d\tau \quad (19)$$

onde: $\frac{\dot{V}}{\Pi R^2}$ corresponde à velocidade média de fluxo (\bar{V}).

v_G = velocidade de deslizamento

$$\frac{R}{\tau_\omega^3} \int_0^{\tau_\omega} \tau^2 f(\tau) d\tau = \text{velocidade de cisalhamento} \\ (v_S).$$

Portanto, vale a relação:

$$\bar{V} = v_G + v_S \quad (20)$$

A tensão de cisalhamento na parede do canal (τ_ω), que neste caso é constante ao longo do comprimento do canal, pode ser determinada usando a equação 15.

Dividindo-se a eq. 18 por ΠR^3 teremos:

$$\frac{\dot{V}}{\Pi R^3} = \frac{v_G}{R} + B (\tau_\omega) \quad (21)$$

Portanto a velocidade de deslizamento V_G é determinada da inclinação da reta do gráfico da vazão volumétrica relativa versus $1/R$. O dado $B(\tau_w)$ que depende do tamanho da tensão de cisalhamento na parede, corresponde neste caso ao trecho da coordenada (fig. 12). Os valores de $\dot{V}/\pi R^3$ são calculados a partir das velocidades de extrusão (\bar{V}) medidas sob variação do diâmetro do canal.

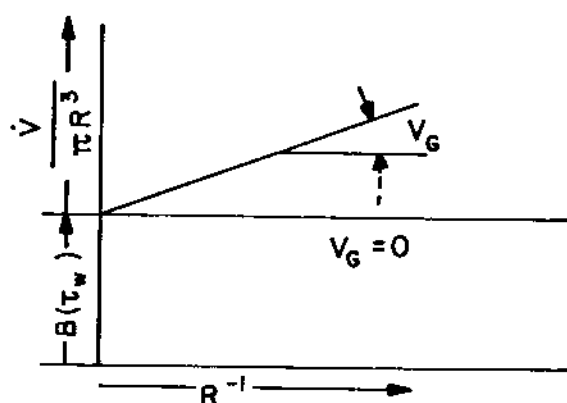


Fig. 12 - Vazão volumétrica relativa ($\dot{V}/\pi R^3$) em função do inverso do raio do canal do "die" (R^{-1})⁽³¹⁾.

II-3-3 - Deslizamento na Parede

Esta teoria é baseada nos princípios do atrito de "Coulomb" e é válida para fluidos que deslizam ou friccionam na parede do canal como ilustrado na figura 11-c. Partindo da lei de atrito de "Coulomb" a tensão de cisalhamento que atua na parede do canal ($r = R$) é

$$\tau_w = -p\mu \quad (22)$$

onde μ é o coeficiente de atrito de "Coulomb."

Por outro lado, a seguinte expressão para a tensão de cisalhamento pode ser obtida, partindo da distribuição da tensão de cisalhamento no canal.

$$\tau_{\omega} = \frac{R}{2} \frac{dp}{dx} \quad (23)$$

O gradiente de pressão na parede do canal na direção do eixo x resulta das equações 22 e 23.

$$\frac{dp}{dx} = \frac{-2 \mu p}{R} \quad (24)$$

A curva da pressão axial ao longo do comprimento inteiro do canal é obtida através da integração da equação 24 e sob consideração das condições limitantes no fim do canal.

$$p(x) = p_A e^{-\frac{2\mu}{R}(L-x)} \quad (25)$$

A tensão de cisalhamento ao longo da parede do canal pode ser escrita usando-se as equações 22 e 25, e mostra, neste caso, um traçado exponencial:

$$\tau_{\omega}(x) = -\mu p_A e^{-\frac{2\mu}{R}(L-x)} \quad (26)$$

CAPÍTULO III

P A R T E E X P E R I M E N T A L

III-1 - Fornos para Fusão de Vidros

Existem vários tipos de fornos para a fusão de vidros, entre eles destacamos os de indução. A fusão de vidros pelo aquecimento indutivo⁽³²⁾ a altas frequências pode ser realizado de duas maneiras:

1º Metodo Indireto de Aquecimento Indutivo

A fusão é promovida pelo aquecimento indutivo do recipiente de fusão metálico (cadinho). O vidro contido no recipiente metálico é fundido pelo calor indireto, aquecendo-se o recipiente com frequência média na faixa de 10KHz.

2º Método Direto de Aquecimento Indutivo

Neste método, para se promover a fusão, o próprio vidro é aquecido por indução. Para a fusão faz-se uso de recipiente refratários, que oferecem a possibilidade de realizar a fusão a altas temperaturas. Por outro lado, observa-se que a resistência elétrica do vidro fundido é maior do que a dos metais, aumentando centenas de vezes o KHz necessário para realizar o aquecimento indutivo.

A construção do forno de fusão para aquecimento indutivo de alta frequência é simples. Neste tipo de forno, a fusão é controlável, além de ser facilmente operada a distância. Quando utiliza-se o método de indução direta, tem-se a vantagem de utilizar cadinhos refratários de longa vida. A figura 13 mostra um forno de indução em funcionamento.

Figura 13 - Fusão de vidro por indução
em cadinho de quartzo.

Como principal vantagem do método de indução direta podemos citar o alto grau de pureza do material final. Uma vez que o vidro é fundido diretamente pela indução. Os únicos agentes contaminadores seriam neste caso o cadinho e a atmosfera, que podem ser facilmente controlados utilizando-se cadinhos mais puros, ou até refrigerados externamente com água (no caso de cadinhos de sílica), e produzindo-se uma atmosfera neutra e livre de qualquer impureza.

Como desvantagens podemos citar os cuidados necessários na sua operação devido as características do forno; a necessidade de utilização de um pré-aquecimento para o vidro pois este na forma de pó não pode ser fundido diretamente pela indução devido a sua alta resistividade, a qual diminui a medida que a temperatura aumenta, como pode ser observado na fig. 14 para um vidro borosilicato; e o alto custo deste tipo de forno.

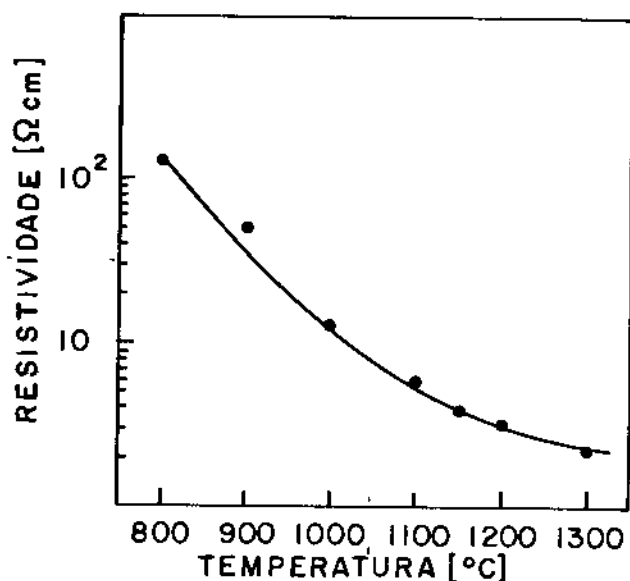


Fig. 14 - Curva de resistividade versus temperatura de um vidro borosilicato⁽³³⁾.

III-2 - Materias-Primas (preparação).

As materias-primas de grau analítico obtidas comercialmente são moídas e peneiradas até obtermos um tamanho de grão adequado (≤ 150 mesh). A fonte de SiO_2 foi o quartzo brasileiro^(34,35), este na forma de lascas de primeira de alta qualidade é levado a um forno tipo mufla onde é aquecido até a temperatura de 800°C , a seguir as lascas são jogadas em água destilada a temperatura ambiente sofrendo um "quench", objetivando quebrá-las em pequenos pedaços que são moídos em almofariz até atingirem um tamanho de grão de ≤ 150 mesh, a seguir sofrem processo de lavagem em ácido com solução quente de $\text{HF}:\text{HNO}_3$ (1:1) e posteriormente secas em estufa.

Estas materias-primas em proporções apropriadas são então misturadas e secadas em mufla a 200°C durante 48 horas, estando após este período finalmente prontas para a fusão. Na tabela 4 temos a quantidade de impurezas encontradas nas materias-primas utilizadas.

III-3 - Fusão do Vidro.

O vidro "A" foi fundido no forno de resistência a uma temperatura de 1000°C , e os vidros "B" e "C" no forno de indução a 1300°C . Este forno fabricado pela "Politron" trabalha na frequência de 5MHz e tem uma potência de 30 KW. Para o monitoramento da temperatura utilizamos um pirometro óptico de filamento de marca "Leeds & Northrup" modelo 8627, capaz de medir temperaturas de até 1700°C .

Os cadinhos utilizados foram de dois tipos:

1 - Cadinho de Quartzo - este tipo de cadinho é

Tabela 4 - Concentração das impurezas nas materias-primas em ppm (fornecido pelo fabricante).

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	PbO	P ₂ O ₅	K ₂ CO ₃	Na ₂ CO ₃	H ₃ BO ₃	Nb ₂ O ₅
B	1,5							
S	0,5							
Ti	1							
V	0,15							
Cr	0,05							
Co	0,05							
Li	15							
Na ₂ O		3000						
Cl	15	50	20	10	30	20	10	
NO ₃			50	10				
Ag			5					
Cu	15		50	20				
Fe	5	300	5	20	5	5	10	
Pb		50		20	5	5		
Ni	0,05			20				
Mn	0,05			5				
Zn	0,3			20				
Cd				5				
As				50			1	
Na	10			200	200			
K	5			100		100		
NH ₄				20				
SO ₄		1000			30	50	100	
SiO ₂		500			50	50		
Mg					10	5		
Ca					20	50	50	
PO ₄							10	
Al	15							
Insolúveis em ácido acético			200	200				
Redutores				200			10	
Metais Pesados					10	10		

Grau Óptico B (análise segundo o fornecedor)

confeccionado através do fechamento de uma das extremidades de um tubo de quartzo, assumindo o formato mostrado na fig. 15. As vantagens deste tipo de cadinho são: a baixa contaminação do vidro que está sendo fundido devido a pureza do quartzo utilizado, resistência a choque térmico suportando assim variações bruscas na temperatura, facilidade no monitoramento e acompanhamento do processo devido a sua transparência e capacidade de suportar temperaturas mais elevadas ($\pm 1600^{\circ}\text{C}$).

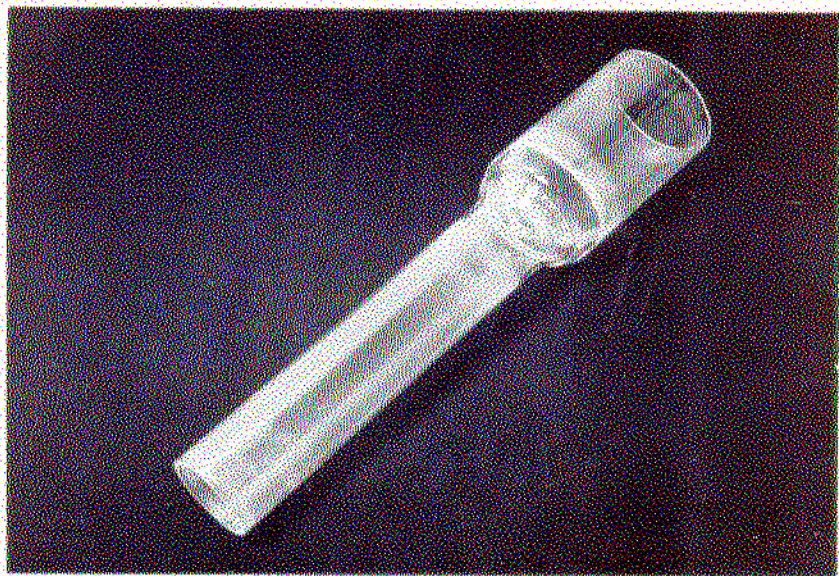


Fig.15 - Formato do cadinho de quartzo feito a

Fig.15 - Formato do cadinho de quartzo feito a partir de um tubo.

2 - Cadinho de Mulite - na fig.16 temos três formatos diferentes deste tipo de cadinho.

Não é aconselhável a utilização deste cadinho na obtenção de vidros de alta pureza devido a seu alto grau de contaminação, todavia em experiências preliminares pode ser usado uma vez que seu custo é menor do que o do cadinho de quartzo. Além da contaminação apresenta tam-

bem a desvantagem de não suportar choque-térmico.

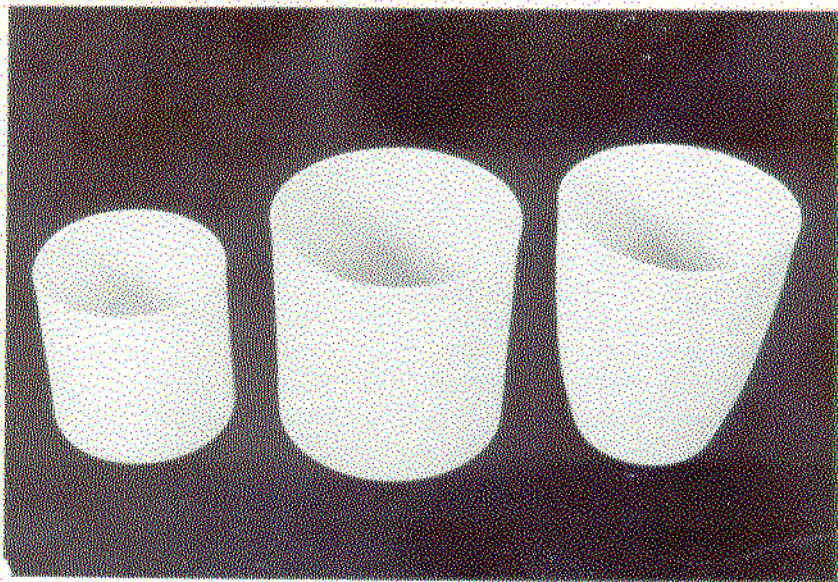


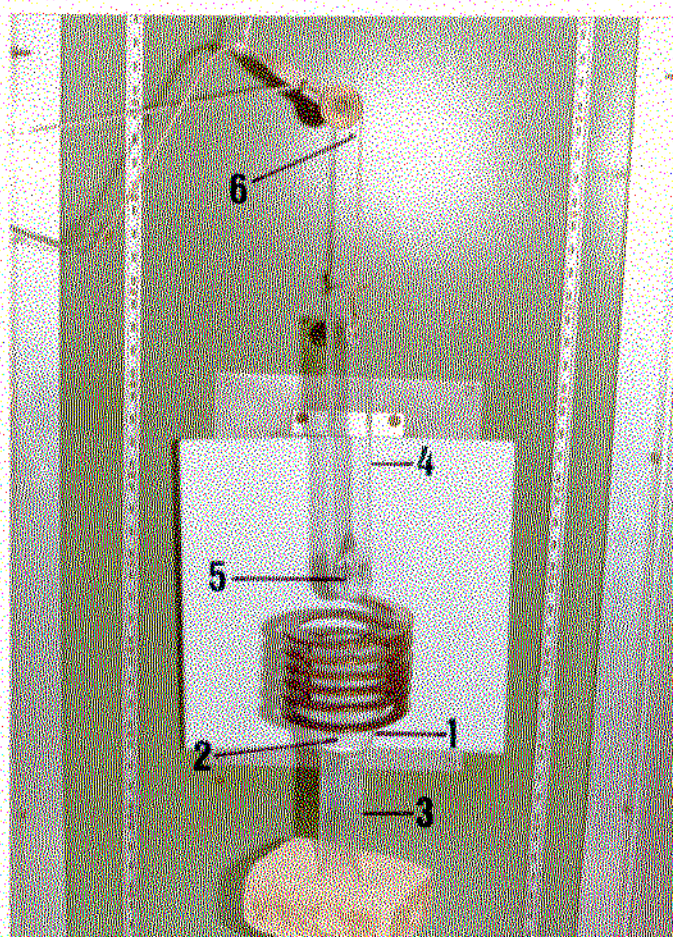
Fig. 16 - Formato dos cadinhos de mulite utilizados na fusão de vidros.

Para a fusão dos vidros "B" e "C" no forno de indução utilizamos dois métodos de pré-aquecimento (ou pré-fusão) dependendo do tipo de cadinho utilizado.

III-3-1 - Pré-aquecimento com Susceptor de Grafite.

Este método é geralmente utilizado para cadinhos de quartzo uma vez que a variação de temperatura é muito rápida, atingindo 1300°C em 1 a 2 minutos. Uma vez preparado o vidro na forma de pó este é transferido para o cadinho de modo a preenche-lo até a metade, em seguida o susceptor de grafite é colocado dentro do cadinho de modo que o pedaço de grafite esteja totalmente imerso no pó, liga-se então o forno de indução aquecendo-se o grafite que num período de 10 a 15 minutos derreterá o pó. Estando o vidro totalmente líquido retiramos rapidamente o susceptor de grafite fazendo com que toda a potência do forno acople no vidro, fig. 17, em seguida pequenas quantidades de pó são adicionadas em intervalos regulares até obtermos a

quantidade desejada de vidro, fig. 18. Depois de pronto vazamos o vidro ainda líquido diretamente em um molde metálico como mostra a figura 19, transferindo este conjunto para uma mufla previamente aquecida para darmos um tratamento térmico ao vidro, fig.20 .



1. Cadinho de quartzo
2. Vidro fundido
3. Suporte de cadinho
4. Tubo de quartzo
5. Grafite
6. Sistema de suspensão do grafite

Fig. 17 - Sistema de pré-fusão com susceptor de grafite.



Fig. 18 - Alimentação do cadinho durante
a fusão



Fig. 19 - Transferência do vidro fundido
para um molde de aço.

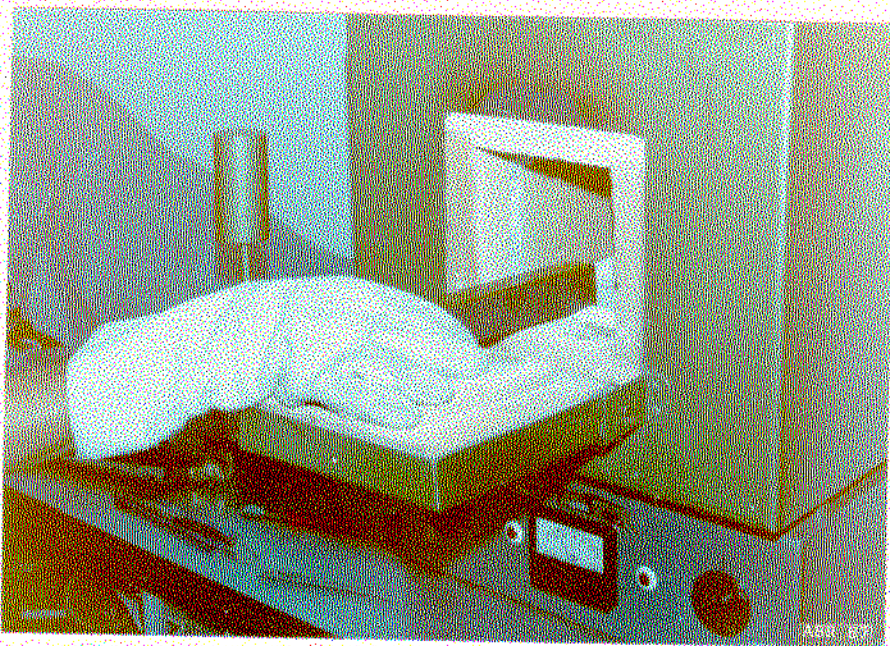
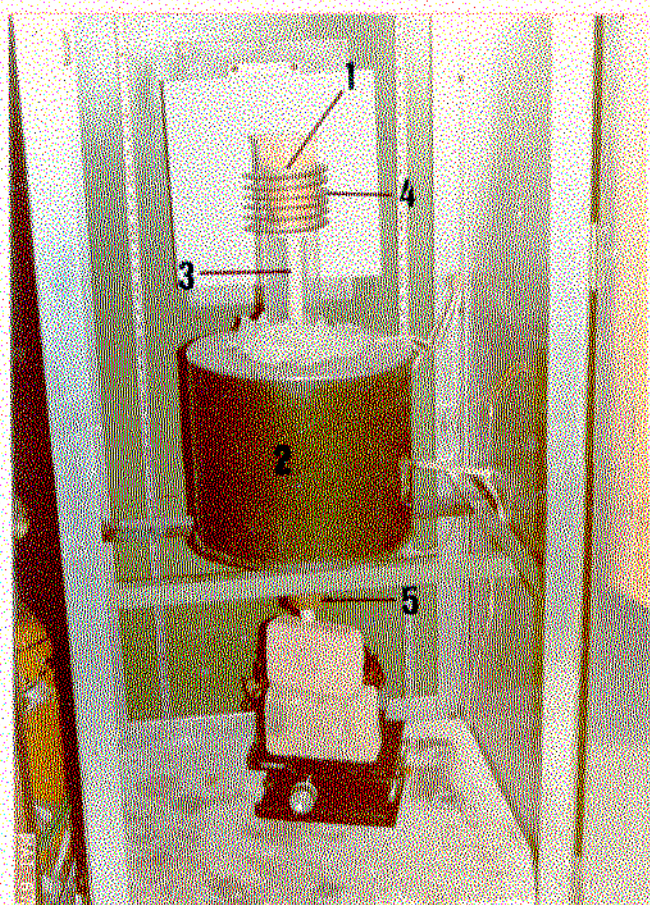


Fig. 20 - Transferência do vidro para a mufla para tratamento térmico.

III-3-2 - Pré-aquecimento com Forno de Resistência.

Como cadinhos de mulite não suportam choque térmico utilizamos o forno de resistência que atinge a temperatura de 1200°C em 1 hora.

O cadinho contendo o pó é colocado no interior do forno, como pode ser visto na fig.21, durante um período de ± 2 horas, em seguida é elevado rapidamente para o interior da espira do forno de indução havendo então o acoplamento. O resto do processo é idêntico ao descrito anteriormente.



1. Cadinho
2. Forno de Resistência
3. Suporte do cadinho
4. Espira de indução
5. Guia do suporte

Fig. 21 - Sistema de pré-fusão com forno de resistência.

III-4 - Refinamento.

Um dos principais problemas enfrentados durante a fusão do vidro são as bôlhas existentes em seu interior, que afetam a transmissão de luz e a resistência mecânica do material final. As principais fontes destas bôlhas são: os gases que são revolvidos na fusão, ar inclausurado entre as partículas da matéria-prima, gases provenientes das paredes do cadinho e gases dissolvidos. Análise química dessas bôlhas indica que são mais comumente encontrados o O_2 , CO_2 , N_2 e H_2O . As bôlhas de maior diâmetro sobem até a superfície e as pequenas dissolvem-se no líquido.

Utilizamos três métodos para a retirada dessas bôlhas, que são: vácuo, borbulhamento de He e cadinho acelerado. Destes o mais eficiente é o vácuo, porém por questões práticas o mais utilizado por nós foi o de borbulhamento de He.

III-4-1 - Vácuo.

Este método consiste em aumentar a pressão interna da bôlha⁽³⁶⁾, aumentando com isto seu tamanho. A taxa de ascensão de uma bôlha é dada por:

$$\frac{dH^*}{dt} = \frac{1}{3\eta} \rho g R_B^2 \quad (27)$$

onde ρ é a densidade do vidro, g a aceleração da gravidade, R_B o raio da bôlha, η a viscosidade e H a profundidade da bôlha.

Por esta equação nota-se que, quanto maior for o raio da bôlha, maior será a sua velocidade de ascensão.

*A dedução desta fórmula encontra-se no apêndice III.

Aplicando a condição de equilíbrio de forças numa bôlha esferica em equilíbrio no interior do vidro fundico com volume V, tem-se:

$$P_{int.} = P_{ext.} \quad (28)$$

ou

$$\frac{n R T}{\frac{4}{3} \Pi R_B^3} = P_O + \frac{4\tau}{R_B} + \rho gh \quad (29)$$

n = números de moles do gás.

R = constante dos gases.

T = temperatura absoluta.

R_B = raio da bôlha

P_O = pressão atmosférica.

τ = tensão superficial.

ρ = densidade do vidro.

g = aceleração da gravidade.

h = profundidade que se encontra a bôlha

Rearranjando-se os termos, temos:

$$R_B^3 + \frac{16\Pi \tau}{4 \Pi (P_O + \rho gh)} R_B^2 - \frac{3 n RT}{4 \Pi (P_O + \rho gh)} = 0 \quad (30)$$

A extração das raizes da equação acima mostra um valor real e dois valores complexos⁽³⁷⁾, portanto:

$$R_B^* \cong \sqrt[3]{\frac{0,238 n RT}{P_O + \rho gh}} \quad (31)$$

* O termo referente a tensão superficial (τ) foi desprezado.

Através da equação 31 observamos que o raio da bôlha é proporcional à temperatura e inversamente proporcional à pressão atmosférica.

O sistema completo está ilustrado na fig. 22, sendo o controle da pressão feito através de uma válvula de entrada de ar e um manômetro. O sistema é montado após o cadinho estar com a quantidade de vidro desejada, sendo a pressão utilizada de 25 Torr durante 40 minutos. Durante o processo levamos a pressão até 5 Torr por alguns instantes para que haja a homogeneização do vidro, uma vez que a agitação do vidro líquido nesta pressão é muito violenta. Por questões praticas este método só foi utilizado com cadinhos de quartzo.

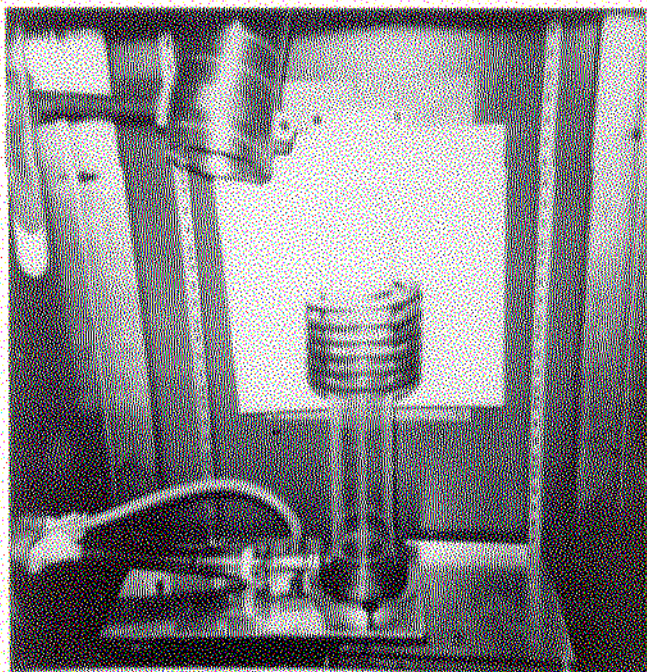


Fig. 22 - Sistema de fusão à vácuo.

III-4-2 - Borbulhamento de Gases.

Durante a fusão do vidro podemos utilizar o borbulhamento de gases⁽³⁸⁾ tais como: nitrogênio, oxigênio ou hélio. O processo consiste em introduzirmos um tubo de alumina ou quartzo dentro do cadinho já contendo 1/3 de vidro líquido, quando então iniciamos o borbulhamento com um dos gases acima mantendo o fluxo constante. Durante o borbulhamento o cadinho é alimentado normalmente até obtermos a quantidade de vidro desejada, a partir daí o gás continua ligado durante 30 minutos para a retirada das bôlhas restantes. Este processo é bastante eficiente pois além de retirar as bôlhas existentes ajuda também na homogeneização do vidro devido a agitação provocada pelo borbulhamento. Dentre os gases utilizados o mais eficiente é o hélio devido a seu alto poder de difusibilidade⁽³⁹⁾ dentro do vidro líquido. A fig. 23 ilustra este processo.

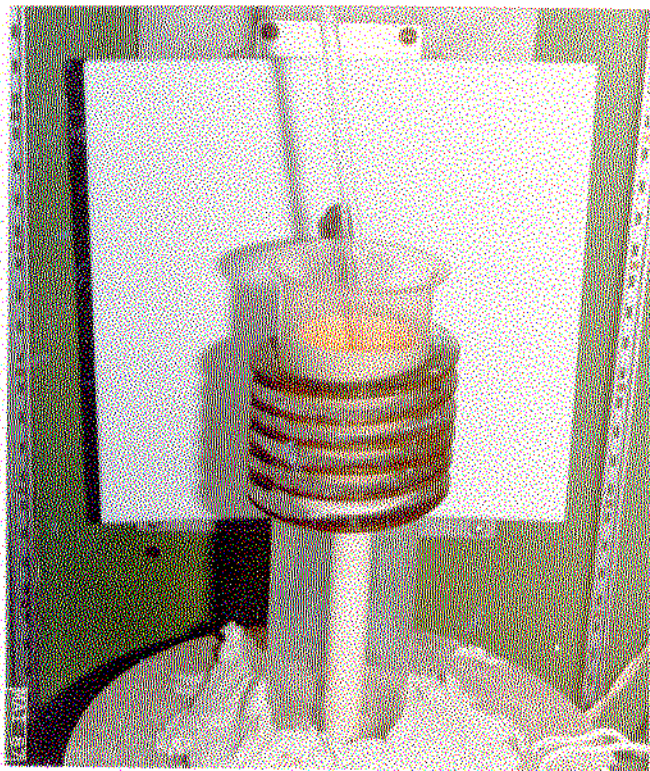


Fig. 23 - Sistema de fusão com borbulhamento de He.

III-4-3 - Cadinho Acelerado.

Este outro método consiste em "carregar" as bô-lhas até a superfície pelo movimento ascendente das camadas do líquido, sendo explicado pela teoria do "fluxo de camadas de Ekman"^(40,41). Este é um fluxo radial dentro de uma estreita camada horizontal, que ocorre sempre que há uma diferença na taxa de rotação, se estacionária ou temporária, entre o meio hidrodinâmico e um limite sólido que é aproximadamente perpendicular ao eixo de rotação. A fig. 24 ilustra este tipo de fluxo onde vemos o movimento do líquido durante a rotação.

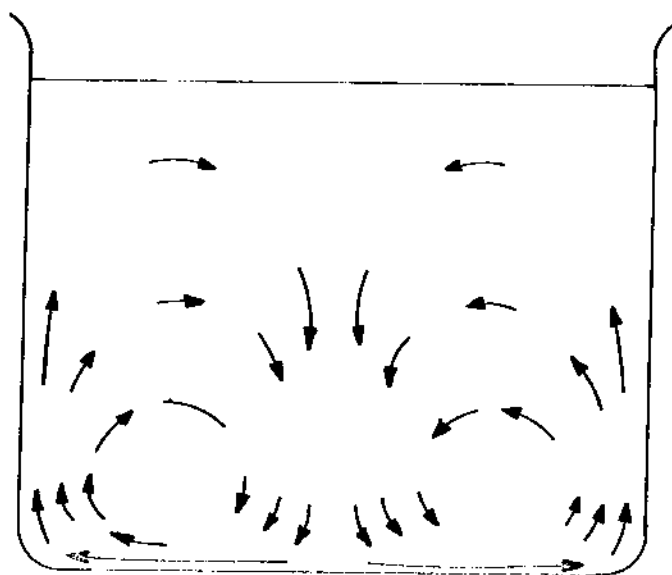


Fig. 24 - Movimento das camadas do vidro durante a rotação⁽⁴²⁾

Na fig. 25 temos o sistema completo, onde o motor utilizado é de corrente continua (12V - 1A), controlado por um sistema que chaveia o sinal variando o sentido de rotação e a frequência.

O cadinho contendo o vidro fundido é acelerado até 40 rpm e em seguida desacelerado, mudando o sentido de rotação quando atinge velocidade zero, como observado na fig. 26 , e assim sucessivamente. O método pode ser utilizado durante a fusão do vidro, ou seja, a partir do momento que houve o acoplamento, ou após o cadinho estar com a quantidade total de vidro desejada. O tempo necessário para a retirada das bôlhas estando o cadinho já cheio de vidro é de $\pm 1:30$ hs., podendo ser diminuído se começarmos o processo logo após o acoplamento. Também por questões práticas este método só foi testado com cadinhos de quartzo.

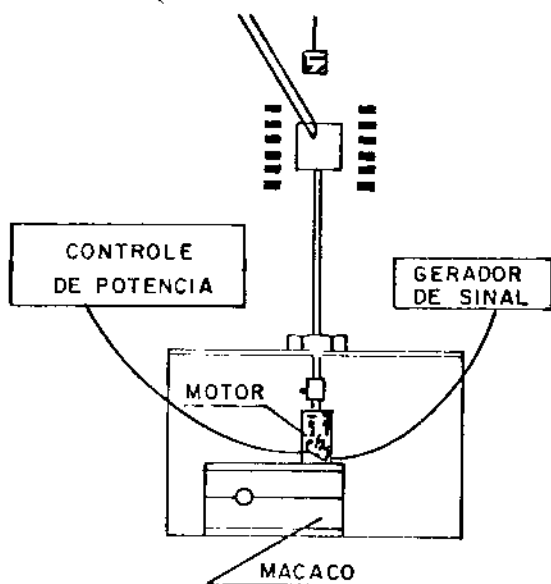


Fig. 25 - Montagem do sistema de cadinho acelerado.

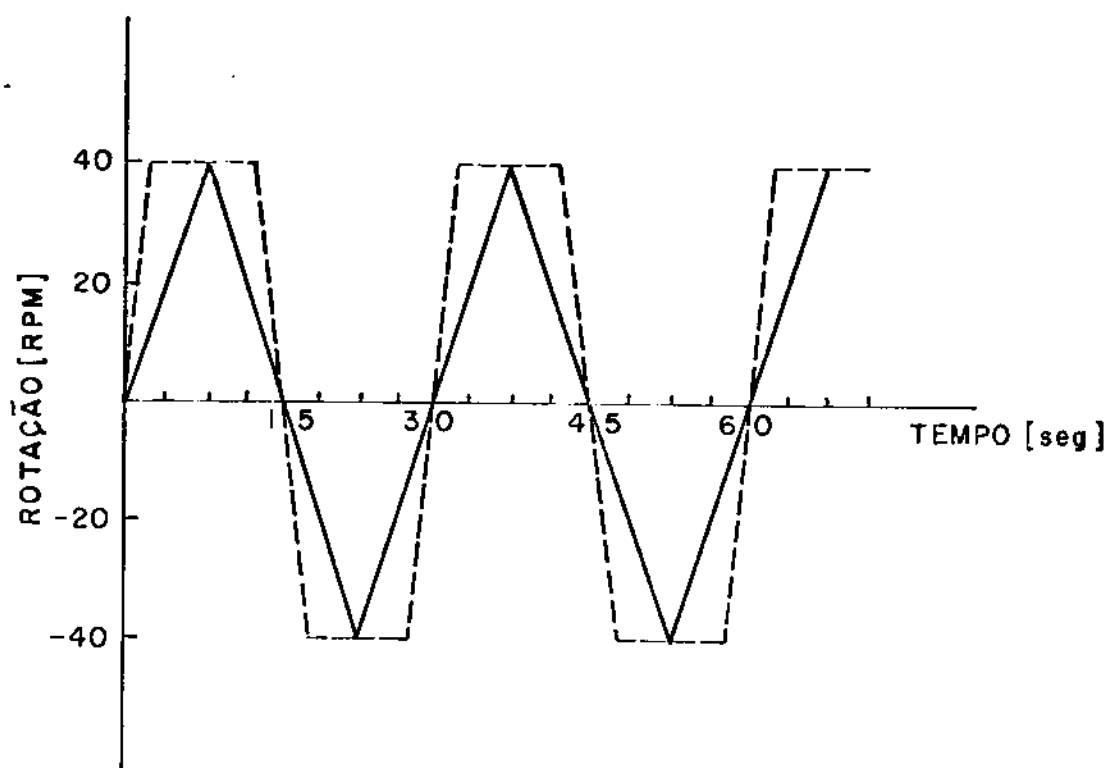


Fig. 26 - Funções utilizadas na rotação do cadinho durante o refinamento.

III-5 - Transferência do Vidro para a Matriz

Estando o vidro pronto e livre de bôlhas, elevamos a temperatura até $\dot{\sim}$ 1500°C e em seguida vazamos o vidro diretamente dentro da matriz.

Depois de fria, a matriz contendo o vidro é montada dentro do forno de resistência onde se fará a extrusão. Cabe ressaltar que neste caso a matriz se encontra à temperatura ambiente, isto provoca trincas no vidro ao resfriar-se devido ao choque térmico, fazendo com que apareçam bôlhas durante a extrusão devido ao ar contido nas trincas. Para solucionar este problema basta manter a matriz dentro de um forno de resistência, do tipo utilizado para o pré-aquecimento, a uma determinada temperatura dependendo do tipo de vidro, para que

evitemos este problema e ao mesmo tempo damos um tratamento térmico no vidro para aliviar suas tensões internas.

Em nossas experiências não levamos em conta a observação acima pois as bôlhas não interferiram no estudo, porém, para obtermos um produto final (barra, tubo) de boa qualidade é necessário tal cuidado.

III-6 - Levantamento das Curvas de Dilatação.

A curva de expansão térmica (ou curva de dilatação) é de grande importância pois através dela podemos obter algumas informações, como por exemplo o ponto de amolecimento do vidro em torno do qual fazemos a extrusão.

Na fig. 27 temos uma curva típica⁽⁴³⁾ onde observamos os limites inferior e superior para o tratamento térmico (ou tratamento de annealing⁽⁴⁴⁾), respectivamente T_l e T_u , a temperatura de transformação T_g , o ponto de deformação incipiente M_g , e o ponto de "softening dilatométrico" T_d . A viscosidade no ponto T_d é de 10^{11} a 10^{12} poise, que não corresponde exatamente com a viscosidade do ponto de softening que é de $10^{7,6}$ poise.

O dilatômetro utilizado é de marca "Harrop Laboratories", modelo TDA, H1-MP6, série 04488.

A amostra de vidro deve ser cortada com um comprimento de 0,1" a 4" e largura de no máximo 0,25", colocada devidamente dentro do forno. Através do programador selecionamos a taxa de aquecimento que sofrerá a amostra. A curva de dilatação é obtida através de um plotador X-Y que recebe os sinais elétricos fornecidos pelo LVDT (transformador diferencial de variação linear) e da temperatura da amostra

por meio de um termopar de platina.

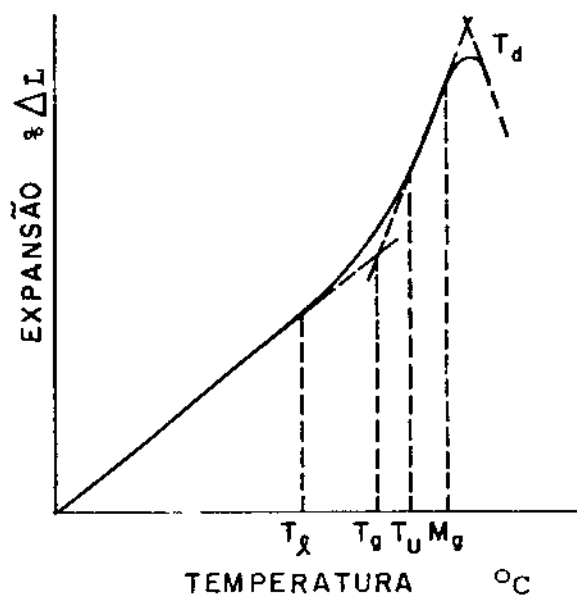
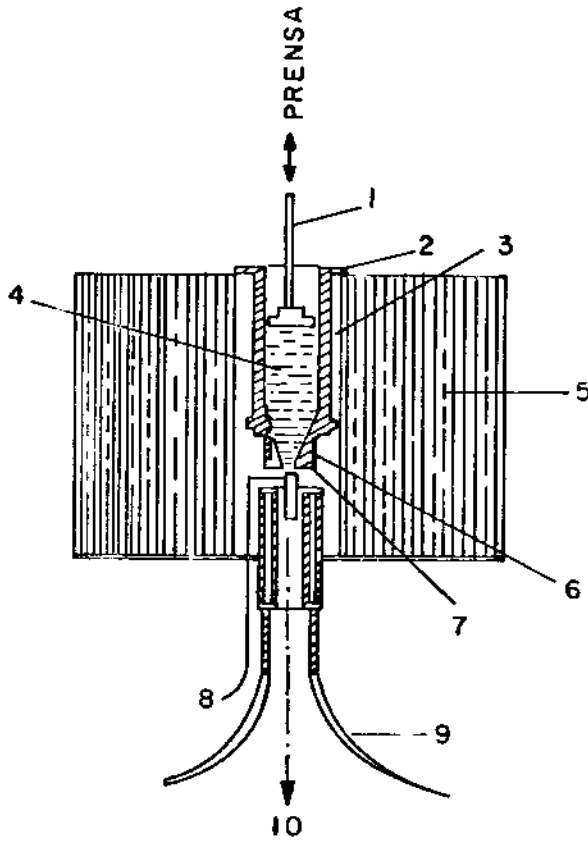


Fig. 27 - Curva típica de dilatação com os pontos característicos⁽⁴⁵⁾.

III-7 - Sistema de Extrusão.

As figuras 28 e 29 mostram o sistema de extrusão utilizado nas experiências



- 1 - Pistão
- 2 - Flange
- 3 - Matriz
- 4 - Vidro
- 5 - Forno de resistência
- 6 - Suporte do "die"
- 7 - "Die"
- 8 - Termopar
- 9 - Refrigeração
- 10 - Barra extrudada

Fig. 28 - Vista em corte do sistema de extrusão utilizado neste trabalho.

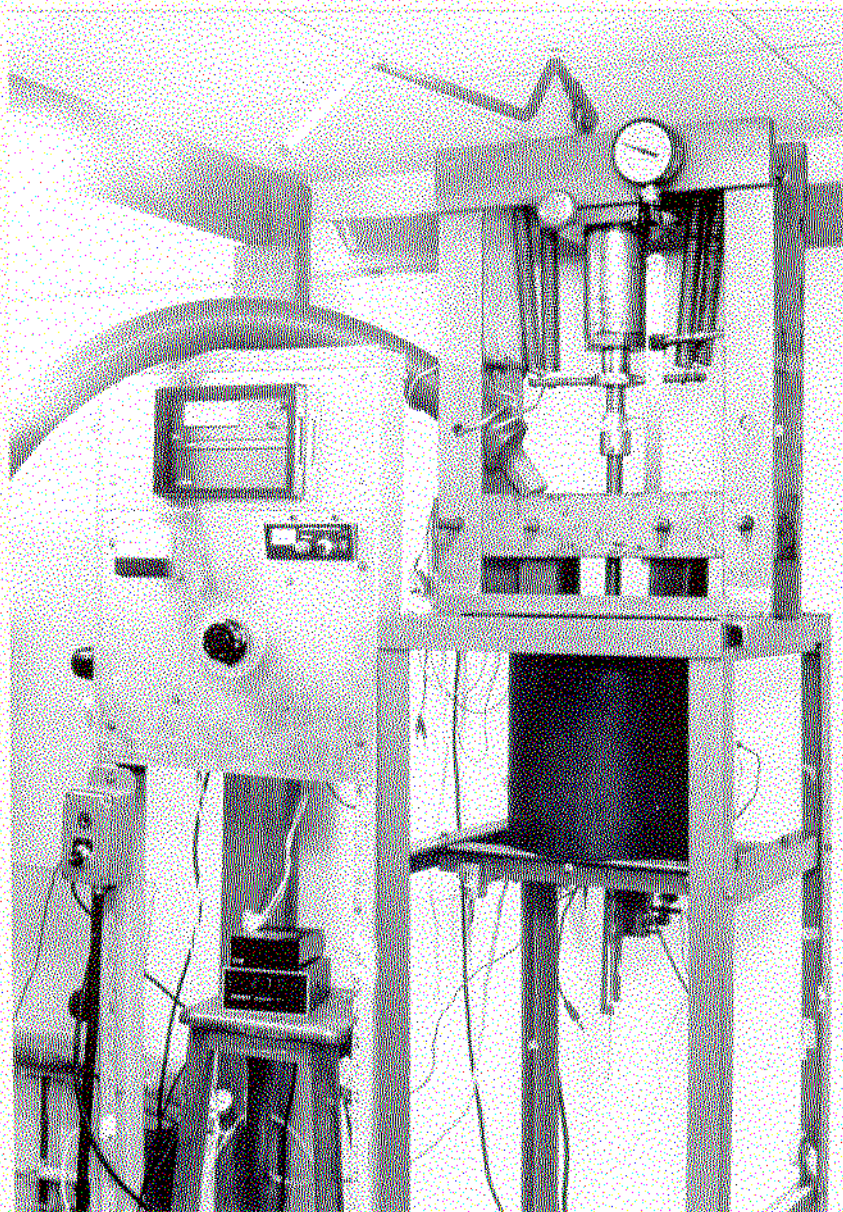


Fig. 29 - Montagem do sistema completo de extrusão utilizado nas experiências.

III-7-1 - Prensa

A prensa utilizada foi obtida comercialmente, sendo instalada no sistema sem maiores problemas. Sua capacidade é de até 15 tons.

III-7-2 - Forno de Resistência

O forno construído por nós é de resistência de Kantal, capaz de atingir a temperatura de 1200°C. O fio de Kantal na forma espiral é enrolado em torno do tubo refratário e preso com cordas de amianto, este conjunto é então colocado no centro da carcaça metálica sendo o espaço ao redor preenchido com lã de vidro ou outro material similar, sendo bem compactado para que o tubo fique bem fixado. A carcaça do forno é de tubo de ferro fundido utilizado em encanamentos.

III-7-3 - Controle de Potência do Forno

O controle é feito através de um variac da marca "Varikeld" obtido comercialmente, que fornece a potência ao forno, e de um controlador tipo liga-desliga montado por nós. O controlador lê o sinal através de um termopar de chromel-Alumel tipo K de 2mm de diâmetro e 50 cm de comprimento, e compara com o valor pré-fixado, controlando a potência fornecida ao forno.

III-7-4 - Matriz

A matriz deve apresentar algumas características tais como:

1. Resistência a altas pressões, uma das características típicas da extrusão.

2. Resistência à oxidação e corrosão, uma vez que a parede externa da matriz estará em contacto com uma atmosfera oxidante (ar) e a interna em contacto direto com o vidro, que dependendo de sua composição pode ser mais ou menos corrosivo.

3. Resistência a altas temperaturas ($\pm 950^{\circ}\text{C}$ para os vidros testados).

4. Resistência a choque-térmico.

Foi necessário uma procura minuciosa de tal material. Testamos o aço HV-310 da Villares cujas características estão na tabela 5, porém tal material não foi aprovado devido a problemas de "descamação" durante a extrusão.

C	Si	Mn	Cr	Ni	Fe
0,25	1,5	2,0	25,0	20,0	balanço

Tabela 5 - Porcentagem dos constituintes do
aço HV-310⁽⁴⁶⁾

Conseguimos junto a Eletrometal uma amostra do aço Inconel na forma de tarugo. Confeccionamos uma matriz com este aço, mostrada nas figuras 30 e 31. O Inconel mostrou-se adequado para a extrusão de vidros devido a sua composição (tabela 6), tendo um ótimo desempenho.

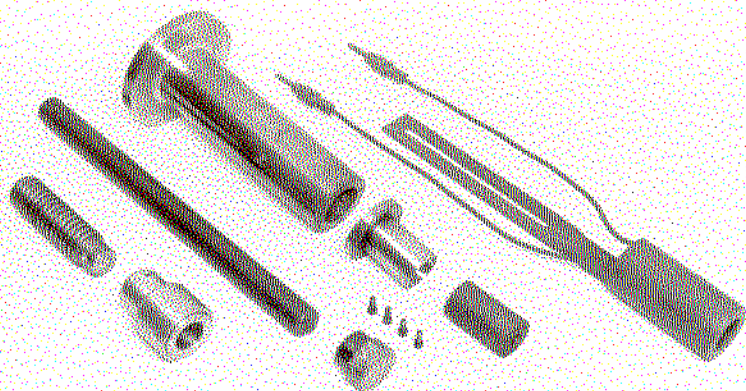


Fig. 30 - Componentes da matriz.

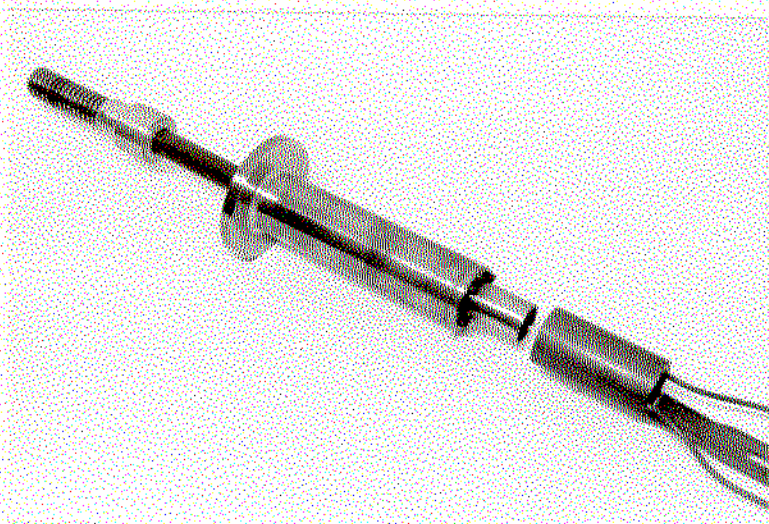


Fig. 31 - Vista da matriz montada.

Nb+Ta	C	Si	Mn	S	Cr	Mo	Ti	Al	Co	Fe	Zr	Ni
2,0	0,2	0,5	0,25	0,01	13,0	4,5	0,75	6,0	1,0	2,5	0,1	Balanço

Tabela 6 - Porcentagem dos constituintes do aço Inconel. (47)

III-7-5 - "Die"

Os materiais utilizados na confecção dos "dies" foram o Inconel e o grafite 1031 da "Molinox".

Não foi possível a utilização de "die" de Inconel para a extrusão de tubos devido a dificuldade na confecção e o alto preço para fazê-lo.

Na figura 32 temos em corte os "dies" para barras e tubos com suas respectivas dimensões.

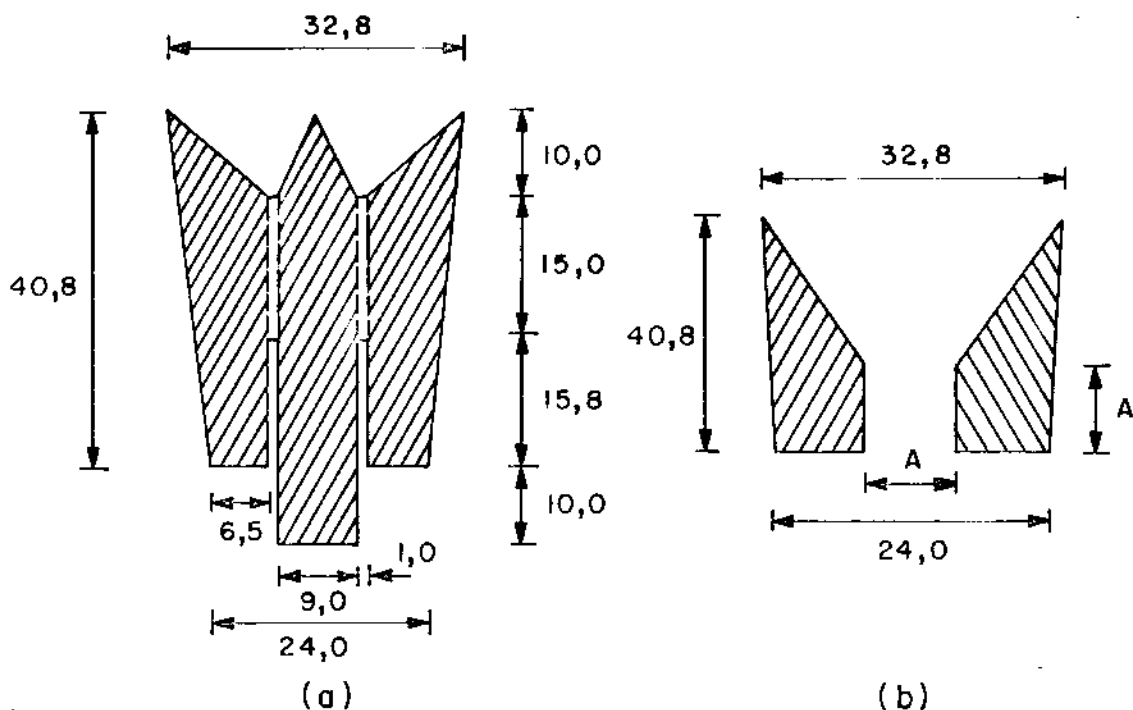


Fig. 32 - Vista em corte de "dies" para a extrusão de: a-Tubos b-Barras
(medidas em mm)

Os "dies" de Inconel e grafite são mostrados nas figuras 33 e 34.

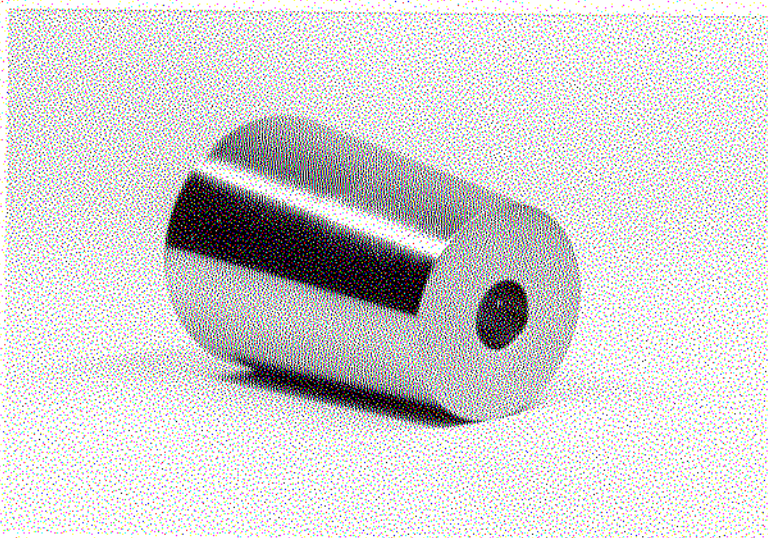
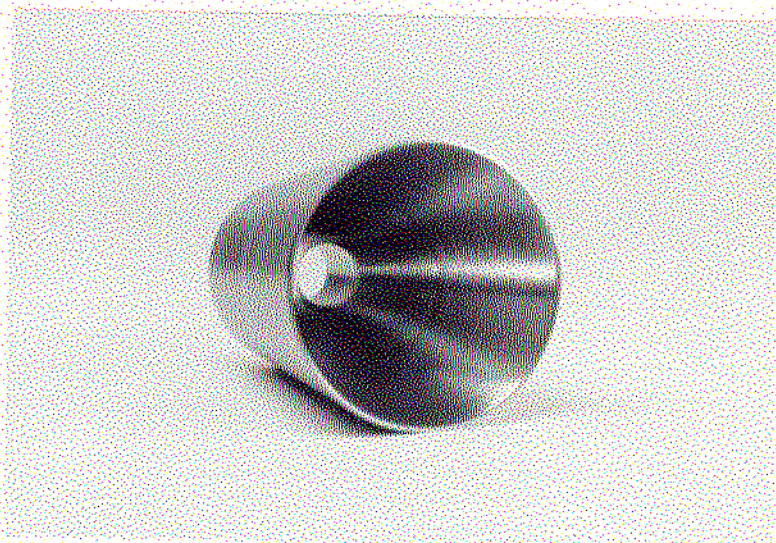


Fig. 33 - "Die" de inconel para a extrusão de barras (igual ao "die" de grafite para este mesmo fim).

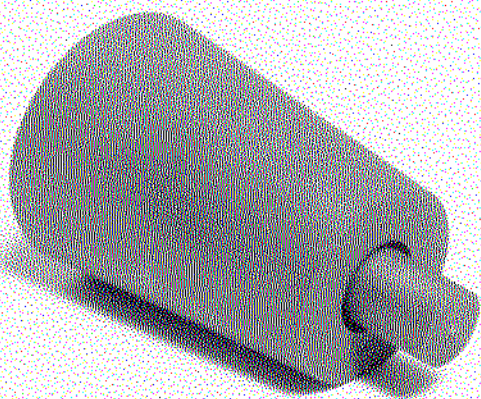
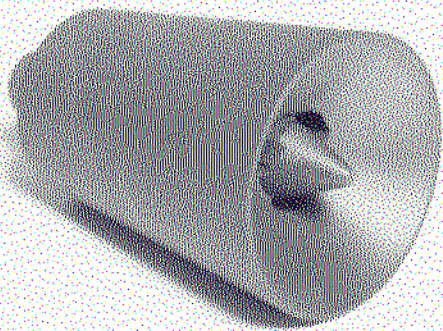
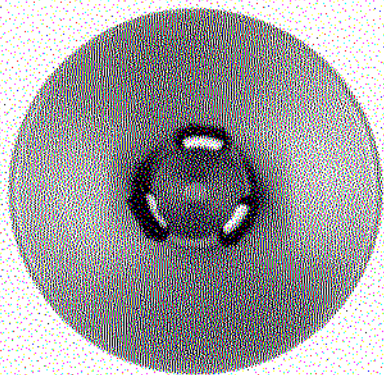


Fig. 34 - "Die" de grafite para a extrusão de tubos.

III-7-6 - Refrigeração

Na fig. 35 temos a peça de cobre responsável pela refrigeração da barra ou tubo extrudado, localizada logo abaixo da saída do "die". Esta peça também foi confeccionada em nossos laboratórios. Sua função é evitar o colapsamento devido a radiação térmica.

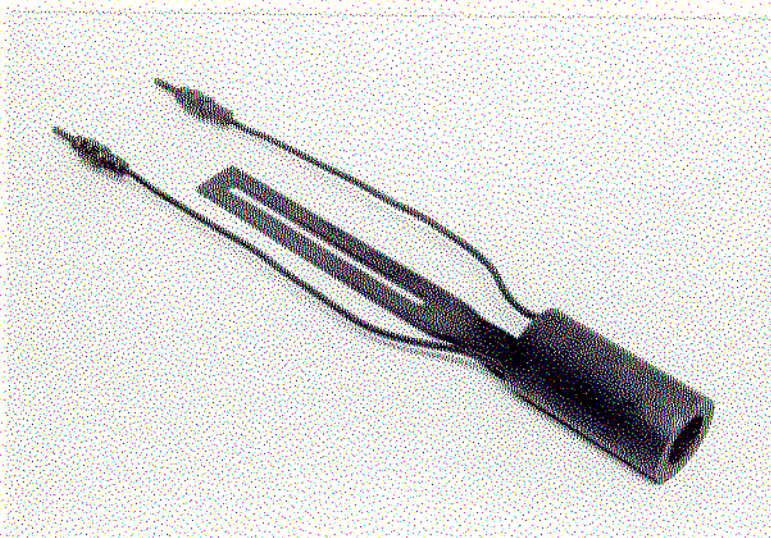


Fig. 35 - Peça de cobre para a refrigeração de barra (ou tubo) extrudada (o).

III-7-7 - Termopar

O termopar utilizado para o monitoramento da temperatura é do tipo K (Chromel-Alumel), com 2,0 mm de diâmetro por 500,0 mm de comprimento. Este termopar fabricado pela "Ecil" apresenta uma isolação mineral entre o sensor e a proteção externa.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS E DISCUSSÕES

IV-1- Fusão dos Vidros

O vidro "A" como comentamos anteriormente no item III-3 foi fundido num forno de resistência a uma temperatura de 1000°C . Não foi possível fundi-lo no forno de indução (RF) pois não há o acoplamento devido a composição do mesmo. Isto ocorre porque o forno só acopla em vidros cujas composições apresentam algum componente do grupo I-A da tabela periódica (Li, Na, K, ...), pois estes elementos na forma de óxidos diminuem sua resistividade a medida que a temperatura aumenta, aumentando ao mesmo tempo a condutividade elétrica facilitando o acoplamento. Logicamente a portentagem destes óxidos na composição do vidro afeta a facilidade de acoplamento.

Os vidros "B" e "C" foram fundidos no forno de indução pois apresentavam em suas composições Na_2 e K_2O respectivamente. O vidro "B" foi fundido em cadinho de quartzo e o vidro "C" em cadinho de mulite.

O vidro que acoplou mais facilmente foi o "C" devido provavelmente a quantidade de K_2O existente. Durante sua fusão podemos observar nitidamente "rais" na sua superfície, que aparecem devido ao fluxo ascendente das camadas mais internas do vidro, fig. 36. Este fluxo é provocado pela corrente induzida no próprio vidro.

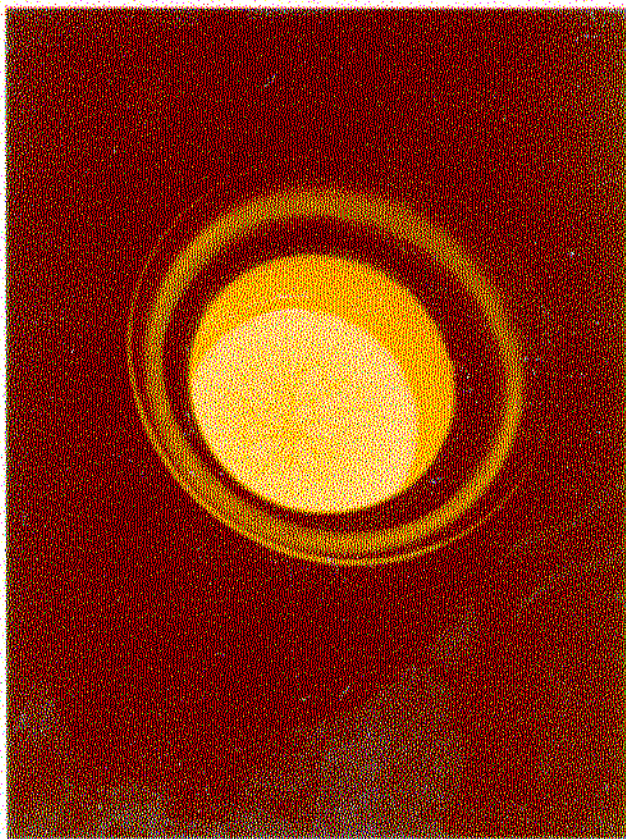


Fig. 36 - Fusão do vidro "C", destacando as
"raias" devido a corrente induzida.

Como as fusões desse vidro foram feitas em cadinho de mulite o grau de contaminação era muito grande, provocando o amarelecimento do mesmo. Para confirmarmos que a cor amarela era devido a contaminação, utilizamos um cadinho de quartzo para a fusão obtendo um vidro transparente, como pode ser observado na figura 37.

Um outro aspecto observado durante o início da fusão deste vidro no forno de indução, utilizando o suscepto

de grafite para o pré-aquecimento, foi a agitação um pouco violenta a medida que o pó ia derretendo, isto é devido a reação entre o óxido de nióbio e o carbonato de potássio⁽⁴⁸⁾.

O estudo mais detalhado deste vidro deverá ser feito brevemente visando uma explicação melhor das observações feitas.

Na tabela 7 temos o índice de refração dos vidros utilizados.



Fig.37 - Vidro "C" fundido em cadinho de quartzo (transparente) e de mulite (amarelo).

Vidro	Índice de refração
A	1,730
B	1,518
C	1,647

Tabela 7 - Índice de refração dos vidros utilizados (medidas com um refratometro de interferência).

IV-2- Refinamento

No item III-4 expusemos os três métodos para o refinamento do vidro durante a fusão, visando a retirada de bôlhas. Destes métodos o mais rápido e eficiente é o "vácuo", que consegue retirar todas as bôlhas existentes no vidro num período de 30 a 40 minutos, ao mesmo tempo que ajuda na homogenização. Por outro lado apresenta alguns inconvenientes tais como: diminuição da resistência mecânica do vidro devido a retirada dos constituintes do mesmo, dificuldades na manuseio do sistema durante a fusão e o alto custo do sistema comparado com os demais.

No caso do "cadinho acelerado", apesar de apresentar uma eficiência um pouco inferior a do vácuo e um tempo de refino maior, tem a vantagem de ser um sistema mais simples (apesar dos controles eletrônicos necessários) tanto na montagem quanto no manuseio e menos dispendioso.

Dos três métodos o mais prático é o do "borbulhamento de He", onde os únicos materiais necessários são um tubo de quartzo, uma mangueira de borracha, um cilindro de He e uma válvula para o controle da vazão do gás. Este método apresenta praticamente a mesma eficiência do "vácuo", tendo como único inconveniente o controle da temperatura, uma vez que a mesma deve ser elevada lentamente dentro de uma faixa de trabalho.

Nas figuras 38 e 39 temos as amostras do vidro "B" fundido com esses métodos de refinamento. As bôlhas grandes observadas nas figuras devem ser desprezadas pois apareceram no momento da transferência do vidro para o molde.



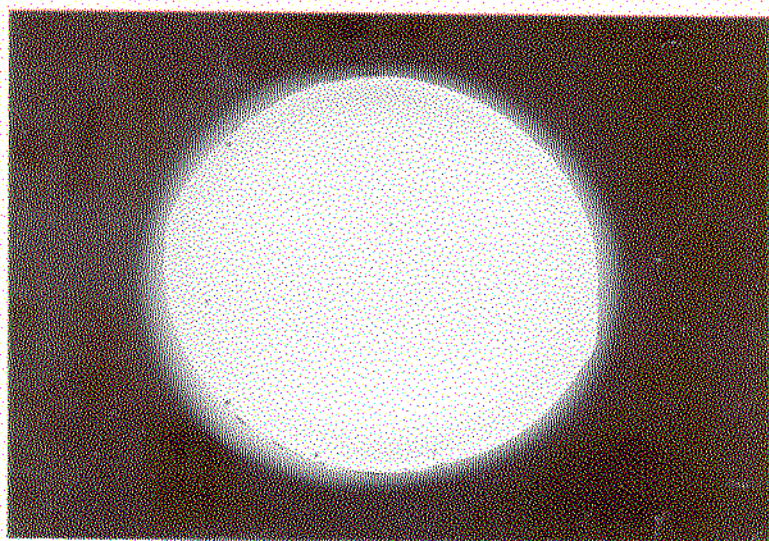


Fig. 38 - Amostra do vidro "B" fundido à vácuo

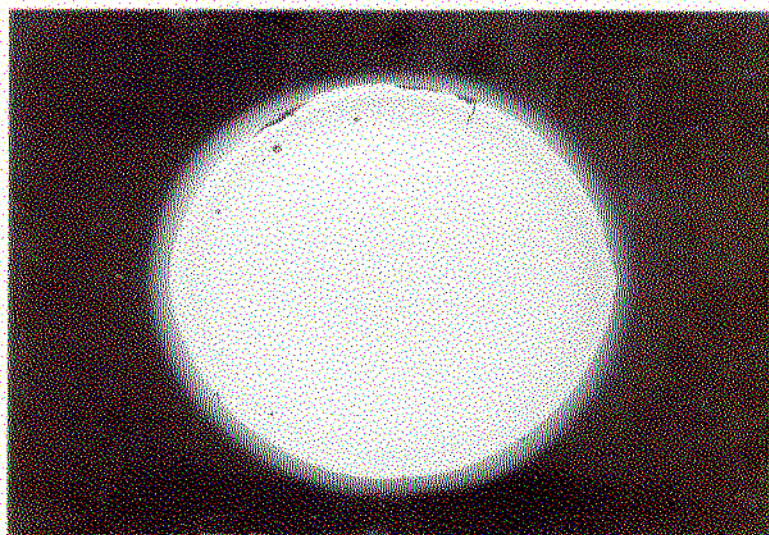


Fig. 39 - Amostra do vidro "B" fundido com bor-
lhamento de He.

IV- 3 Curvas de Dilatação

Como dissemos no item III-6 a curva de dilatação é importante pois nos fornece entre outras coisas a temperatura em torno da qual trabalhamos durante a extrusão (ponto de softening).

As curvas das figuras 41 à 46 , 47 à 51 e 52 à 53, são respectivamente dos vidros "A", "B" e "C". Como podemos notar existem diferenças entre curvas de um mesmo vidro, isto é devido a tempos de resfriamento diferentes sofridos pelas diversas amostras.

A temperatura de transformação vítrea (T_g) depende da historia térmica do vidro, ou seja, de como este vidro foi resfriado, se rápido ou lentamente. ⁽⁴⁹⁾ Quanto mais rápido o vidro é esfriado maior será a temperatura T_g .

A densidade de um vidro resfriado rapidamente é menor do que um resfriado lentamente, isto porque não há tempo para um rearranjo maior das moléculas.

Na figura 40 temos curvas de volume por unidade de massa em função da temperatura para tempos de resfriamentos diferentes para um mesmo tipo de vidro. A curva 3 representa um resfriamento mais rápido do que as curvas 2 e 1, sendo os pontos T_{g1} , T_{g2} e T_{g3} respectivamente as temperaturas fictícias (ou temperatura de transição vítrea, T_g) das amostras de vidro 1, 2 e 3. Ao aquecermos lentamente a amostra 3, percorreremos a curva III até atingirmos o ponto B, neste instante o volume do vidro diminuirá até o ponto A e seguirá pela curva IV até tornar-se líquido. Este fato pode ser observado ao compararmos as figuras 43 e 46 , onde vemos que no caso da

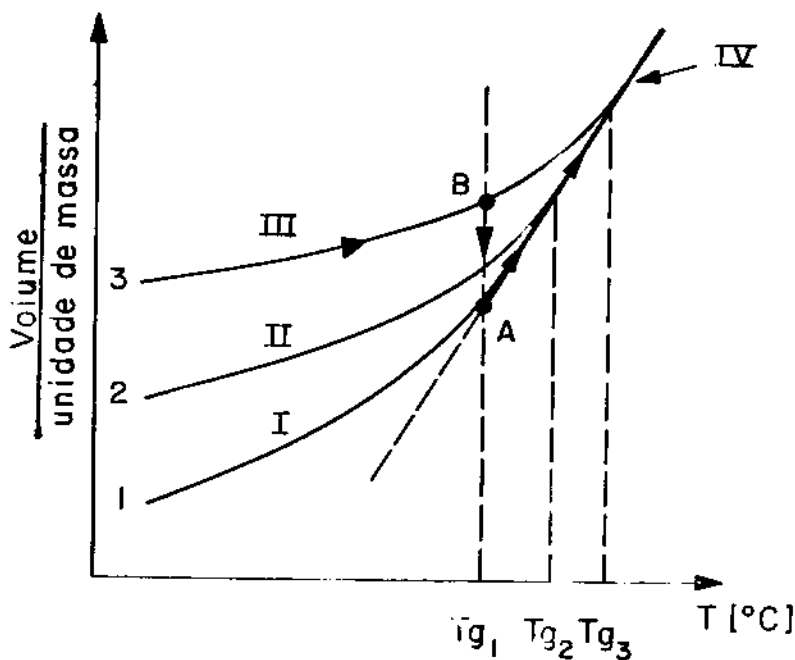


Fig.40 - Curva de volume por unidade de massa em função da temperatura para um vidro hipotético.

primeira a taxa de resfriamento do vidro foi praticamente igual a taxa de aquecimento da amostra (6°C min.) durante o levantamento da curva de dilatação, isto por termos uma curva suave, ao contrário da fig. 45 onde observamos uma contração na curva devido ao fato desta amostra ter sofrido um resfriamento mais rápido do que a anterior.

Fato parecido ocorreu com as amostras do vidro B como podemos ver nas figuras 50 e 51.

No caso do vidro C não observamos esse fato devido as taxas de resfriamento e aquecimento do vidro terem sido iguais, com isso obtivemos curvas suaves como vimos nas figuras 52 e 53.

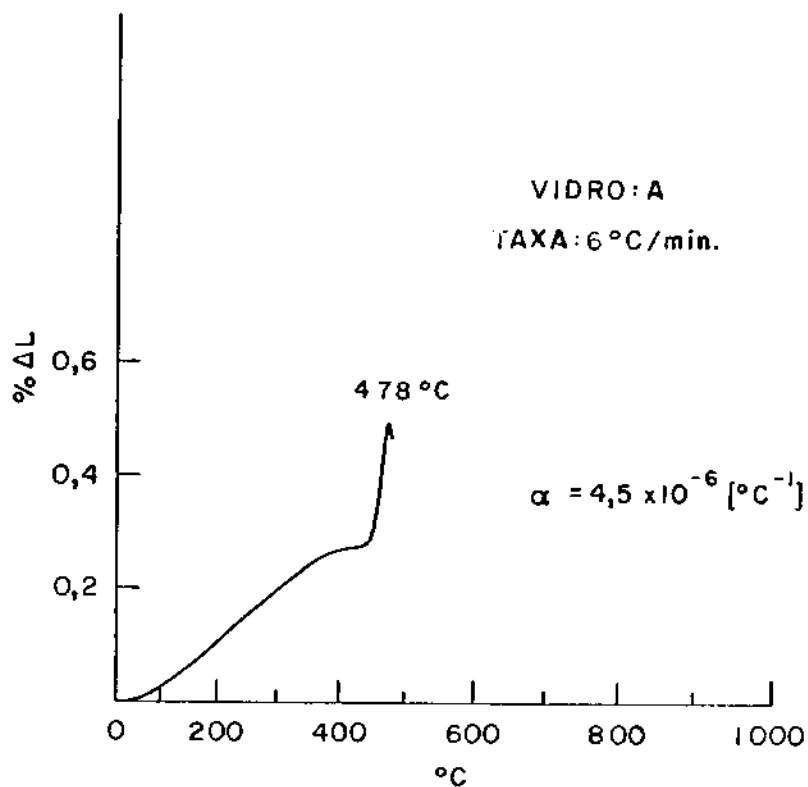


Fig. 41 - Curva de dilatação (vidro "A",
 $T_{\text{sof.}} = 478^{\circ}\text{C}$).

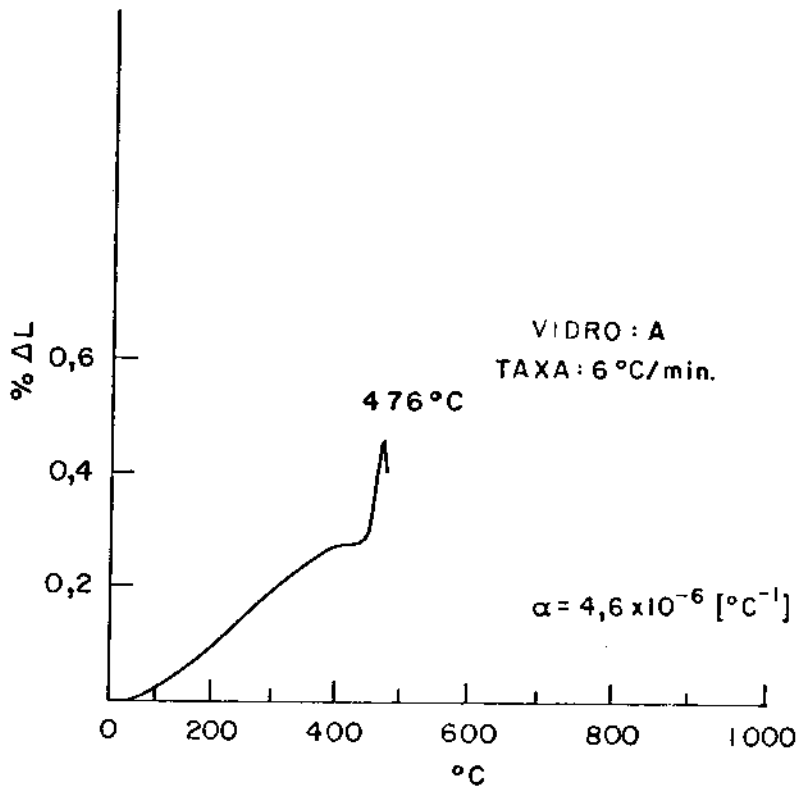


Fig. 42 - Curva de dilatação (Vidro "A",

$T_{\text{sof.}} = 476^{\circ}\text{C}$)

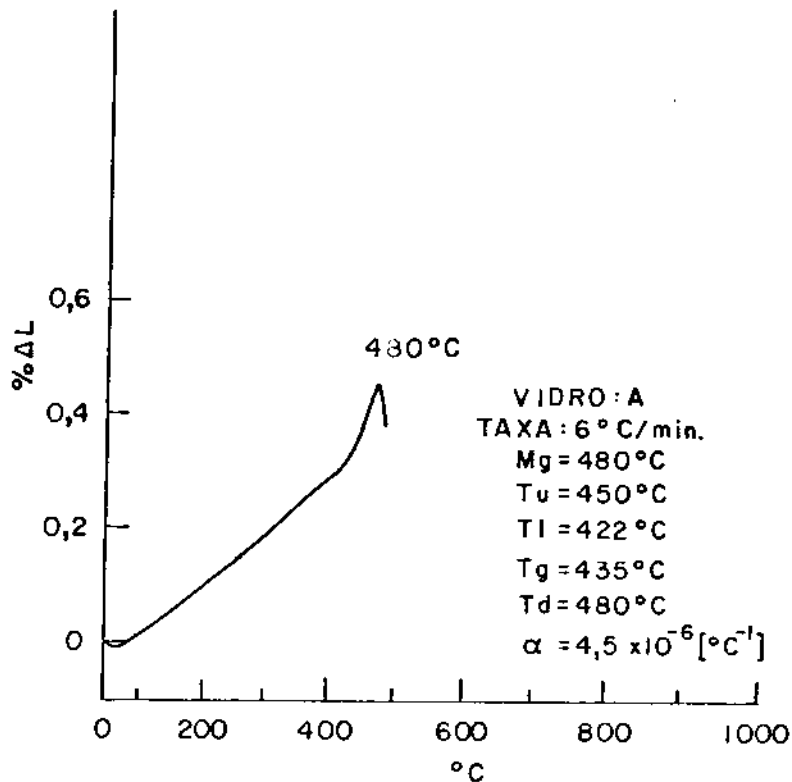


Fig. 43 - Curva de dilatação (Vidro "A",
 $T_{\text{sof.}} = 480^{\circ}\text{C}$).

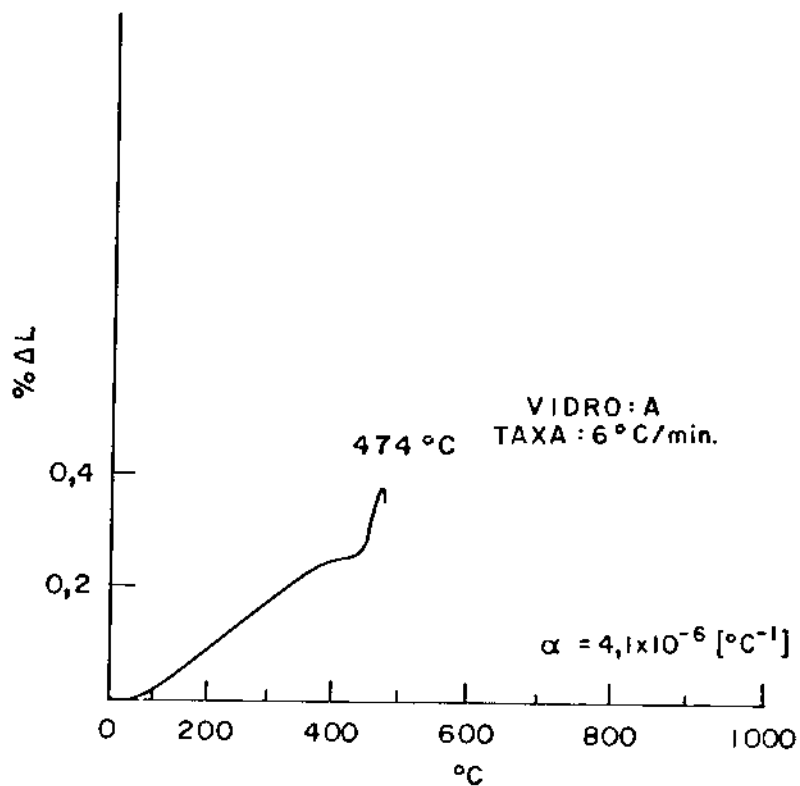


Fig.44 - Curva de dilatação (Vidro "A",
 $T_{\text{sof.}} = 474^{\circ}\text{C}$).

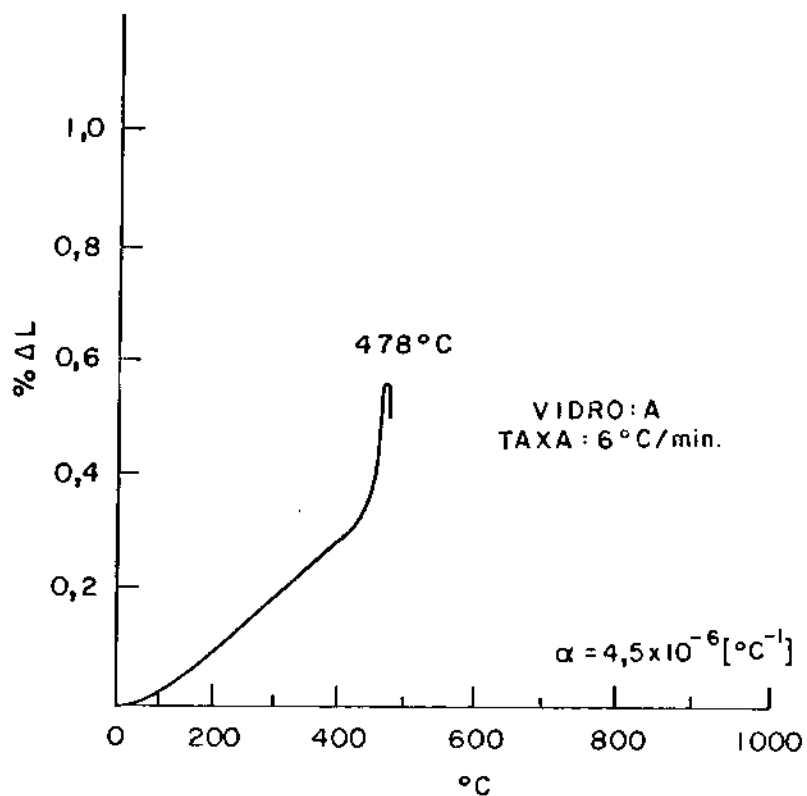


Fig. 45 - Curva de dilatação (Vidro "A",
 $T_{\text{sof}} = 478^{\circ}\text{C}$).

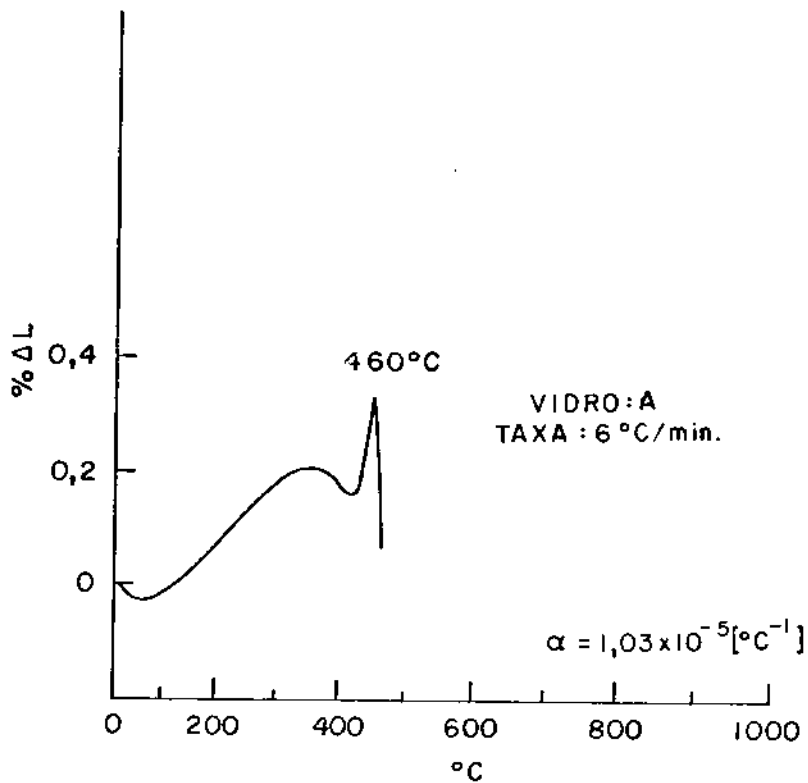


Fig. 46 - Curva de dilatação (Vidro "A",
 $T_{\text{sof}} = 460^{\circ}\text{C}$).

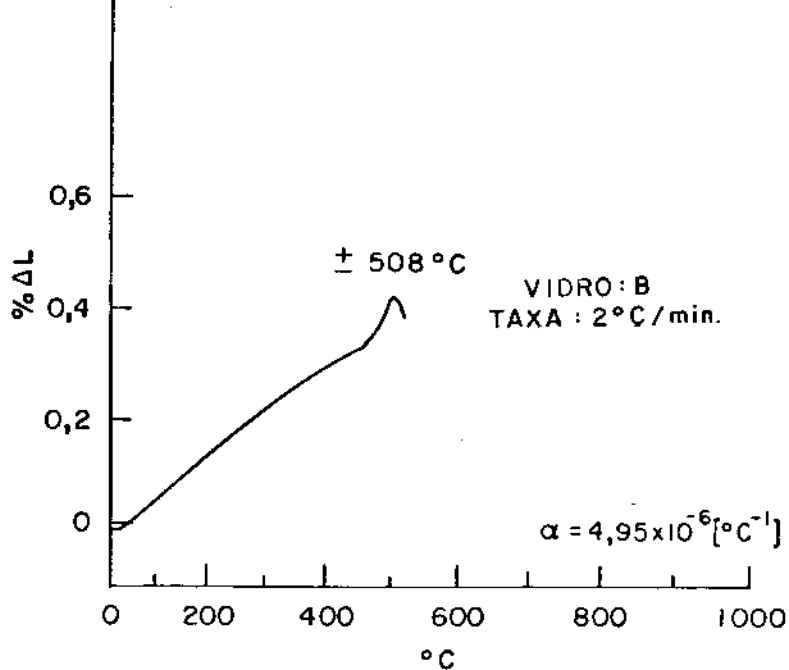


Fig. 47 - Curva de dilatação (Vidro "B,"
 $T_{\text{sof}} = 508^{\circ}\text{C}$).

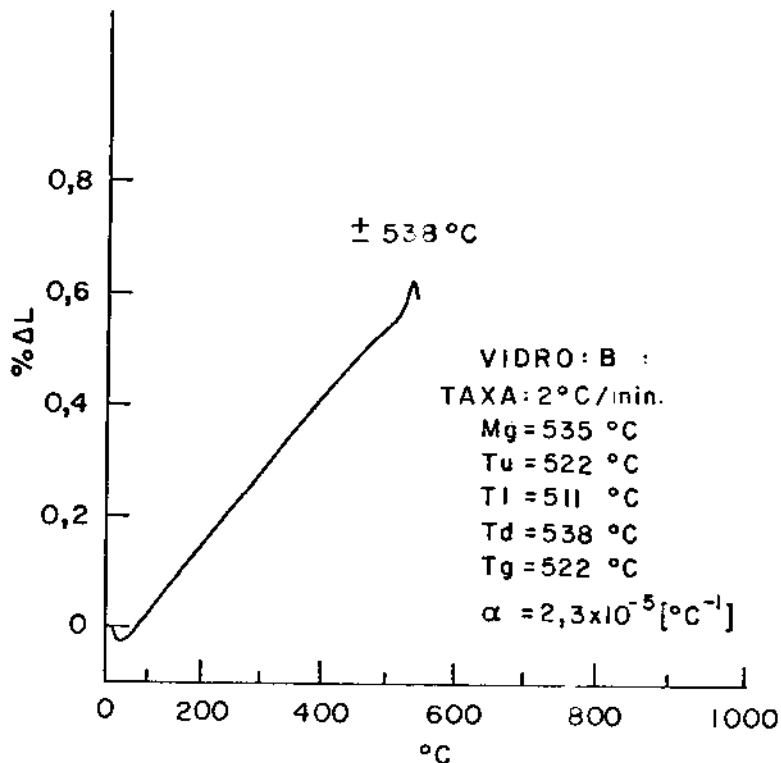


Fig. 48 - Curva de dilatação (Vidro "B",

$T_{\text{sof.}} = 538^{\circ}\text{C}$).

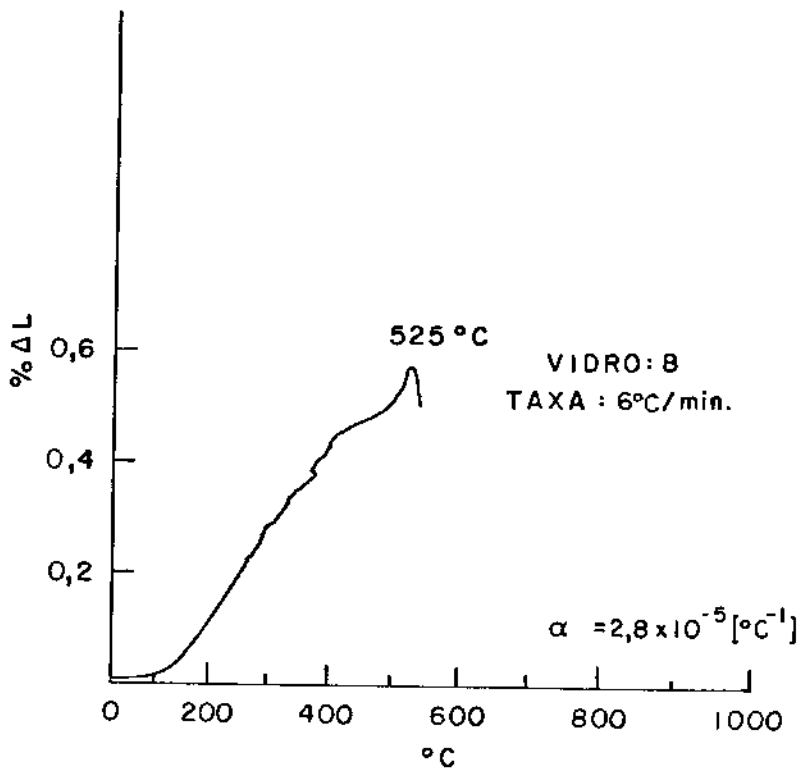


Fig. 49 - Curva de dilatação (Vidro "B",

$T_{\text{sof.}} = 525^{\circ}\text{C}$).

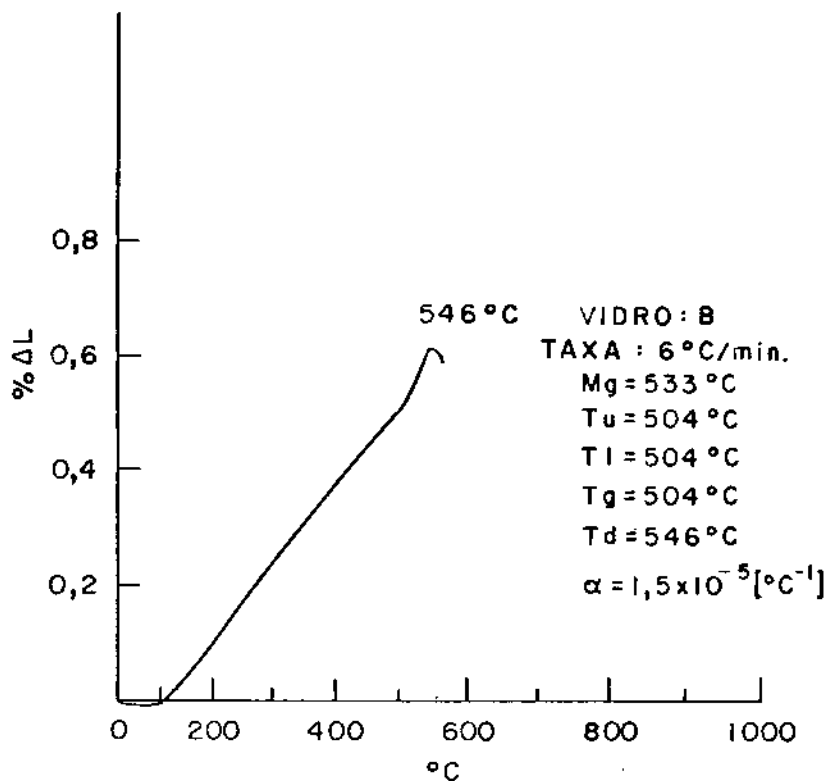


Fig. 50 - Curva de dilatação (Vidro "B",

$T_{\text{sof.}} = 546^{\circ}\text{C}$).

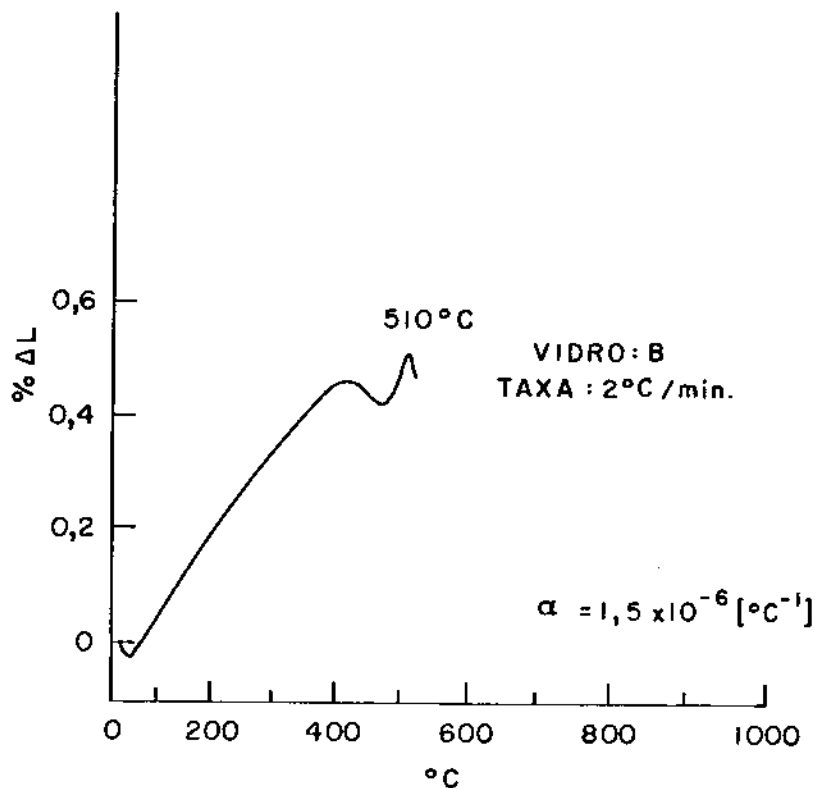


Fig. 51 - Curva de dilatação (Vidro "B",

$T_{\text{sof.}} = 510^{\circ}\text{C}$).

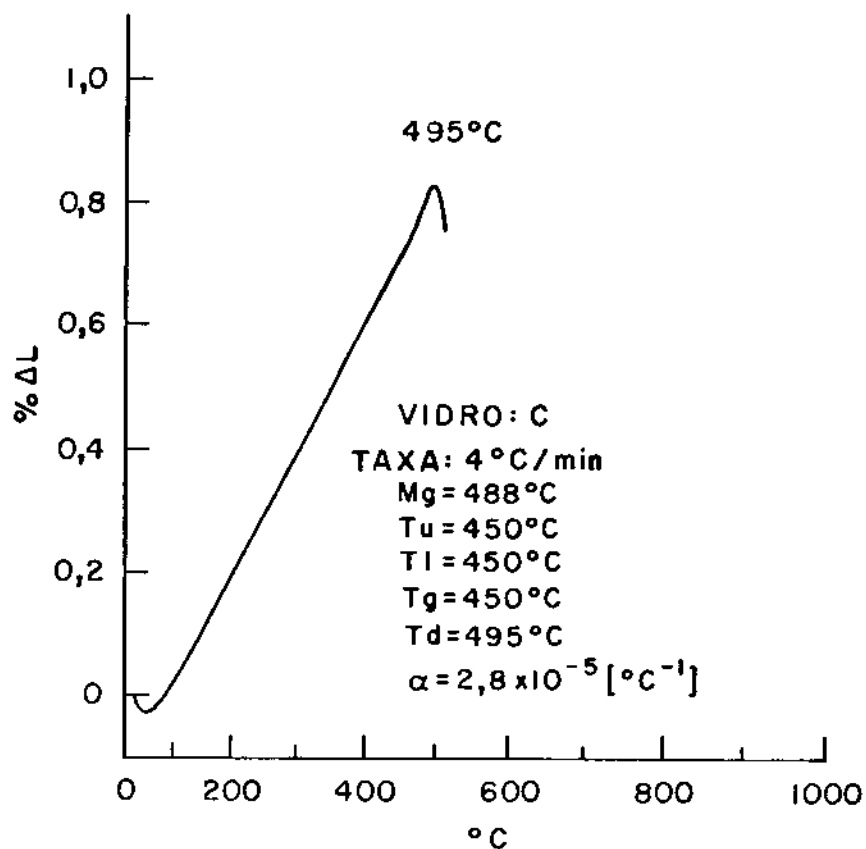


Fig. 52 - Curva de dilatação (Vidro "C,"

$T_{\text{sof.}} = 495^{\circ}\text{C}$).

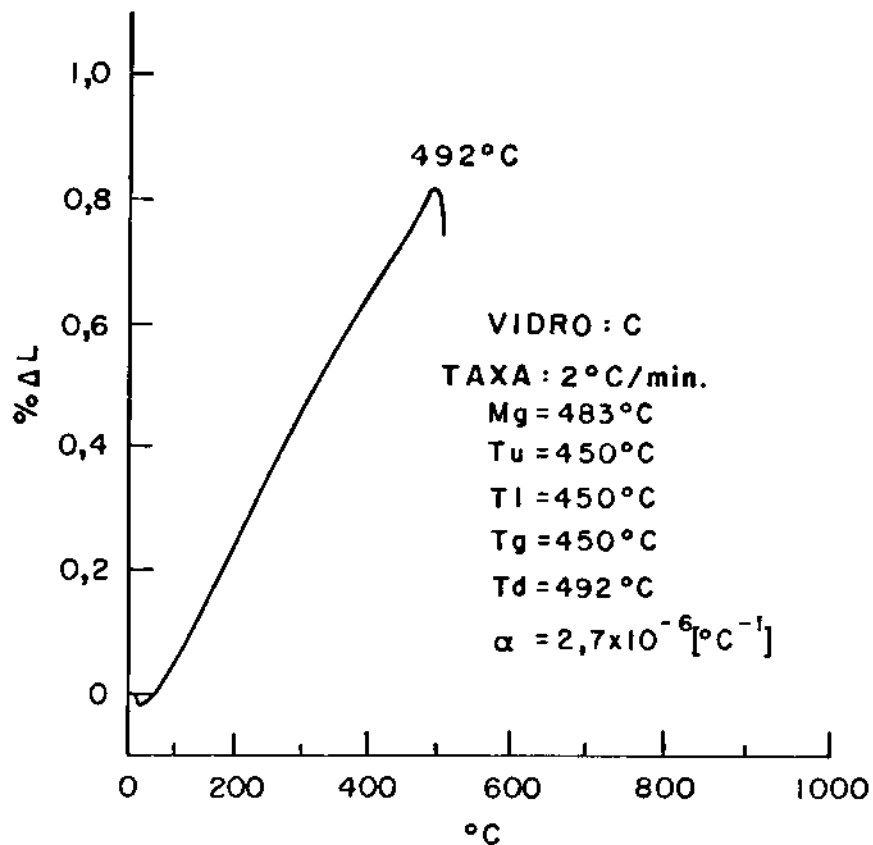


Fig. 53 - Curva de dilatação (Vidro "C",

$T_{\text{sof.}} = 492^{\circ}\text{C}$).

IV-4 - Sistema de Extrusão

A montagem do sistema de extrusão não apresentou grandes problemas, sendo necessário apenas algumas modificações para um controle mais fino do processo e consequentemente um produto final com melhor acabamento. Para um melhor controle da pressão aplicada é necessário uma prensa hidráulica, que pode ser controlada eletronicamente, evitando as variações ocorridas com a prensa mecânica. O forno de resistência utilizado é viável desde que as velocidades de extrusão sejam pequenas, pois para velocidades elevadas há um desequilíbrio do sistema devido ao perfil de temperatura do forno, conforme é ilustrada na figura 54. Para corrigir este problema podemos colocar uma resistência auxiliar na região do "die", para que a temperatura neste ponto seja a mais elevada. Poderíamos também utilizar um forno de indução, porém em termos práticos isto seria mais complicado.

A utilização do inonel como matriz mostrou-se muito eficiente suportando as variações bruscas de temperatura, não apresentando sinais de corrosão devido aos vidros e nem oxidação. Por outro lado o aço HV-310 da "Villares" não suportou o teste pois na primeira tentativa já houve a "descamação" do pistão durante o processo, inviabilizando a utilização deste material.

O único problema que não foi verificado no caso do inonel é o grau de contaminação que este metal pode provocar no vidro, a fim de sabermos se é aceitável ou não para a finalidade desejada.

Os demais componentes do sistema como o controlador de temperatura, refrigeração e o termopar não apresenta-

ram nenhum problema que possa inviabilizar o processo.

Poderíamos finalmente propor a utilização de um sistema X-Y que posicionasse a matriz no interior do forno de modo que a distribuição de temperatura radial fosse homogênia.

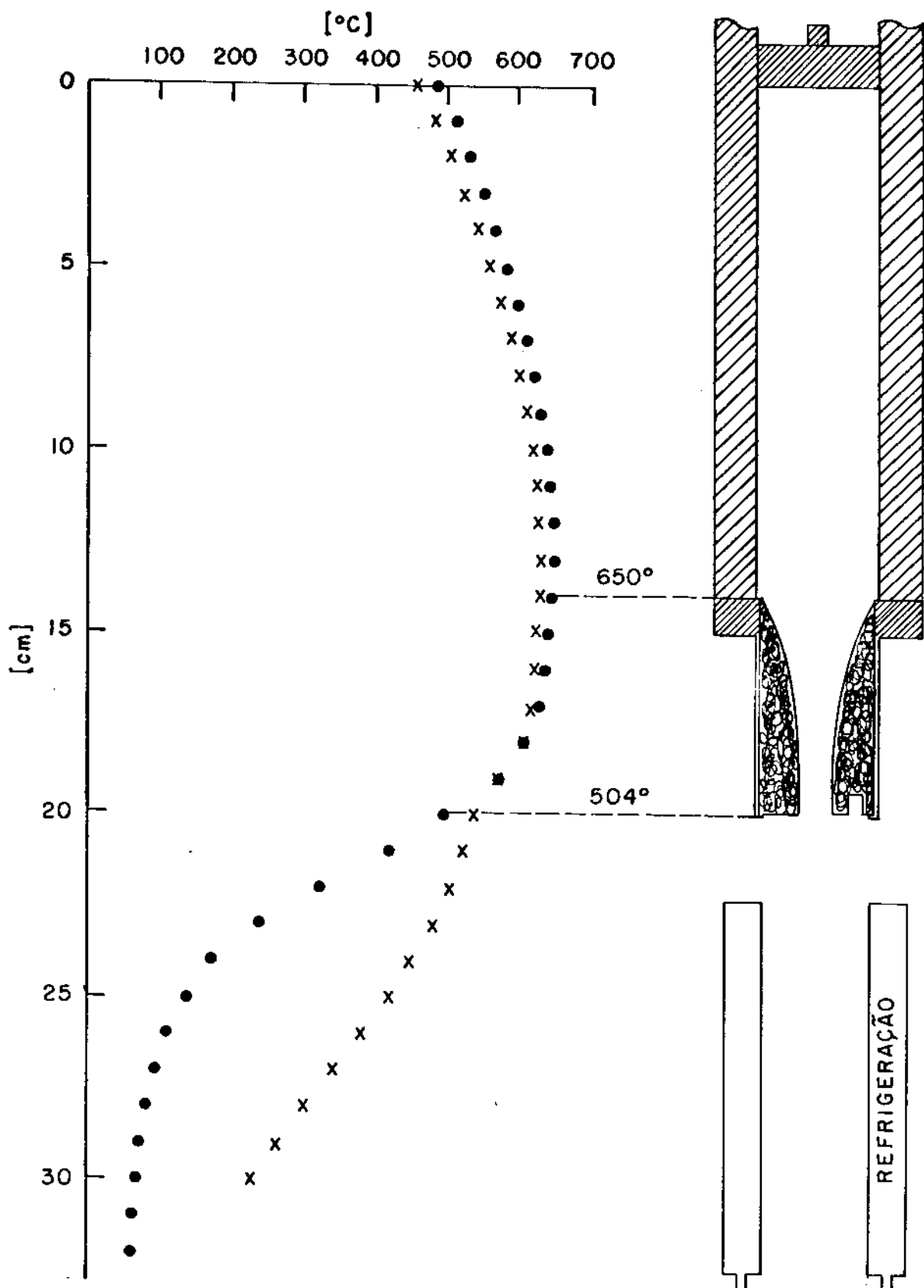


Fig.54 - Perfil de temperatura do forno de extrusão, com refrigeração (.) e sem refrigeração (x).

IV-5- Vidro A (70% B₂O₃; 30% PbO)

Como dissemos inicialmente esta composição foi escolhida para testarmos o sistema de extrusão, visando eliminar possíveis problemas comuns a extrusão de outros vidros. A única mudança importante feita após o primeiro teste foi a colocação de um sistema de refrigeração logo abaixo do "die", pois a barra extrudada colapsava devido a alta temperatura. Esta refrigeração funcionou perfeitamente, sendo o seu uso obrigatório nas demais extrusões.

As primeiras barras extrudadas são mostradas na figura 55.

No início do processo a barra tende a entortar um pouco, porém a medida que vai sendo extrudada este defeito tende a sumir (ou diminuir) dependendo da velocidade de extrusão e do peso da barra. Como a região do "die" não é a mais quente devido ao perfil do forno (fig. 54), velocidades elevadas provocam o deslocamento rápido das camadas de vidro mais quente da parte superior da matriz para a saída do "die", com isso há um desequilíbrio térmico provocando uma variação radial da temperatura na saída do "die". O peso contribui para o "alinhamento" da barra principalmente no caso desse vidro que tem 30% de PbO, porém não é um fator tão crítico quanto a velocidade.

IV-5-1- Características da Superfície da Barra.

A barra extrudada apresentou estrias longitudinais ao longo de seu comprimento como pode ser observado na figura 55; devido a irregularidades na superfície do grafite do "die". Durante a extrusão houve também o despreendimento do grafite, provocando o aparecimento de pequenos pontos pretos ao longo

da barra. Na fig.57 vemos a superfície de secção transversal da barra extrudada.

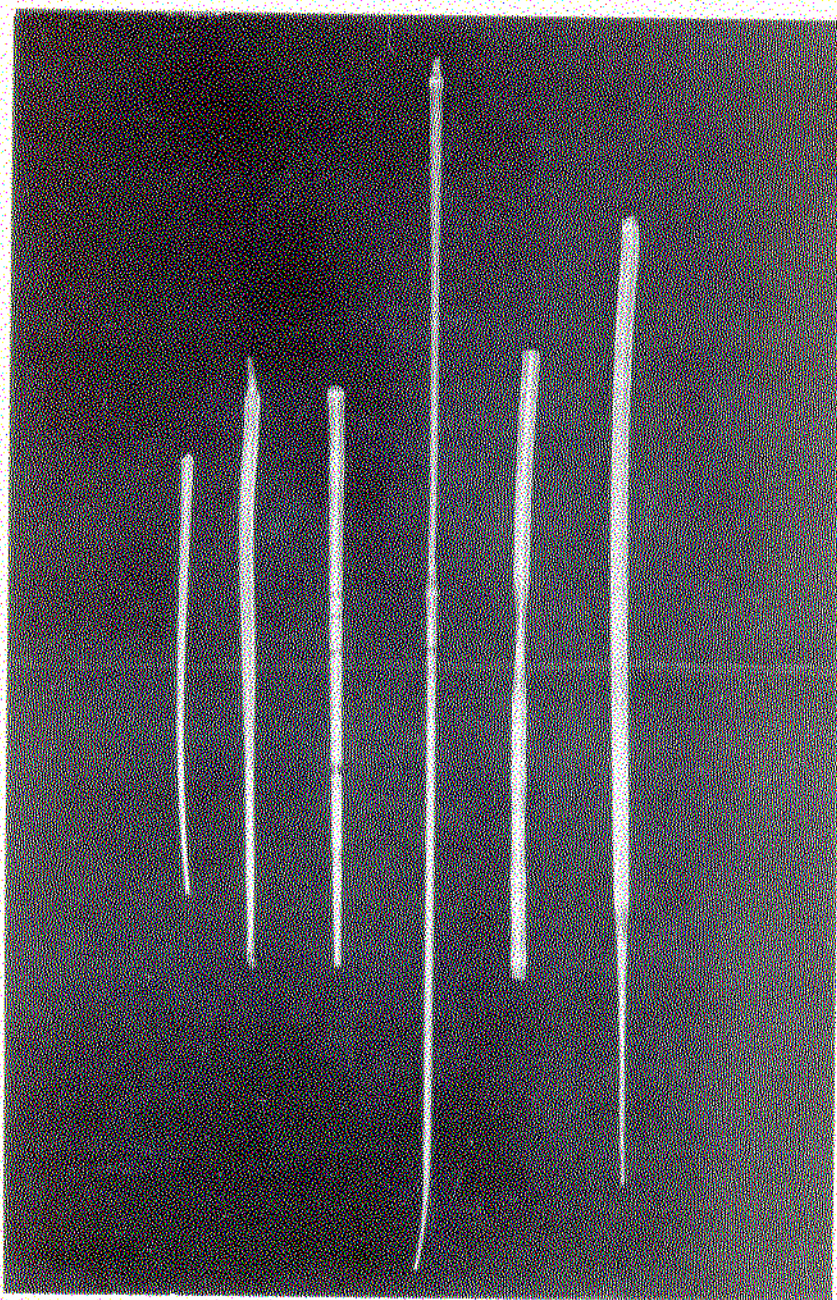


Fig. 55 - Barras extrudadas com "dies" de grafite (vidro "A").

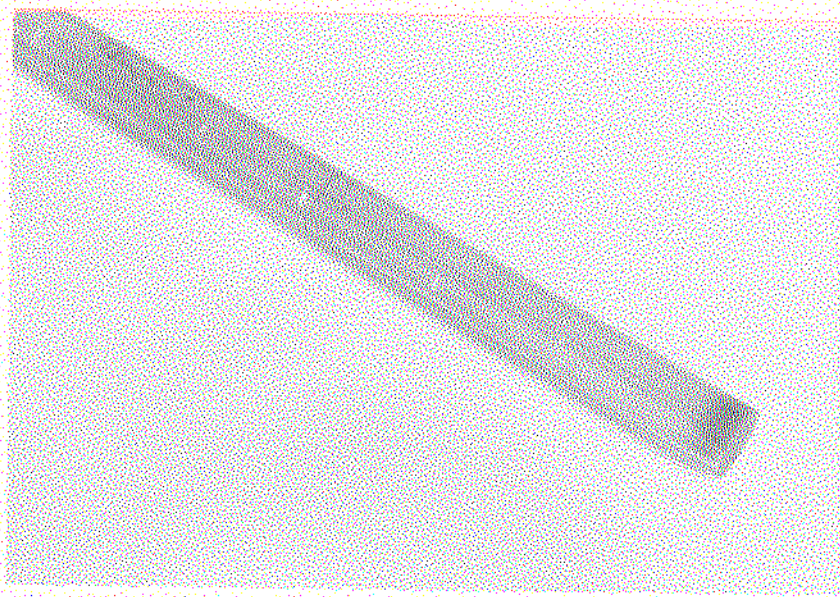


Fig. 56 - Estrias superficiais provocadas pelo "die" durante a extrusão.

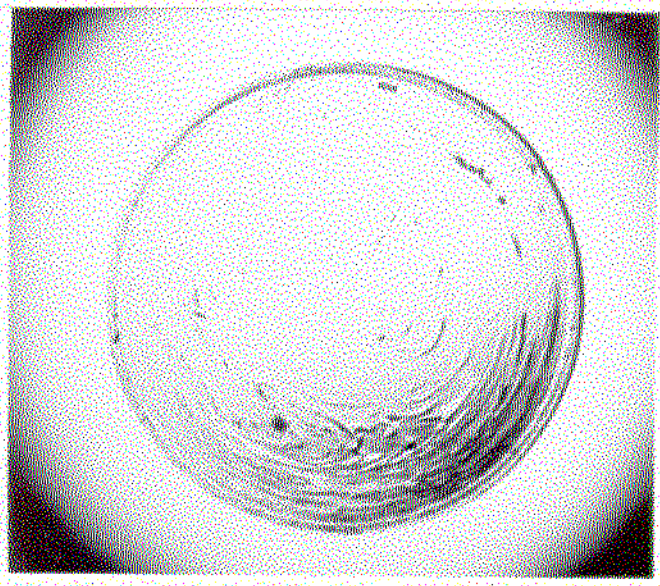


Fig. 57 - Seção reta de uma barra extrudada com o vidro "A"

IV-5-2- Bólhas e Cristalização

As barras obtidas apresentaram pouquíssimas bólhas a não ser no final da extrusão, ou seja, quando havia pouco vidro na matriz, devido ao "rechupe" que se forma ao vazarmos o vidro na matriz. A fig. 58 ilustra este fato.

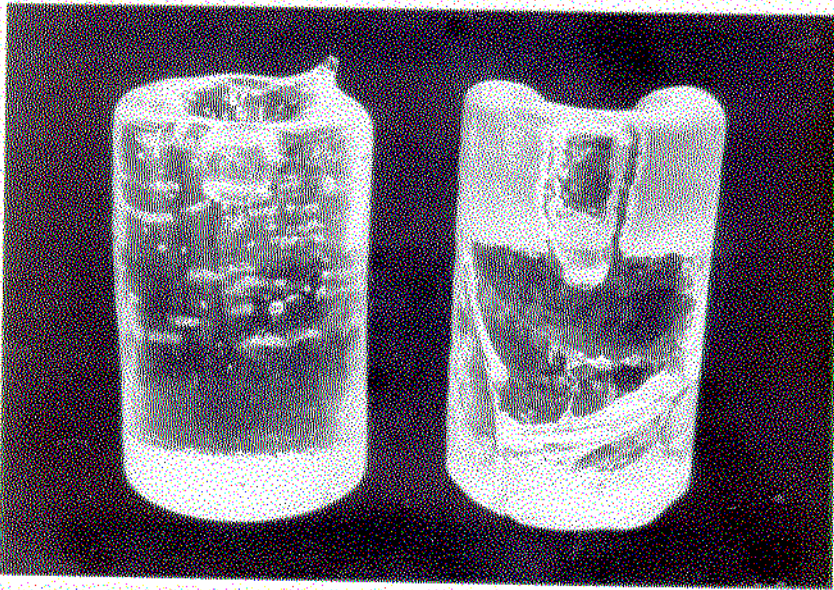


Fig. 58 - Lingotes de vidro com "rechupe" central

A existência de cristalização também foi observada pouquíssimas vezes. A cristalização se deu sempre no centro da barra como mostram as figuras 59, 60 e 61.

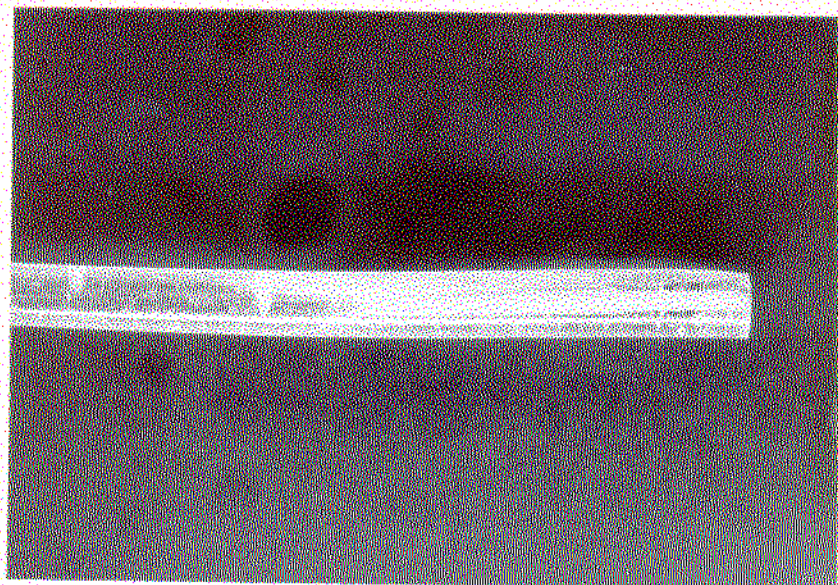


Fig. 59 - Barra extrudada com cristalização central.

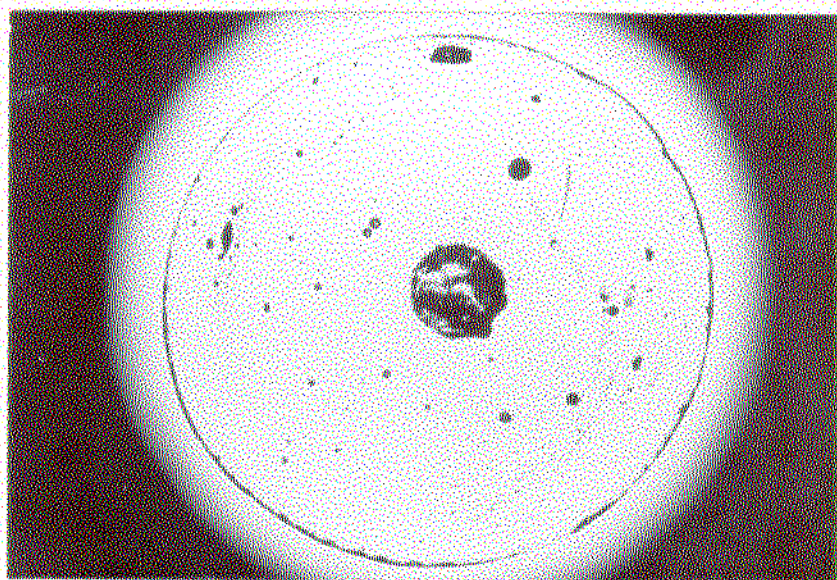


Fig. 60 - Secção reta da barra da fig. 59.

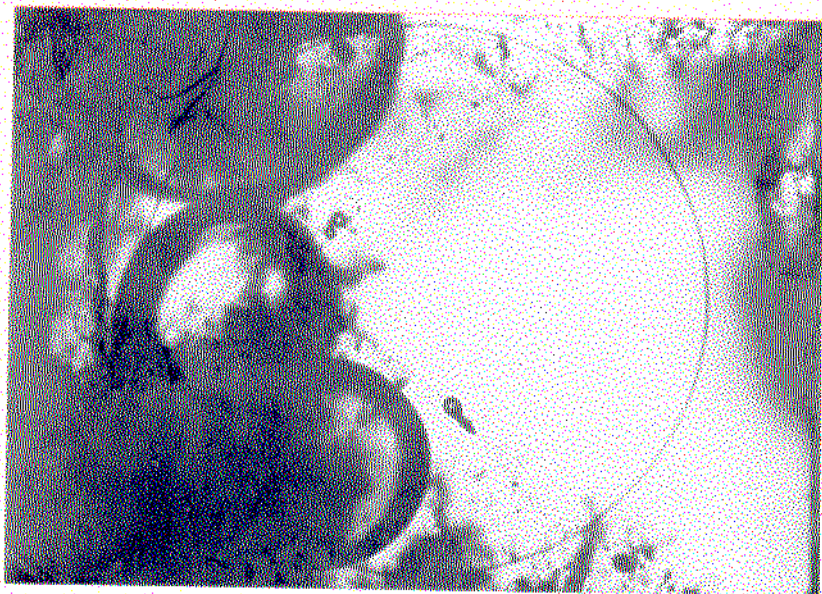


Fig. 61 - Micrografia de cristalização da
Fig. 60 (x 200).

IV-5-3- Curvas Obtidas

Durante os experimentos variamos a temperatura e pressão para plotarmos os gráficos de velocidade de extrusão versus pressão (figura 63). Através destes gráficos podemos notar que a linearidade das curvas obedece a lei de Hagen Poiseuille, portanto podemos dizer que a extrusão desse vidro em "dies" de grafite é rígida pelo mecanismo de "Aderencia à Parede".

As variações na inclinação das curvas é devido ao fato desse vidro ser "curto" (50), havendo portanto grandes variações na viscosidade para pequenos acréscimos na temperatura, e devido a oxidação do grafite do "die" durante a extrusão fazendo com que haja uma variação no raio do canal do "die".

Na figura 64 temos também o gráfico da velocidade de extrusão versus temperatura, de onde podemos tirar a seguinte relação:

$$V \approx V_0 e^{0,16T} \quad (32)$$

As variações dos pontos nas finais das retas (acima da temperatura de $\pm 530^{\circ}\text{C}$) são provocadas pela oxidação do grafite do "die" durante a extrusão. Esta oxidação provoca variações no comprimento e no diâmetro do canal do "die", como ilustra a figura 62

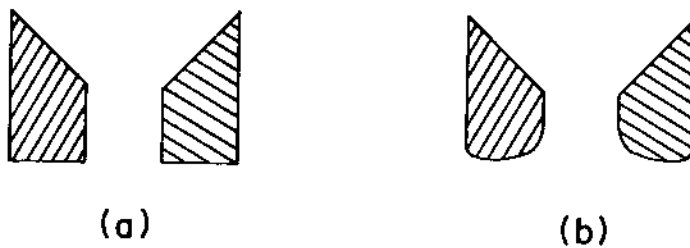


Fig. 62 - "Die" de grafite antes(a) e depois(b) da oxidação.

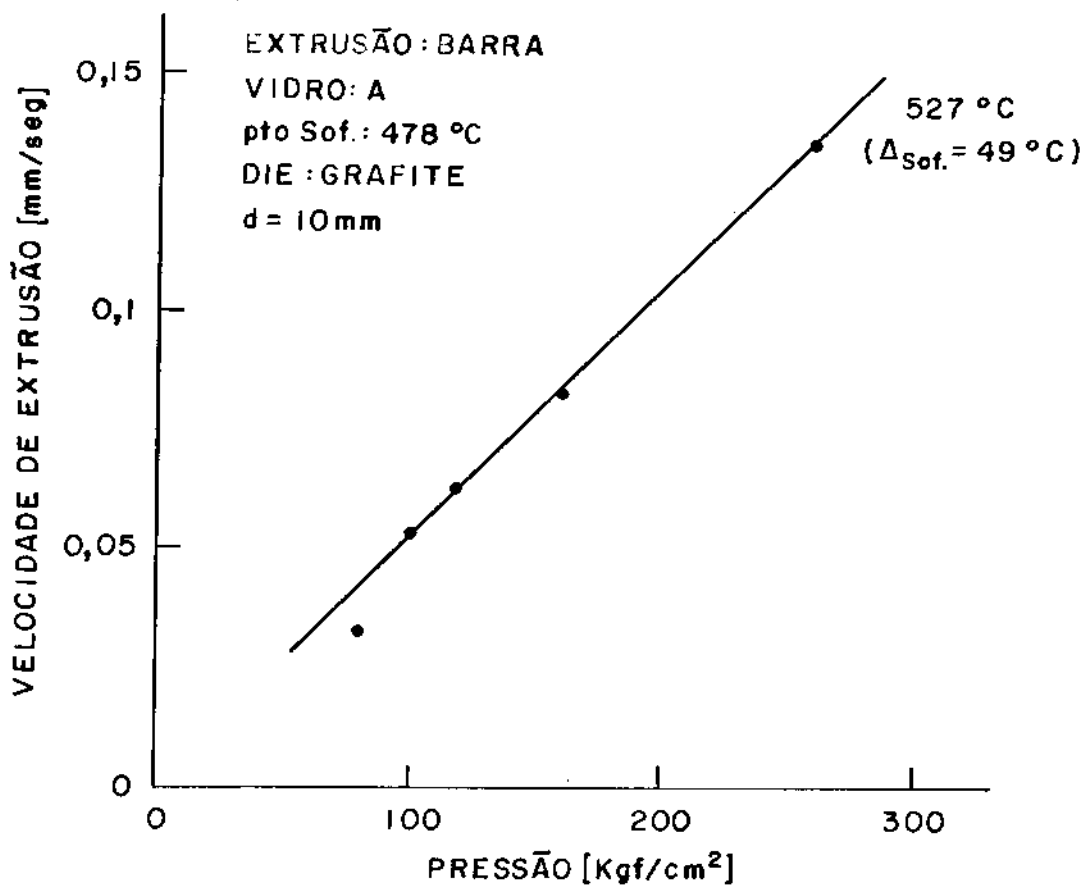


Fig. 63 - Curva de velocidade de extrusão versus pressão (Vidro "A", T= 527°C).

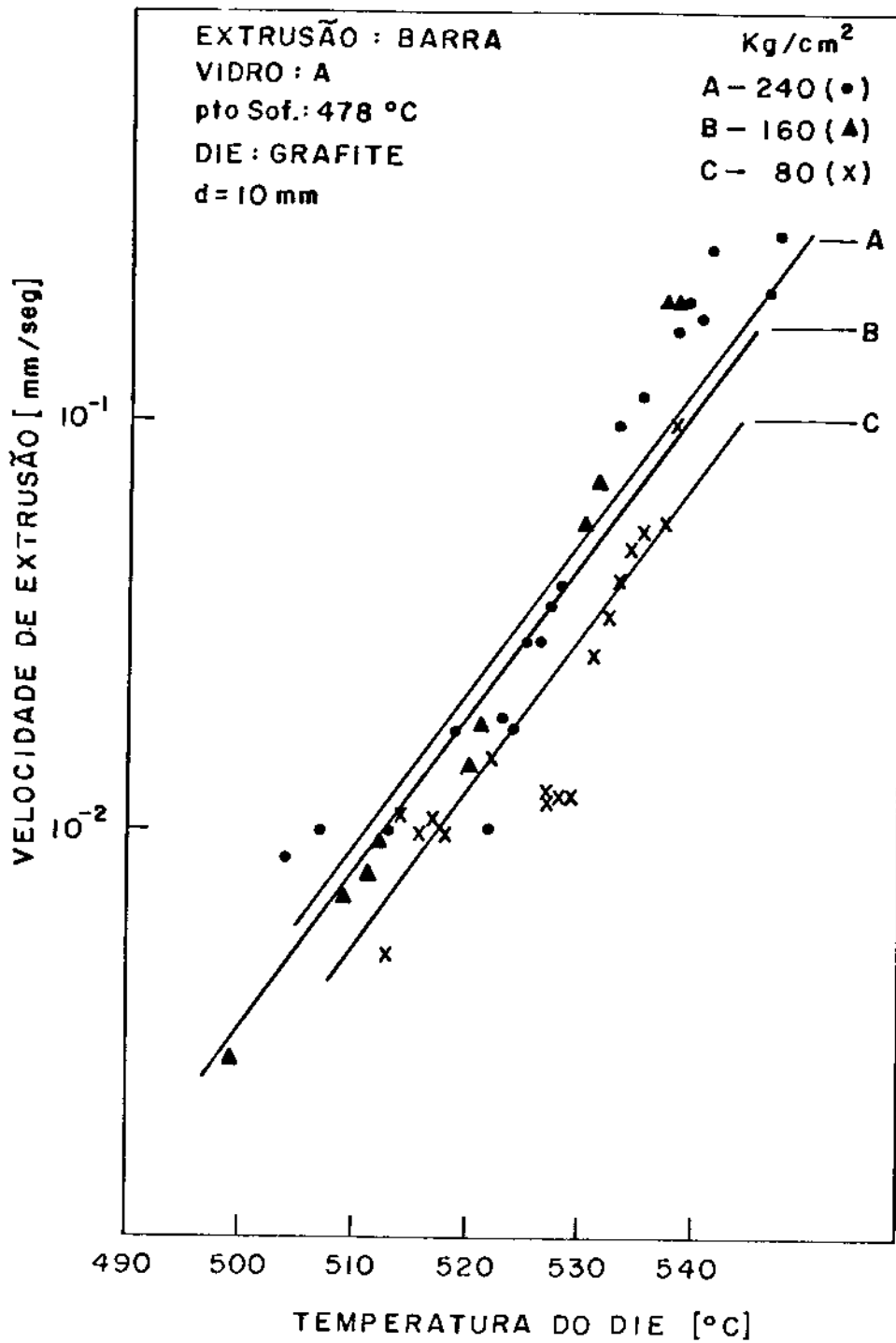


Fig. 64 - Curva de velocidade de extrusão versus temperatura (Vidro "A").

IV-6-Vidro B (42,3% SiO_2 ; 37,3% B_2O_3 , 19,4% Na_2O ; 1,0% Al_2O_3).

A extrusão de barras com este vidro apresentou os mesmos problemas observados com a composição anterior, em alguns pontos com maior intensidade, tais como: entortadura da barra por ser este vidro mais leve que o anterior, cristalização tanto interna quanto superficial devido a composição, e a presença de grafite em grandes proporções na superfície da barra devido a reação entre o vidro e a parede do "die".

A fig.65 mostra as barras extrudadas tanto com "die" de grafite quanto metálico.

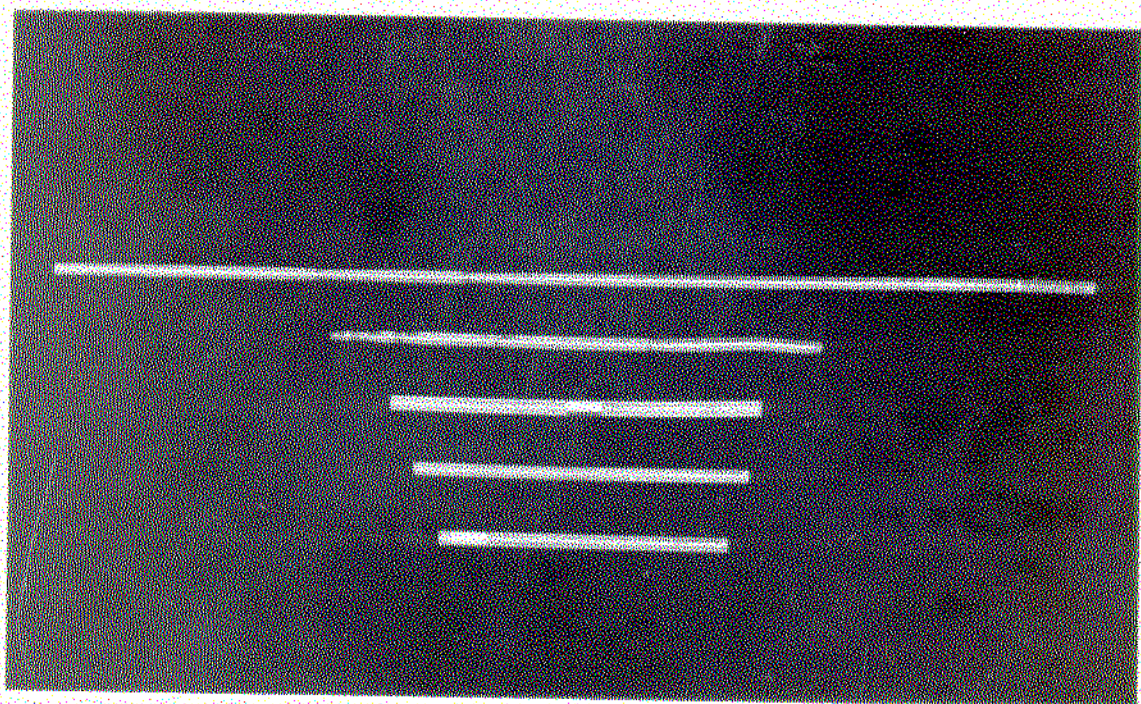


Fig.65 - Barras extrudadas com o "dies" de grafite e inonel (vidro "B").

IV-6-1 - Características da superfície da barra.

A presença de estrias ao longo da barra também foram observadas, a não ser quando utilizamos o "die" de inonel que provocou praticamente o desaparecimento destas.

As barras extrudadas apresentaram a superfície bem mais suja de grafite do que as barras feitas com o vidro "A", como pode ser observado na fig. 66 Segundo alguns autores existe reação entre o SiO_2 e o grafite, ou seja, o carbono presente no grafite reage com os íons de oxigênio do SiO_2 formando CO e/ou CO_2 (51).

A dissolução das pontes de oxigênio dentro da estrutura irregular de SiO_2 provoca a variação na estrutura vítrea e na sua composição. Tal fato foi comprovado ao submetermos a barra a um ataque com ácido nítrico na proporção de 5:1 durante \pm 15 minutos. Nas figuras 67 e 68 podemos ver a secção reta da barra antes e depois do ataque com o ácido, e na figura 69 temos a foto tirada com um microscópio realçando a região mais corroida.

A existência de reação entre o vidro e o grafite provoca então o aparecimento de uma "casca" ao longo da barra.

Não fizemos uma medida da espessura desta "casca" ao longo das barras extrudadas, mas observamos que as variações encontradas não eram muito grande dentro dos limites de pressão e temperatura utilizadas.

A fim de diminuirmos a oxidação do grafite utilizamos o nitrogênio que era lançado através de um tubo metálico na região da saída do "die", porém para velocidades de extrusão mais elevadas o nitrogênio provocava o aparecimento de gran-

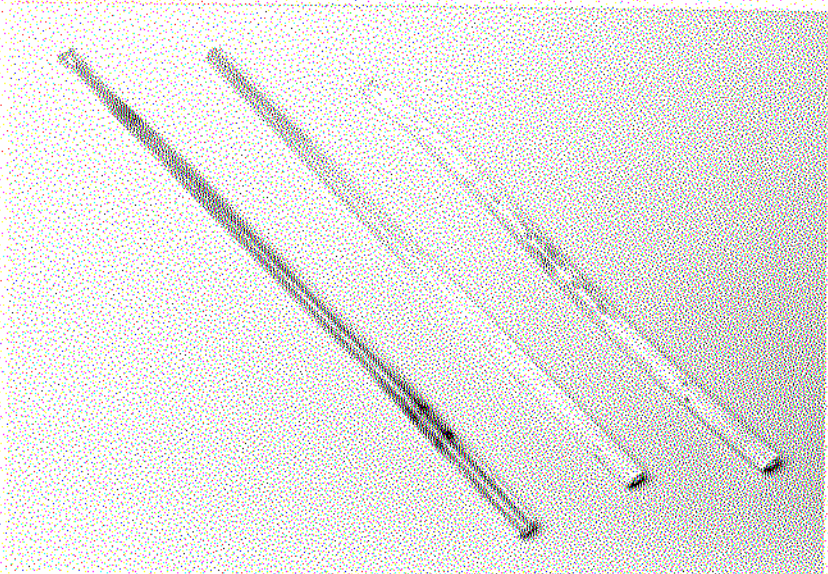


Fig. 66 - Barras extrudadas com "die" de grafite.

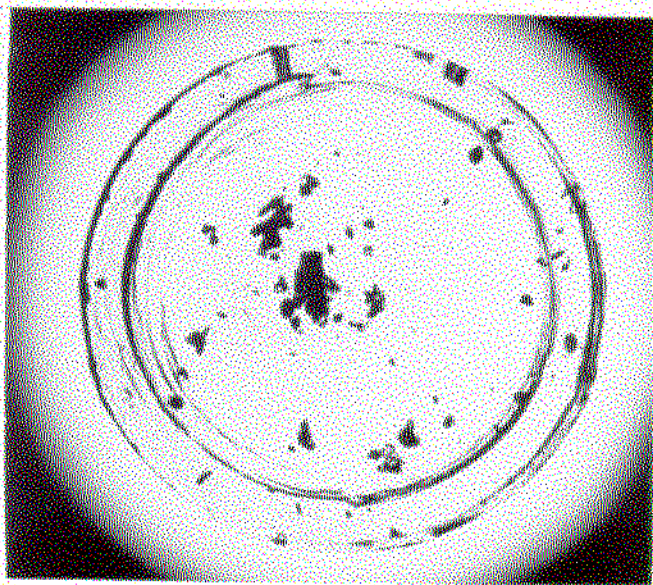


Fig.67 - Secção reta de uma barra extrudada com "casca"

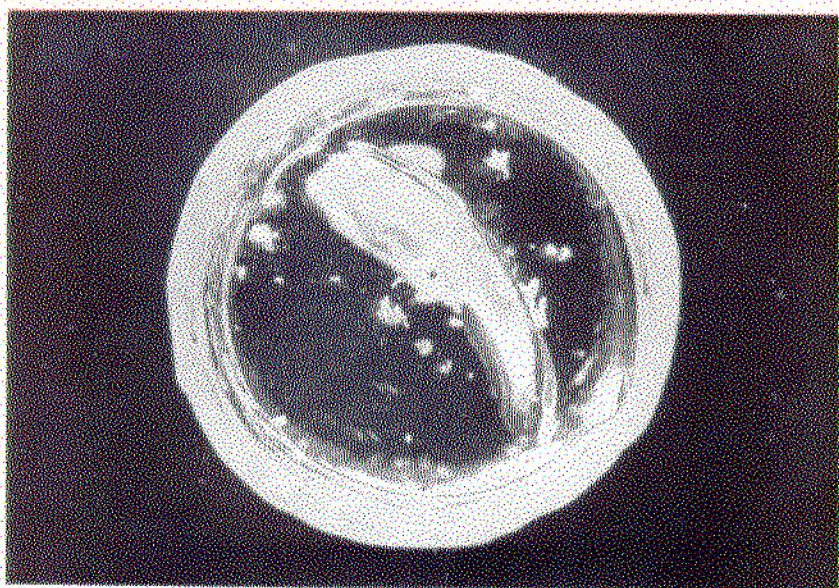


Fig. 68 - Amostra da fig. 67 após ataque com ácido.

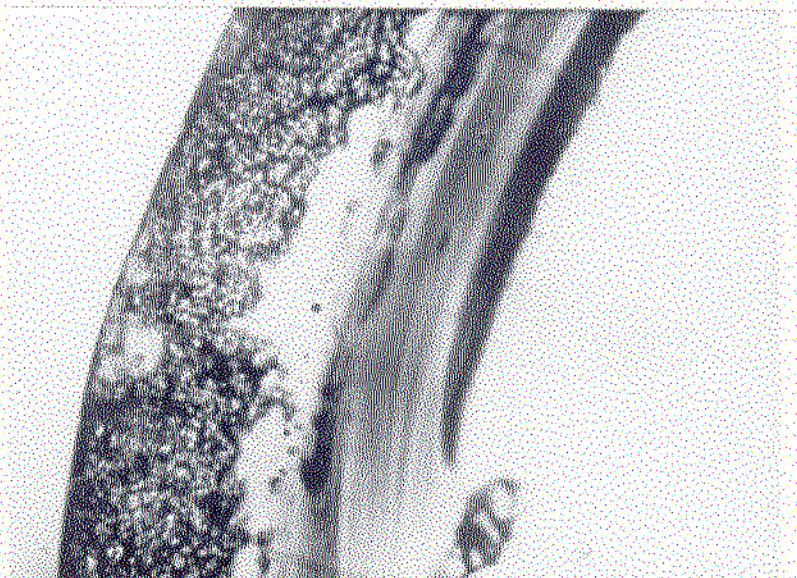


Fig. 69 - Micrografia da região da "casca" vista na fig. 68 (x 200).

des bôlhas na superfície das barras, como pode ser visto na fi
gura 70 .

Na extrusão com "die" de inonel a superfície da barra ficou mais bem "acabada", com bem menos estrias e sem a inconveniente existência do grafite.



Fig. 70 - Bôlhas superficiais na barra extru-
dada devido ao nitrogênio.

IV-6-2- Bôlhas e Cristalização

A presença de bôlhas principalmente de pequeno di-
âmetro foi bem maior nesse vidro do que no anterior. Isto de-
vido principalmente aos componentes do vidro, como por exem-

pio o Na_2O que é obtido a partir do Na_2CO_3 que elimina CO_2 ao decompor-se. Na fig. 71 temos os dois vidros onde podemos comparar a quantidade de bôlhas existente.

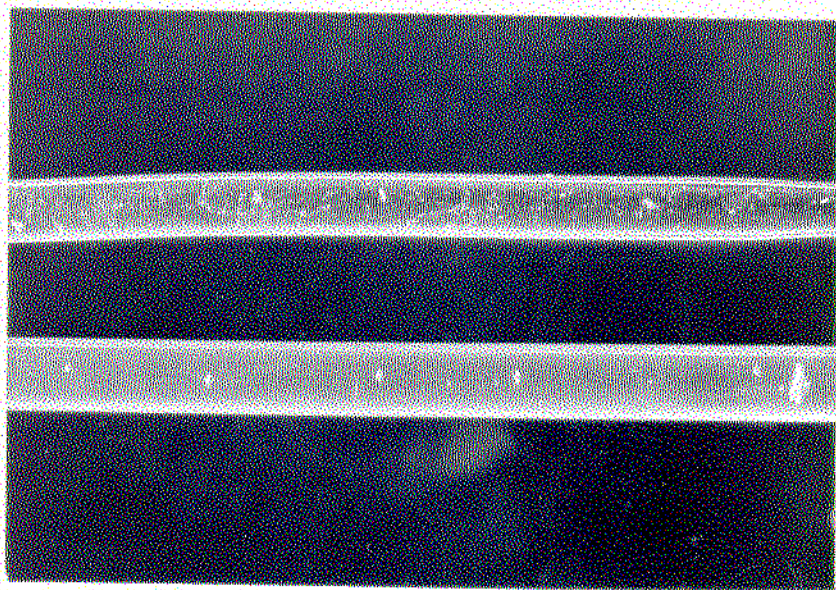


Fig. 71 - Bôlhas internas devido a composição

do vidro:

Vidro "A" (amostra inferior)

Vidro "B" (amostra superior)

Quanto a cristalização esse vidro também apresentou maiores problemas. Inicialmente a composição desse vidro não continha o Al_2O_3 que inibe a cristalização em vidros borossilicatos ⁽⁵²⁾. A introdução de 1,0% de Al_2O_3 (sendo diminuído 1,0% de SiO_2) praticamente não afetou a viscosidade e diminuiu consideravelmente a cristalização como pode ser visto na fig. 72.

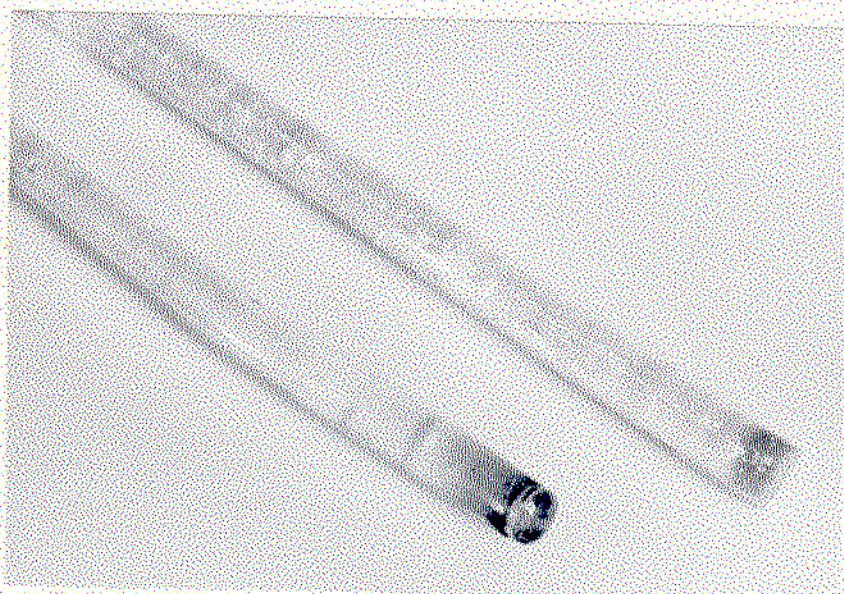


Fig. 72 - Barras do vidro "B" com Al_2O_3 (barra da esquerda) e sem Al_2O_3 (barra da direita)

No final da extrusão, ou seja, quando o vidro contido na matriz estava se esgotando, observamos a presença de cristalização no centro da barra, figuras 73 a 75. Este fato é devido ao tempo que esta quantidade de vidro permanecia den

tro da matriz, uma vez que a matriz cheia dava para duas a tres extrusões, e de impurezas retidas no pistão que não era totalmente limpo após as extrusões.

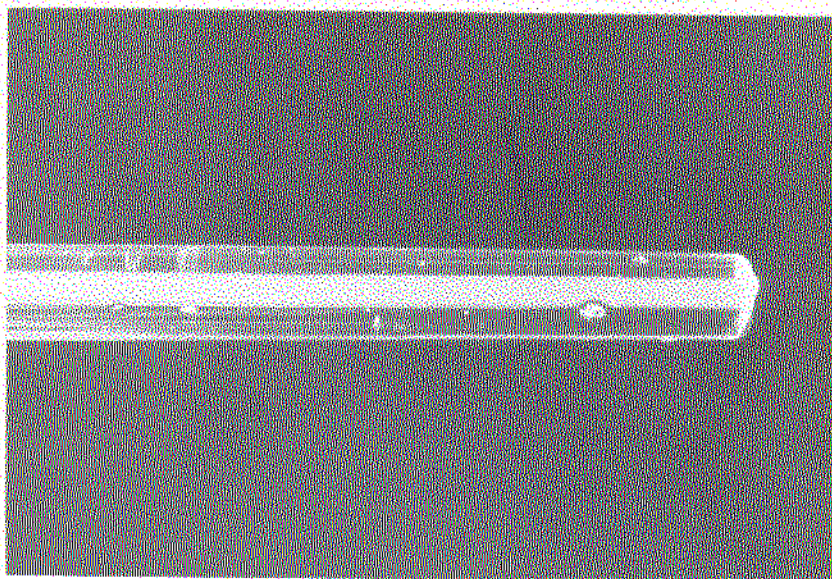


Fig. 73 - Barra extrudada com cristalização central.

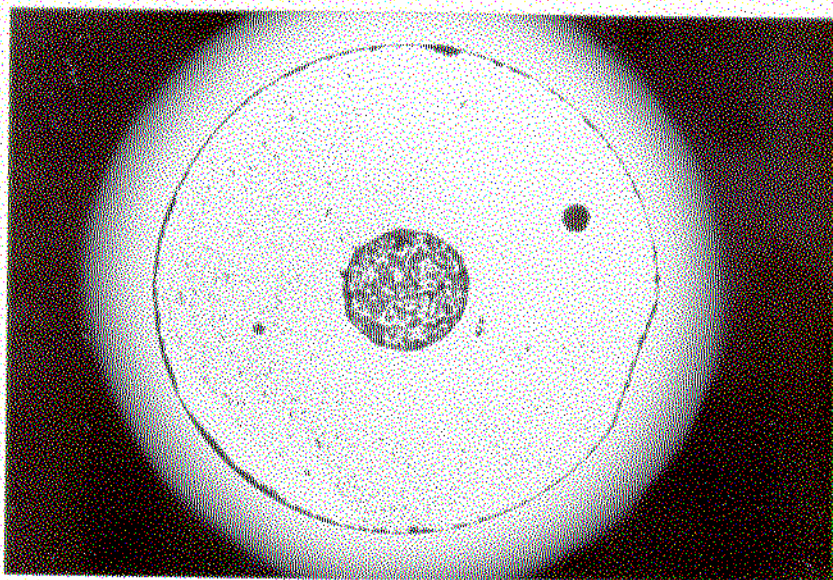


Fig. 74 - Secção reta da barra de fig.73

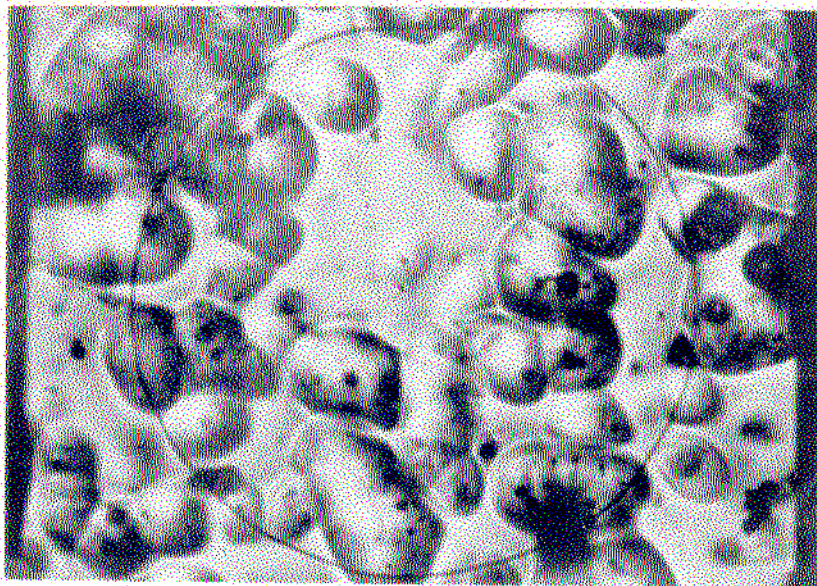


Fig. 75 - Micrografia da cristalização da
fig. 74 (X 200).

IV-6-3 - Curvas Obtidas

Nas figuras 76 à 81 temos os gráficos de velocidade de extrusão em função da pressão (e temperatura) utilizando "dies" de grafite com diâmetro diferentes. Os gráficos não apresentaram uma linearidade como a observada com o vidro "A", mas sim curvas que a medida que a temperatura aumentava ficavam mais acentuadas, como vimos na figura 76.

Depois de extrudada observamos que a barra apresentava uma "casca" na sua superfície devido a reação do vidro com o grafite do "die"

A partir dessas observações podemos dizer que neste caso o escoamento do vidro no canal do "die" é regido pela

teoria de "filme deslizante". Na extrusão com "dies" de inco- nel obtivemos as curvas de velocidade de extrusão mostradas nas figuras 81 e 82. Como podemos notar as velocidades neste caso são mais elevadas comparadas com as obtidas com "dies" de grafite. Observa-se também que a medida que a temperatura aumenta as curvas ficam mais acentuadas, como mostra a figura 79. Esperávamos que a teoria de "filme deslizante" se adequaria a este caso devido as altas velocidades de extrusão, porém ao contrário do ocorrido nas extrusões com "dies" de grafite não observamos a existência de "casca" ao redor da barra extru- dada, supondo uma possível reação entre o vidro e algum dos componentes do metal. Por outro lado as outras teorias propos- tas neste trabalho a princípio não se adaptam a este caso, sen- do assim preferimos deixar em aberto esta questão.

A única informação a mais que podemos obter é uma relação para a velocidade de extrusão tirada do gráfico da fi- gura 82, dada a seguir:

$$v = V_0 e^{0,03T} \quad (34)$$

onde v é a velocidade de extrusão, V_0 é uma constante e T a temperatura

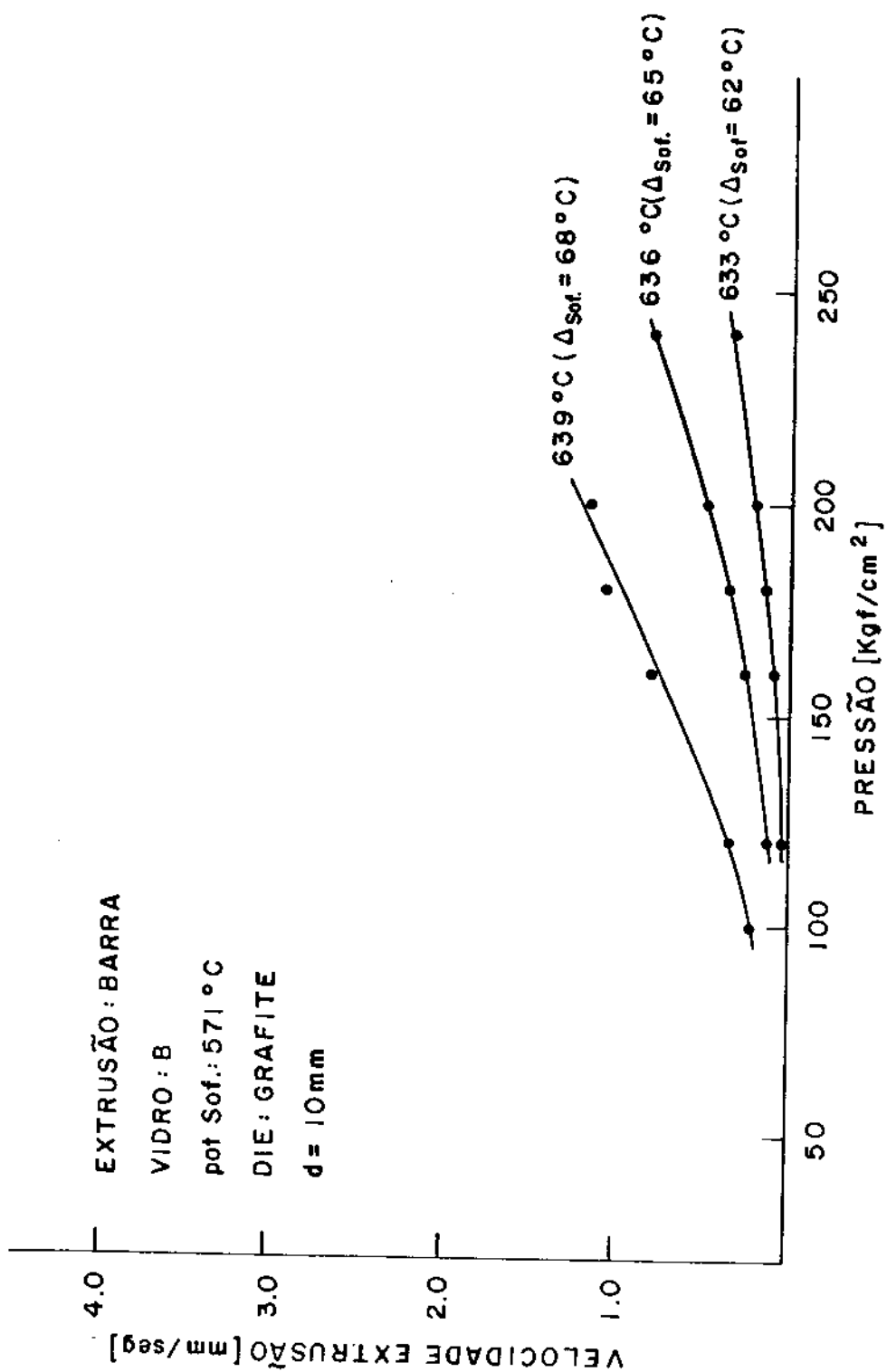


Fig. 76 - Curvas de velocidade de extrusão versus pressão (Vidro "B")

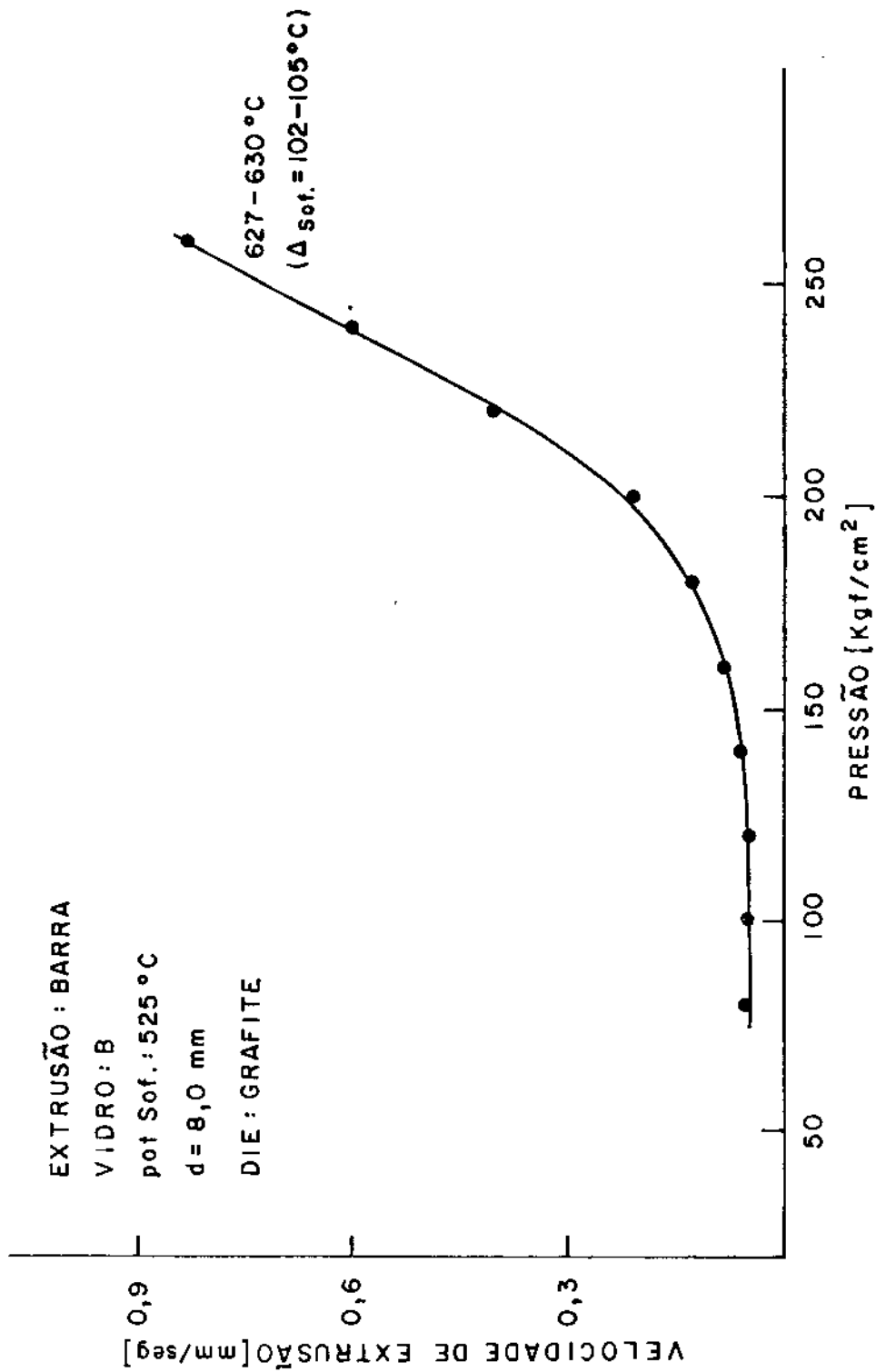


Fig. 77 - Curva de velocidade de extrusão versus pressão (Vidro "B", T=627°-630°C).

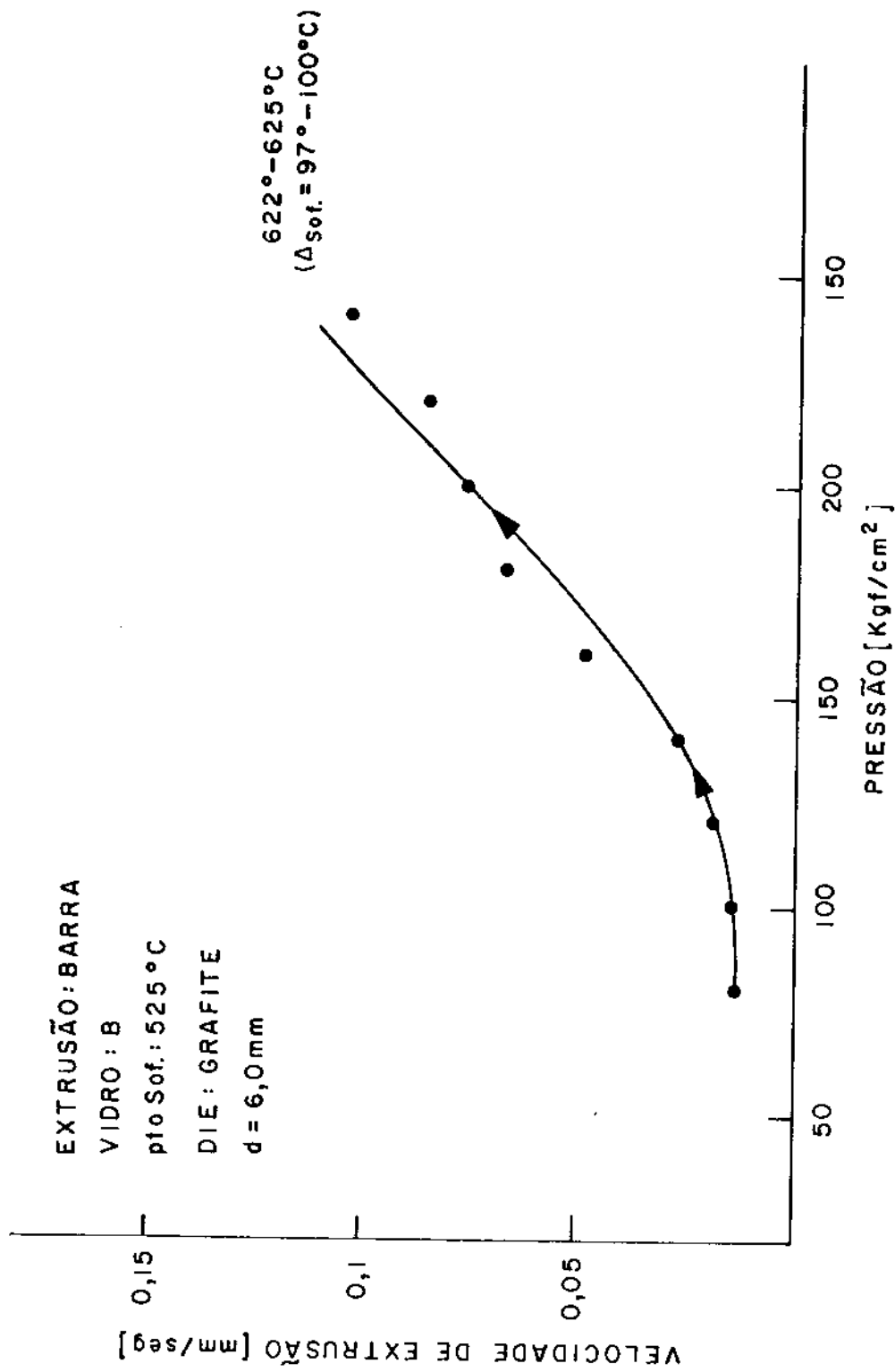


Fig. 78 - Curva de velocidade de extrusão versus pressão (Vidro B, T=622° - 625° C).

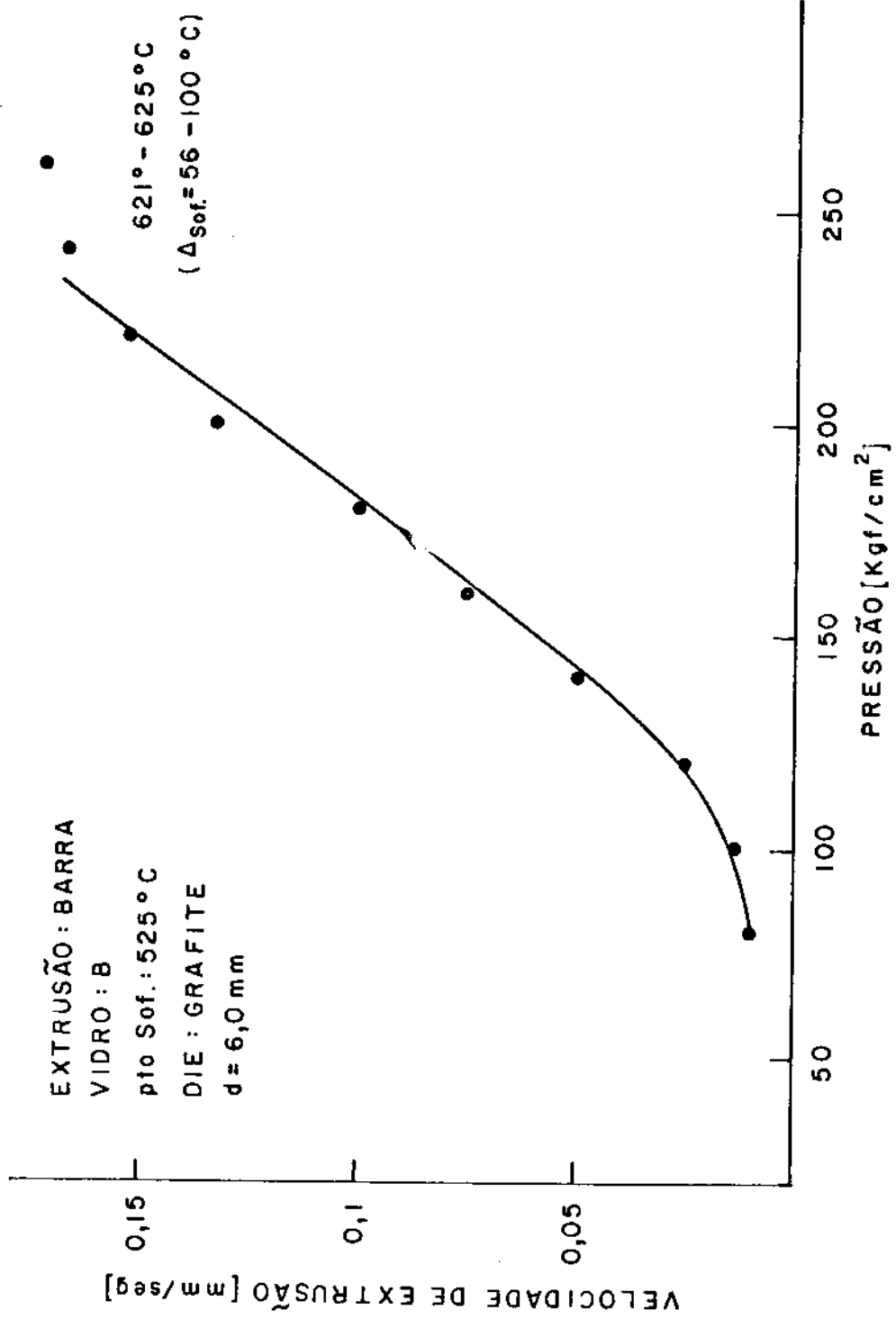


Fig. 79 - Curva de velocidade de extrusão versus pressão (Vidro "B", T=621° - 625°C).

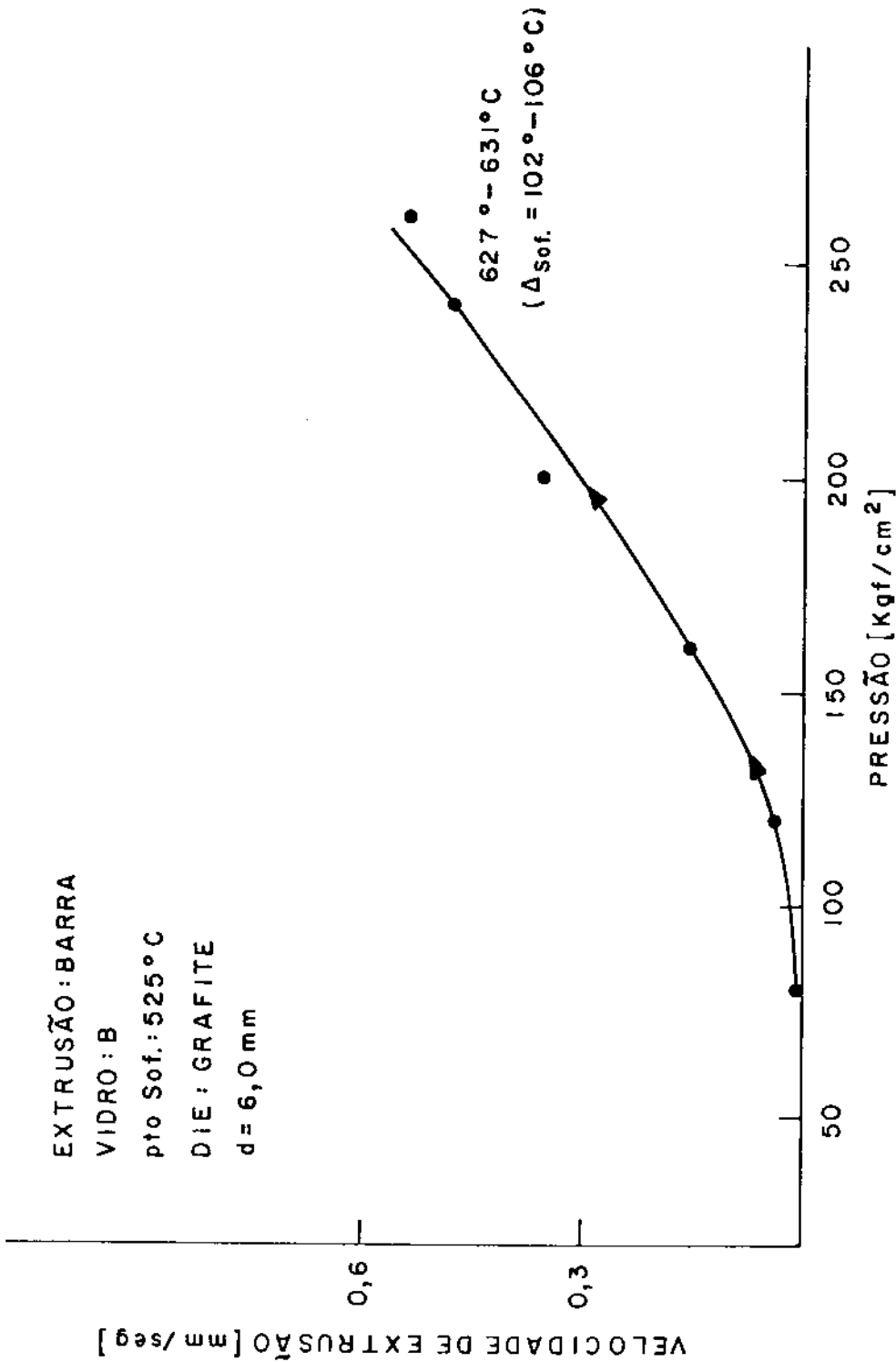


Fig. 80 - Curva de velocidade de extrusão versus pressão (Vidro "B", T=627° - 631° C).

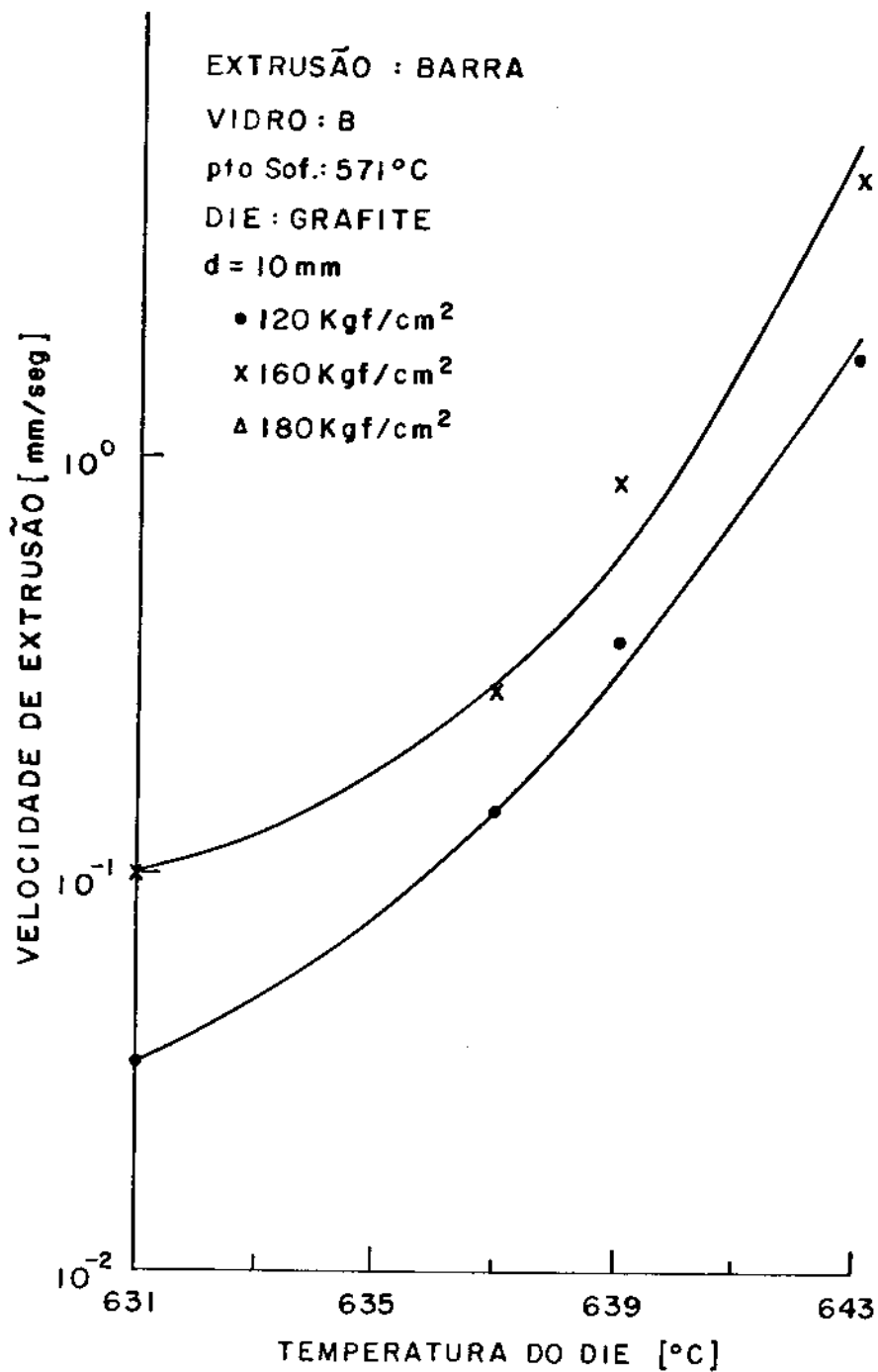


Fig. 81 - Curvas de velocidade de extrusão versus temperatura (Vidro "B").

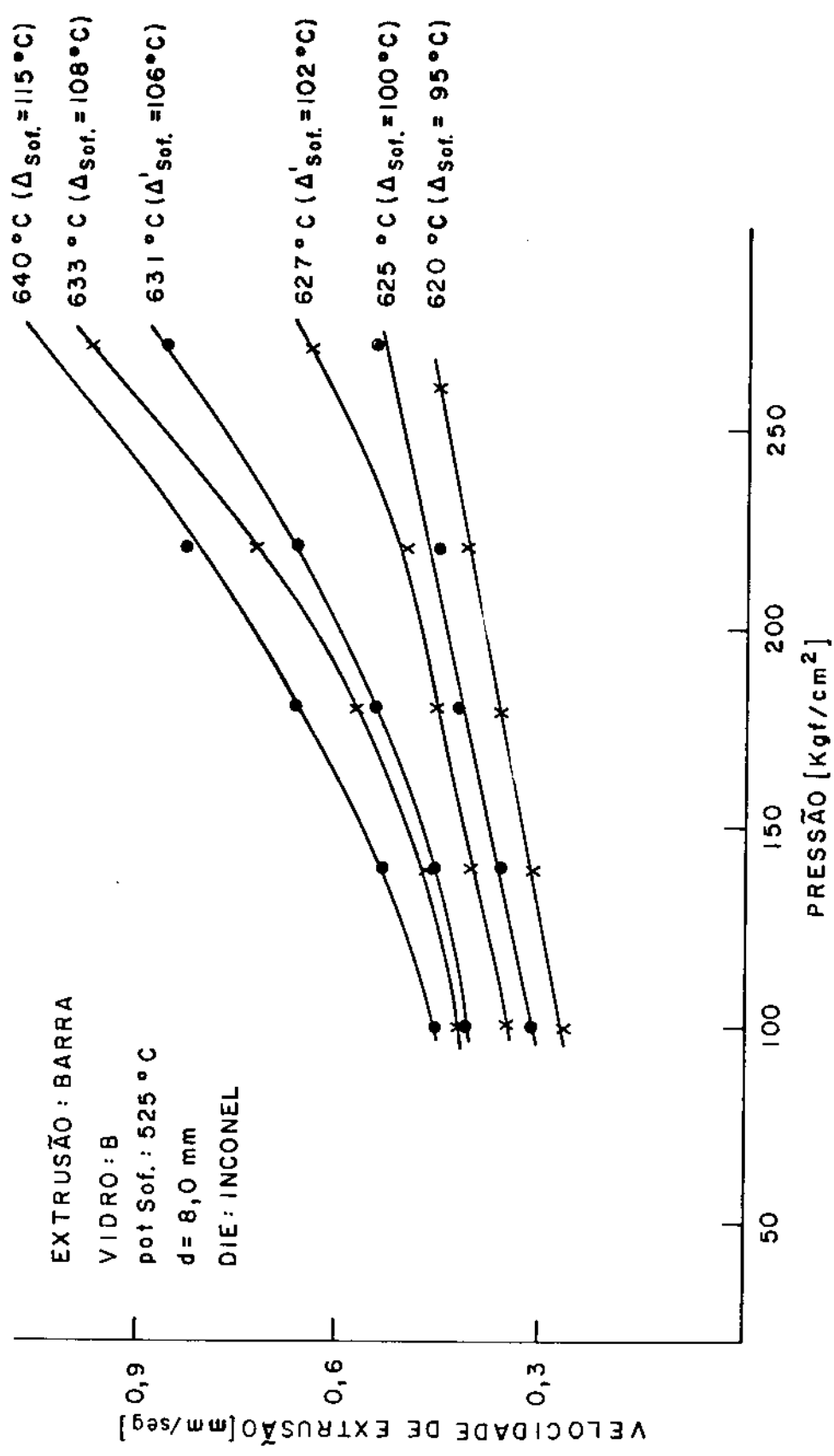


Fig. 82 - Curvas de velocidade de extrusão versus pressão (Vidro "B").

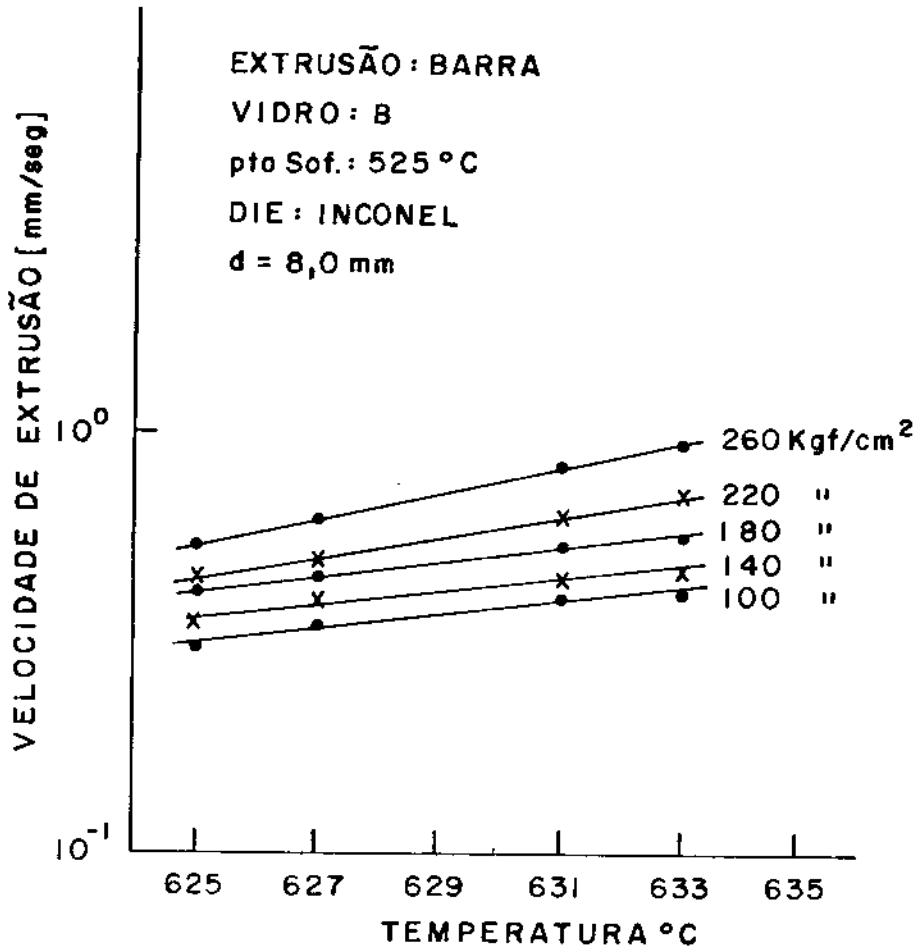


Fig. 83 - Curvas de velocidade de extrusão versus temperatura (Vidro "B").

IV-6-4- Extrusão de Tubos

Como dissêmos no item III-7-5 a extrusão de tubos sô foi feita utilizando "dies" de grafite. Os problemas enfrentados tais como: bôlhas, cristalização e impregnação de grafite na superfície do tubo, tem as mesmas características já mencionadas no caso de barras.

Na primeira tentativa a temperatura estava muito elevada provocando a deformação do tubo, como mostra a figura 84. Nas extrusões subsequentes obtivemos maior êxito, figuras 85 e 86, porém o diâmetro externo do tubo apresentou variações devido a degradação do grafite, o que não ocorreu praticamente com o diâmetro interno pois o grafite nesta região estava menos susceptível a oxidação, fig.87 .



Fig.84 - Tubos extrudados (1º teste).



Fig. 85 - Tubos extrudados com diâmetros diferentes

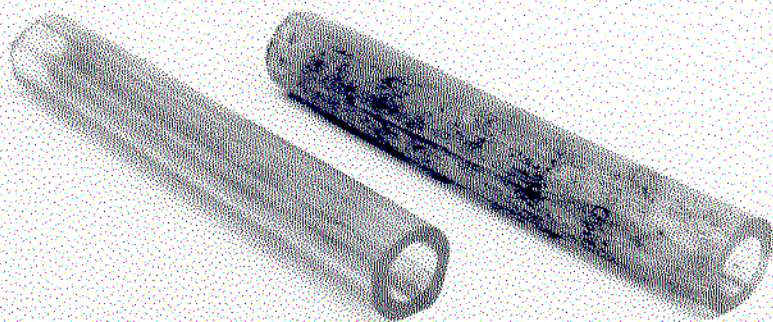


Fig. 86 - Tubos extrudados de mesmo diâmetro

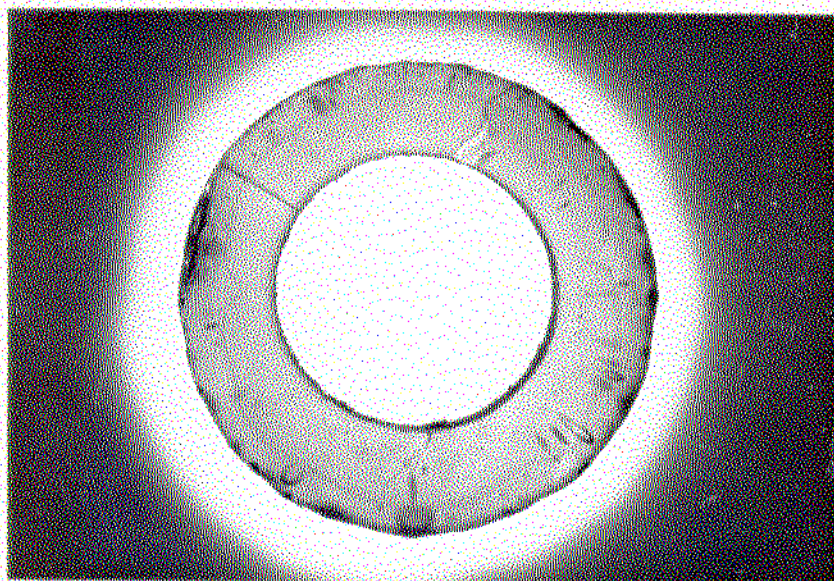


Fig. 87 - Secção reta do tubo extrudado

Para a limpeza do grafite localizado na superfície do tubo utilizamos uma solução aquosa de HNO_3 na proporção de 5:1 durante 2 minutos. O resultado obtido foi muito bom, restando apenas alguns pequenos pontos de grafite, figura 88.

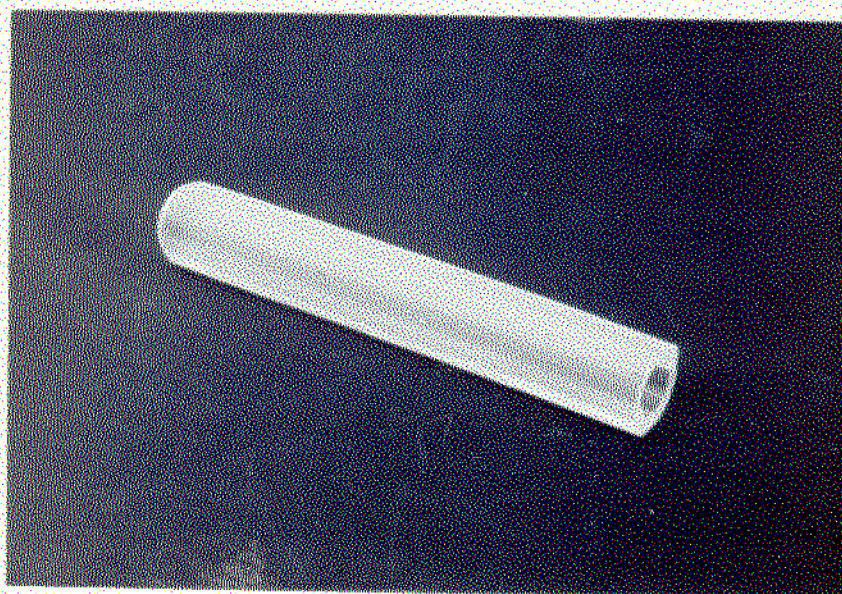


Fig. 88 - Tubo limpo com ácido.

A presença da "casca" também foi observada como mostram as figuras 89 e 90. Devido a diferença entre a área de contato externa e interna do tubo com o grafite, o pequeno gradiente radial de temperatura e a diferença radial da velocidade de extrusão, observamos reação apenas na parte externa do tubo

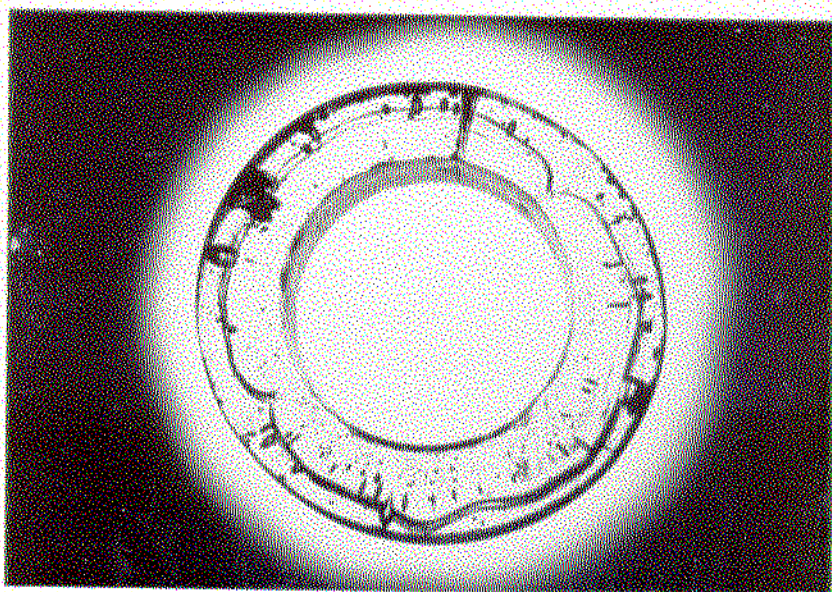


Fig.89 - Secção reta de um tubo extrudado com "casca"

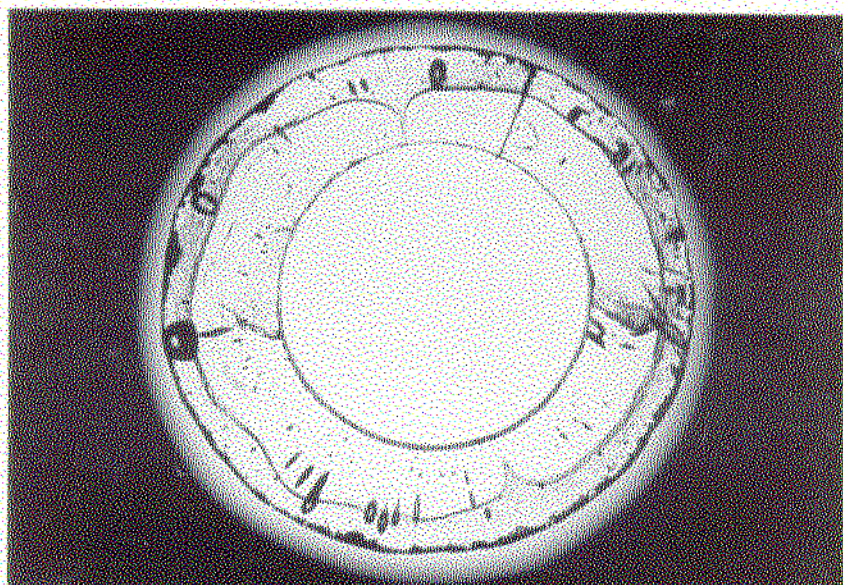


Fig.90 - Amostra da fig. 87 após ataque com ácido.

Os gráficos obtidos são mostrados nas figuras 91 à 93. Como podemos ver tivemos limitações com a pressão devido a fragilidade do grafite, podendo atingir o valor máximo de 100 Kg/cm^2 , onde a partir deste valor já havia o rompimento do grafite da parte central do "die".

Pelos mesmos motivos expostos no caso de extrusão de barras com "dies" de grafite, aqui também o escoamento é regido pela lei do "filme deslizando".

Como dissemos anteriormente não foi possível a utilização de "dies" metálicos devido ao alto custo de sua confecção, todavia tentaremos futuramente utilizá-los, pois como podemos observar são mais apropriados.

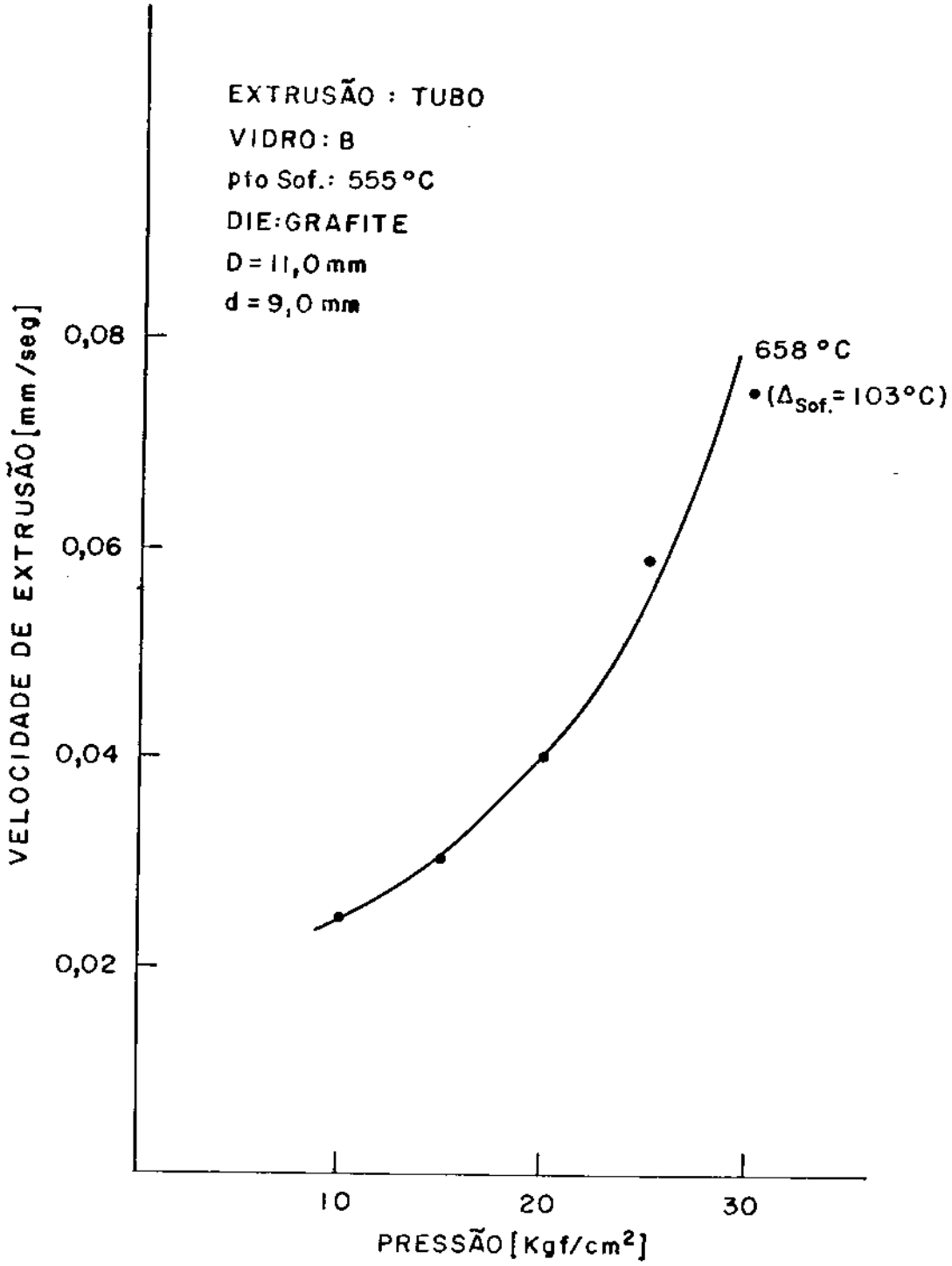


Fig. 91 - Curva de velocidade de extrusão versus pressão (Tubo, T= 658°C).

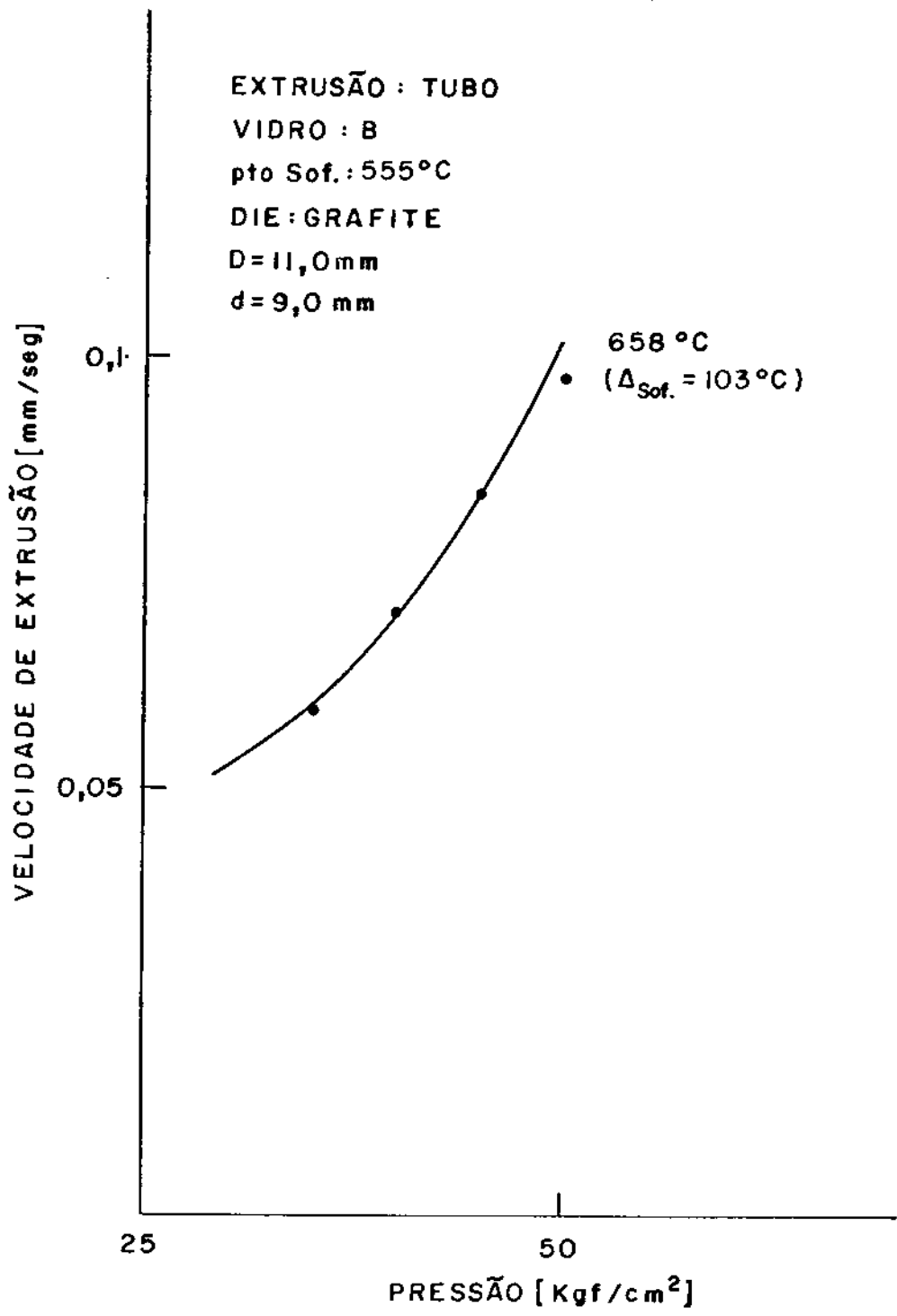


Fig. 92 - Curva de velocidade de extrusão versus pressão (Tubo , T = 658°C).

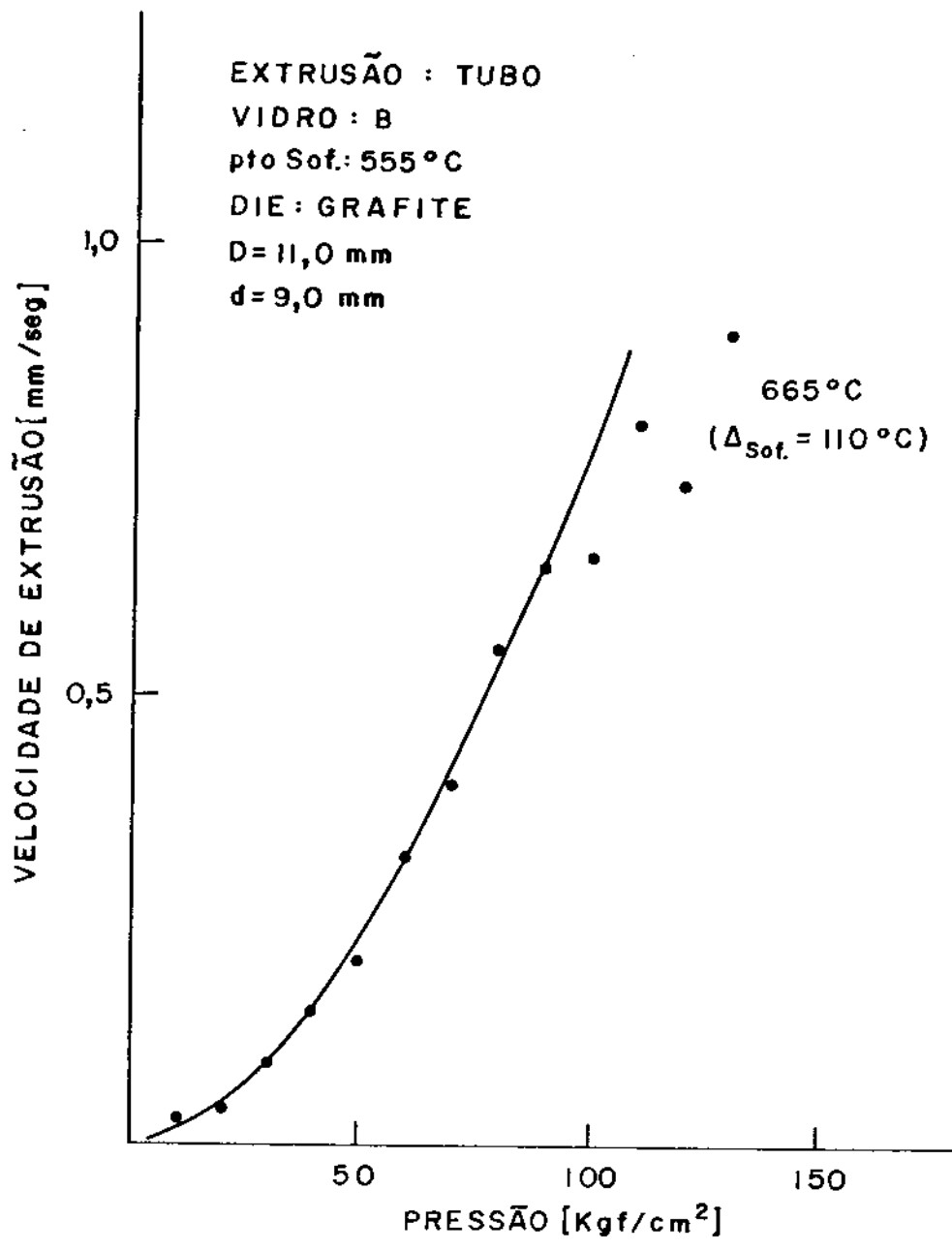


Fig. 93 - Curva de velocidade de extrusão versus pressão (Tubo, T = 665°).

IV-7- Vidro C (34,3% PbO; 25,0% P₂O₅; 23,9% Nb₂O₅;
16,8% K₂O).

A extrusão deste vidro se deu igual as demais, a não ser pela completa cristalização da barra, figura 94. Como pode ser visto a superfície da barra ficou totalmente rugosa não sendo possível um estudo mais detalhado, portanto uma mudança na composição deste vidro deve ser feita para viabilizá-lo, todavia esse estudo não foi feito pois demanda um certo tempo, ficando para uma próxima etapa.

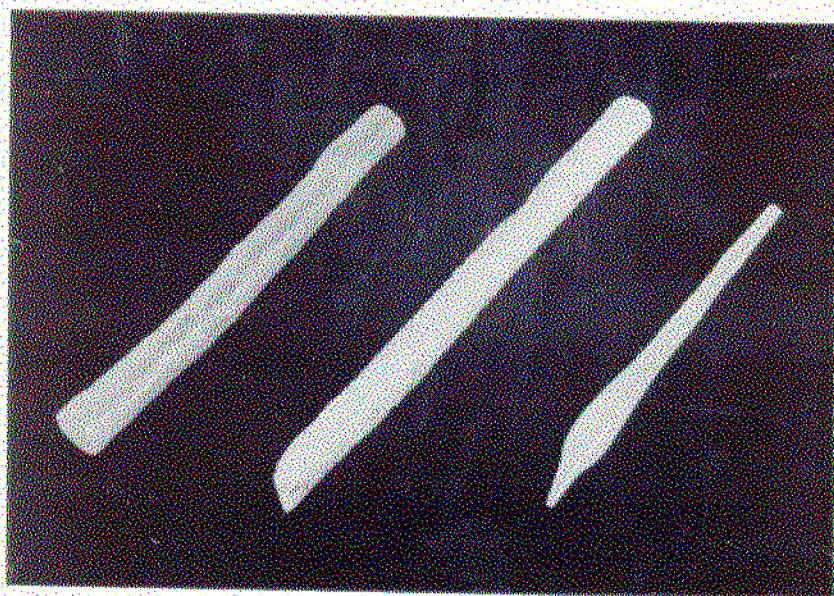


Fig. 94 - Barras extrudadas com "dies" de grafite e inonel (Vidro "C").

IV-7-1 - Curvas Obtidas

Na figura 95 temos os gráficos de velocidade de extrusão versus pressão para temperatura diferentes, utilizando "dies" de grafite. Se observarmos as figuras 77 e 95 vemos que as curvas são bem parecidas, sendo assim poderíamos admitir um escoamento regido pela teoria de "filme deslizante", apesar de não observarmos a existência de reação entre este vidro e o grafite (fig. 96) devido a cristalização total da barra.

Por outro lado segundo algumas informações, este vidro apresentaria uma estrutura próxima a de um polímero⁽⁵³⁾. Como sabemos na extrusão de polímeros há uma "orientação molecular" na direção do escoamento. A medida que o polímero é extrudado as cadeias poliméricas do material podem tornar-se altamente orientadas paralelamente à direção do escoamento⁽⁵⁴⁾, como uma consequência, as cadeias podem deslizar mais livremente uma após outra do que num material fundido não orientado.

No caso dos gráficos referentes a extrusão com "die" de inconel, figuras 97 e 98 observamos o fato de termos que aplicar pressões elevadíssimas para termos valores de velocidades próximas dos obtidos com "die" de grafite.

Neste caso, também por comparação das curvas de velocidade de extrusão, poderíamos admitir a princípio um escoamento regido pela teoria de "filme deslizante", todavia também preferimos deixar este caso em aberto uma vez que necessita de mais algumas informações experimentais para uma conclusão mais sólida.

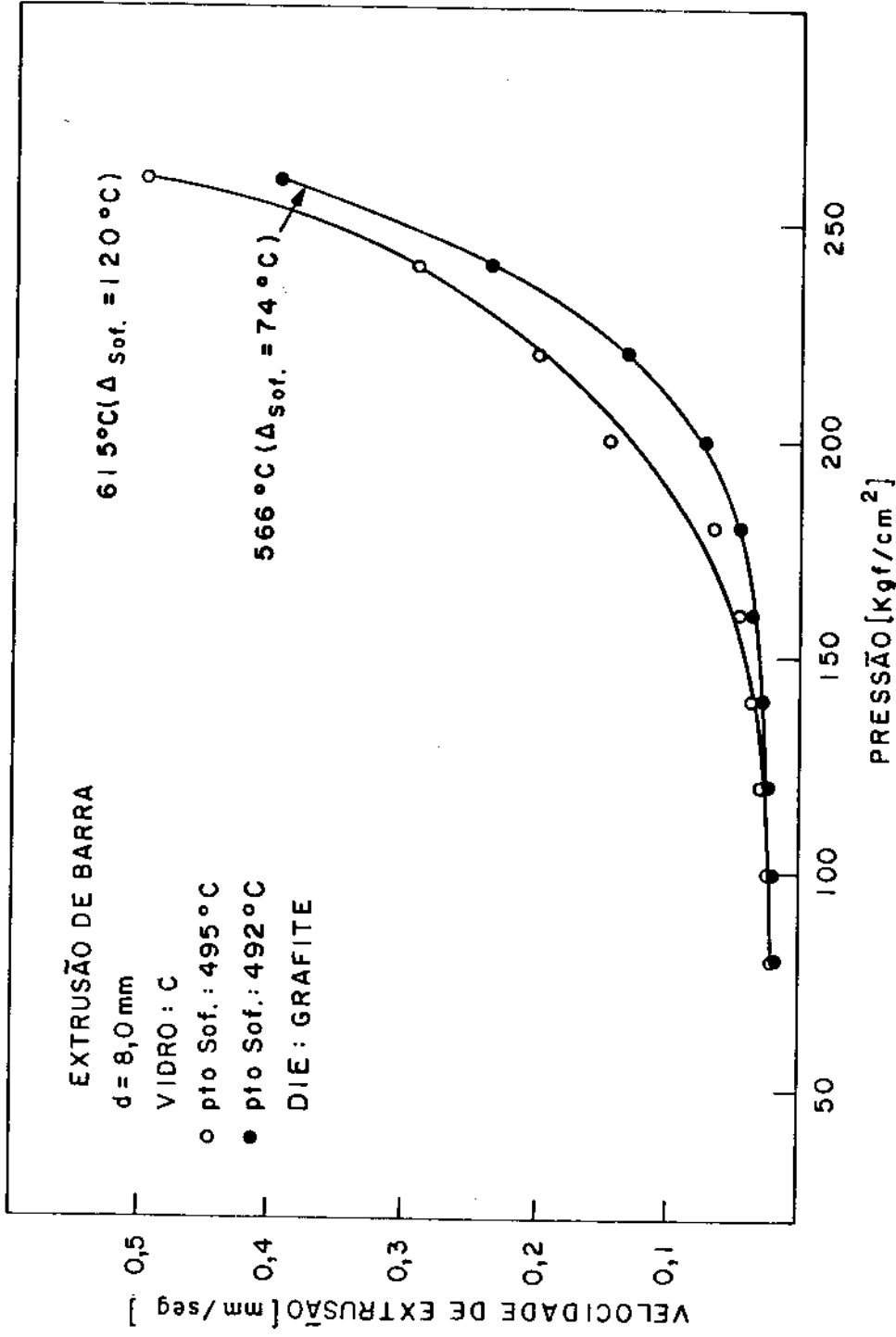


Fig. 95 - Curvas de velocidade de extrusão versus pressão
 " " "
 (Vidro C).

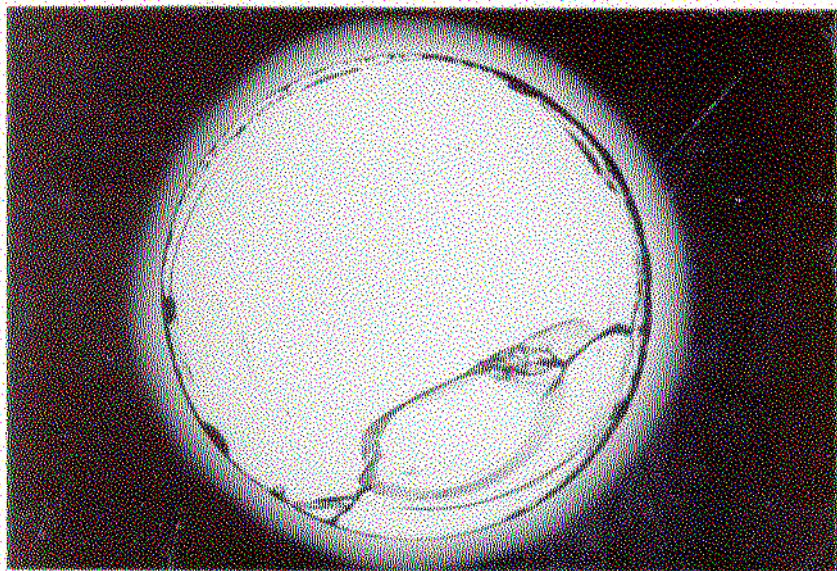


Fig. 96 - Seção reta de uma barra extrudada
com o vidro "C".

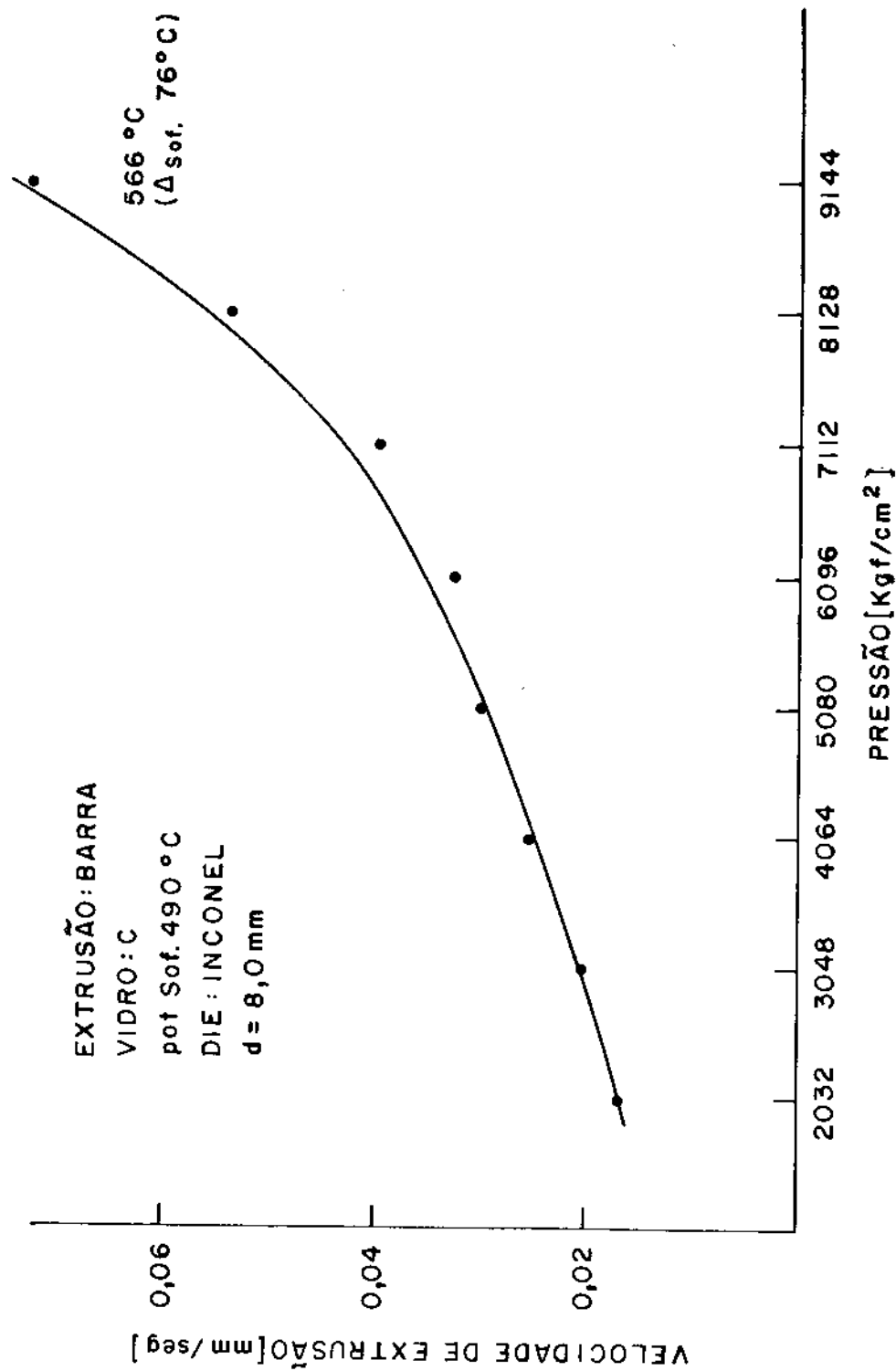


Fig. 97 - Curva de velocidade de extrusão versus pressão (Vidro "C", T= 566°C).

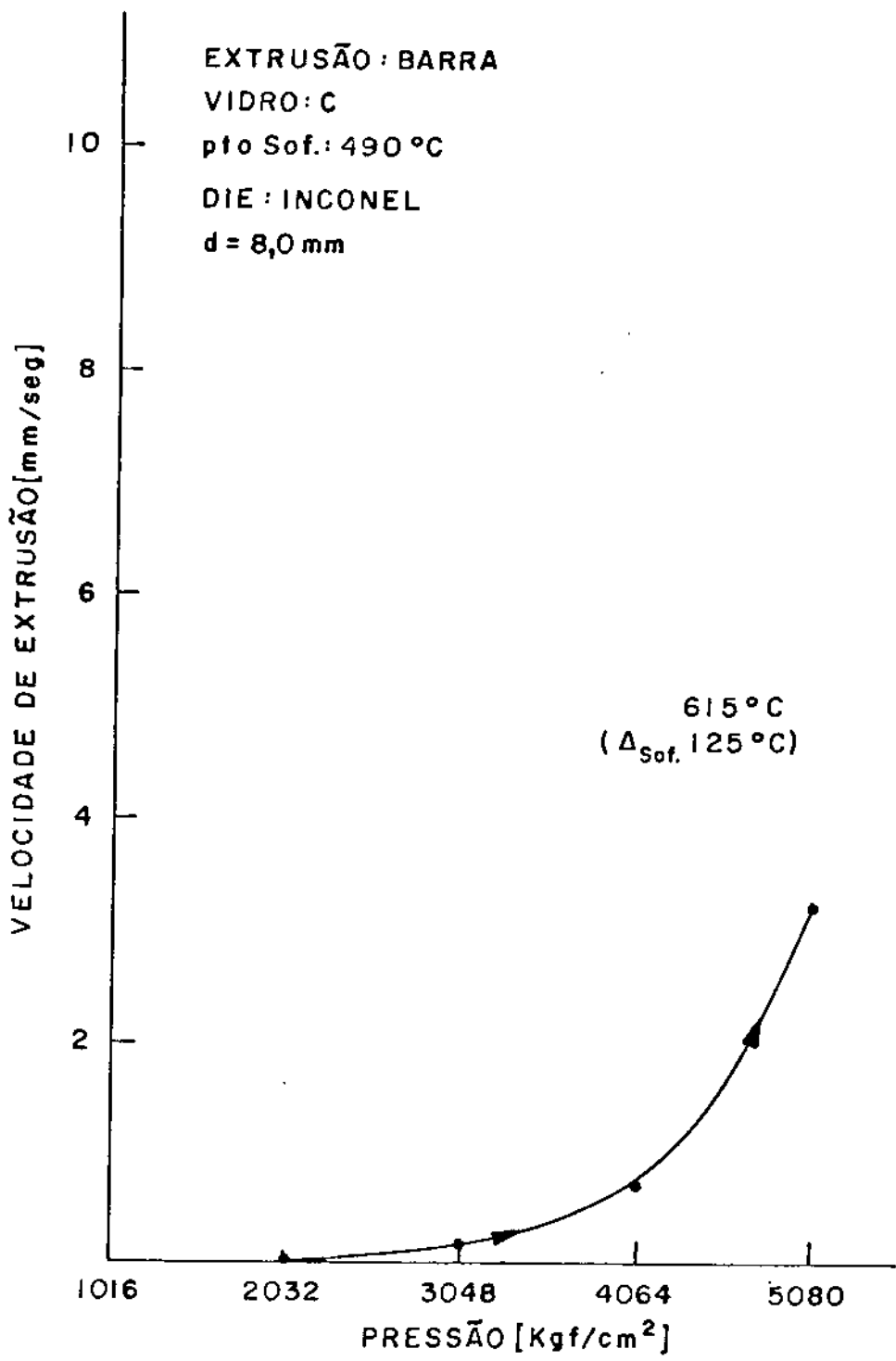


Fig. 98 - Curva de velocidade de extrusão versus pressão (Vidro "C", T= 615°C).

IV-8 - Anomalias do Fluxo Durante a Extrusão.

As medidas de velocidade de extrusão foram feitas variando-se a pressão gradativamente de um valor mínimo até um máximo. Porém ao fazermos o caminho inverso, ou seja, depois de atingirmos o máximo diminuimos a pressão até o valor inicial, vimos que os valores de velocidades obtidos foram maiores que os iniciais, provocando uma "histerese" na curva de velocidade de extrusão. Este fato pode ser explicado admitindo-se que haja uma variação na viscosidade durante o processo.

A viscosidade do vidro diminuiria à medida que a tensão de cisalhamento aumentasse. O aumento do fluxo provocaria um rearranjo da estrutura vítrea, fazendo com que o vidro apresente um comportamento pseudo-plástico. A figura 104 ilustra bem este fato onde notamos que para pressões de até 160 kgf/cm^2 a viscosidade permanece praticamente constante, começando a partir deste ponto a diminuir rapidamente fazendo com que haja um aumento considerável da velocidade.

Uma vez alterada a viscosidade esta não assumiria seu valor inicial, com isso as velocidades obtidas ao diminuirmos a pressão são mais elevadas de que as iniciais, como vemos na figura 103.

Comparando as figuras 102 e 103 vemos que no caso da primeira a mudança brusca na curva é devido ao fato da extrusão ter sido feita com "die" metálico e termos apenas uma viscosidade, ao contrário da fig. 103 onde utilizamos "die" de grafite e neste caso temos duas viscosidades, uma referente ao vidro e outra à "casca" que se forma devido a reação entre o grafite e o vidro. Isto explica a variação mais "sua-

ve" desta curva.

Fato parecido com esse foi observado por Simmons (55,56) ao alongar fibras de vidro de pequeno diâmetro, onde a viscosidade diminuía consideravelmente com o aumento da tensão aplicada.

Por outro lado, com relação as curvas das figuras 99 à 101, vemos que a variação da velocidade não foi tão acentuada quanto as curvas das figuras 102 à 104. Isto é devido ao fato de termos variado tanto o diâmetro quanto o comprimento do canal do "die", fazendo com que haja uma variação do fluxo e conseqüentemente da tensão de cisalhamento.

Portanto essas "anomalias" observadas não são mais do que a diminuição brusca de viscosidade devido às altas tensões de cisalhamento que o vidro é submetido durante a extrusão.

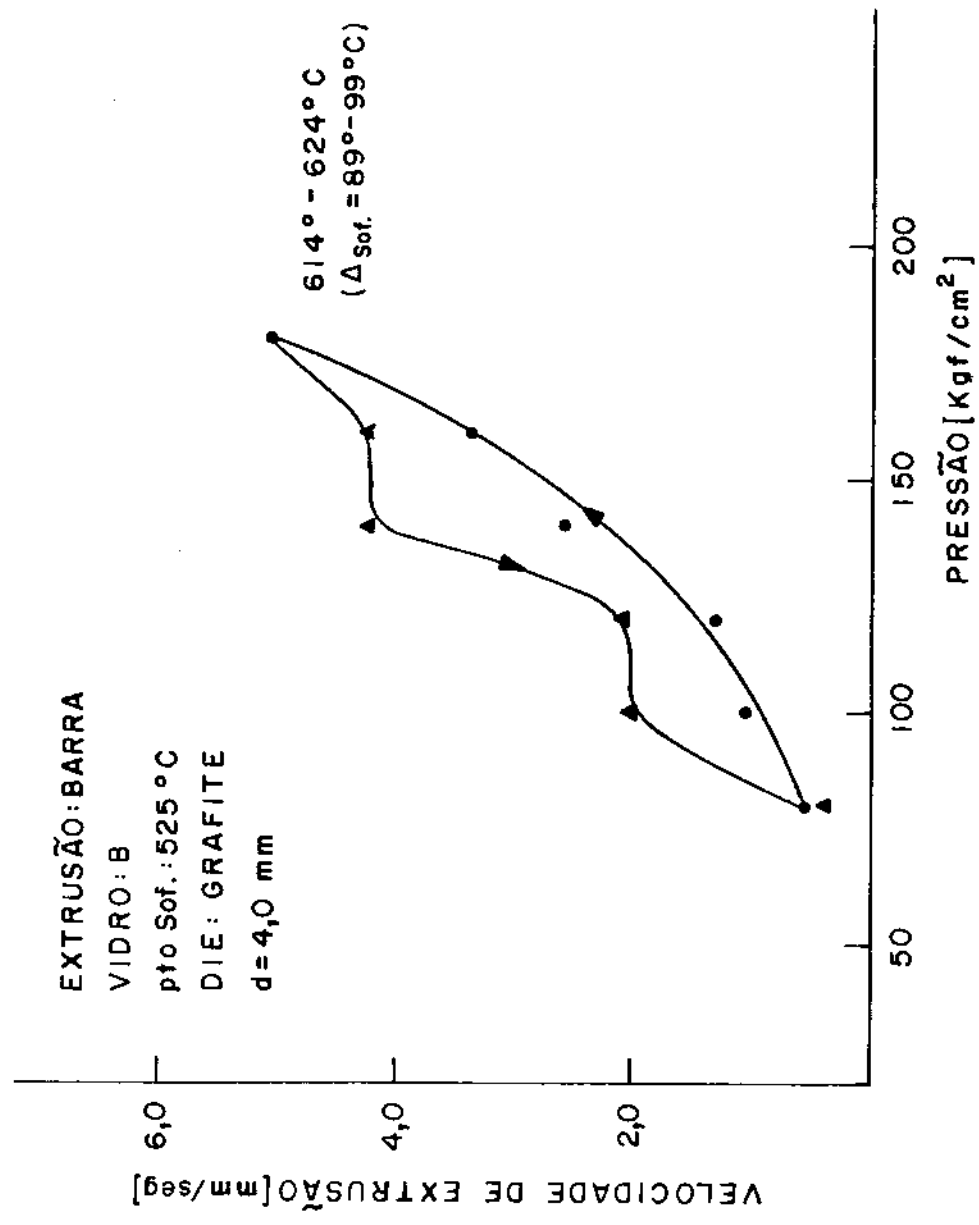


Fig. 99 - Curva de velocidade de extrusão (Vidro "B", T= 614° - 624° C).

EXTRUSÃO: BARRA

VIDRO: B

pto Sof.: 525°C

DIE: GRAFITE

d = 6,0 mm

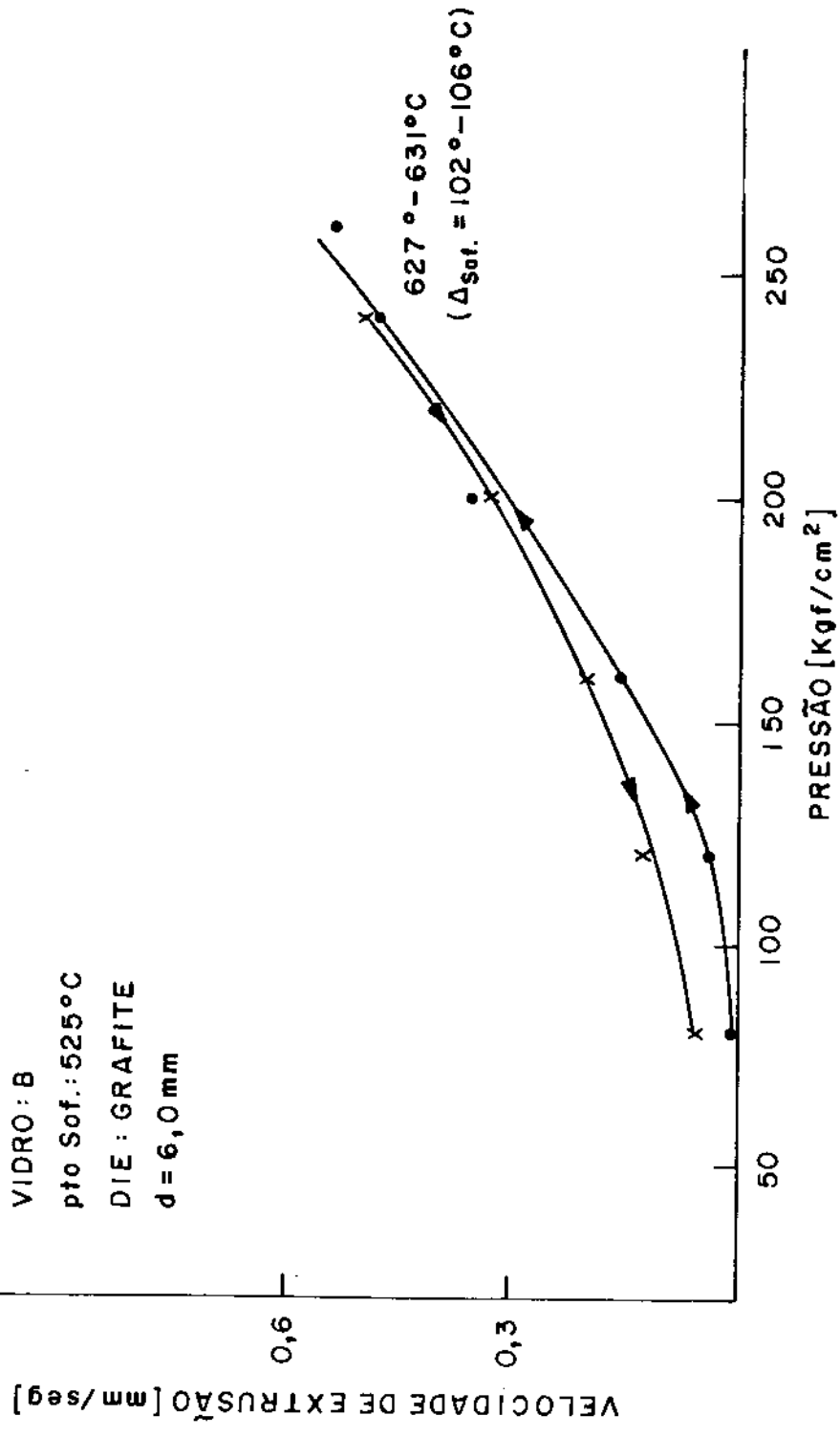


Fig.100 - Curvas de velocidade de extrusão (Vidro "B", T= 627° - 631°C).

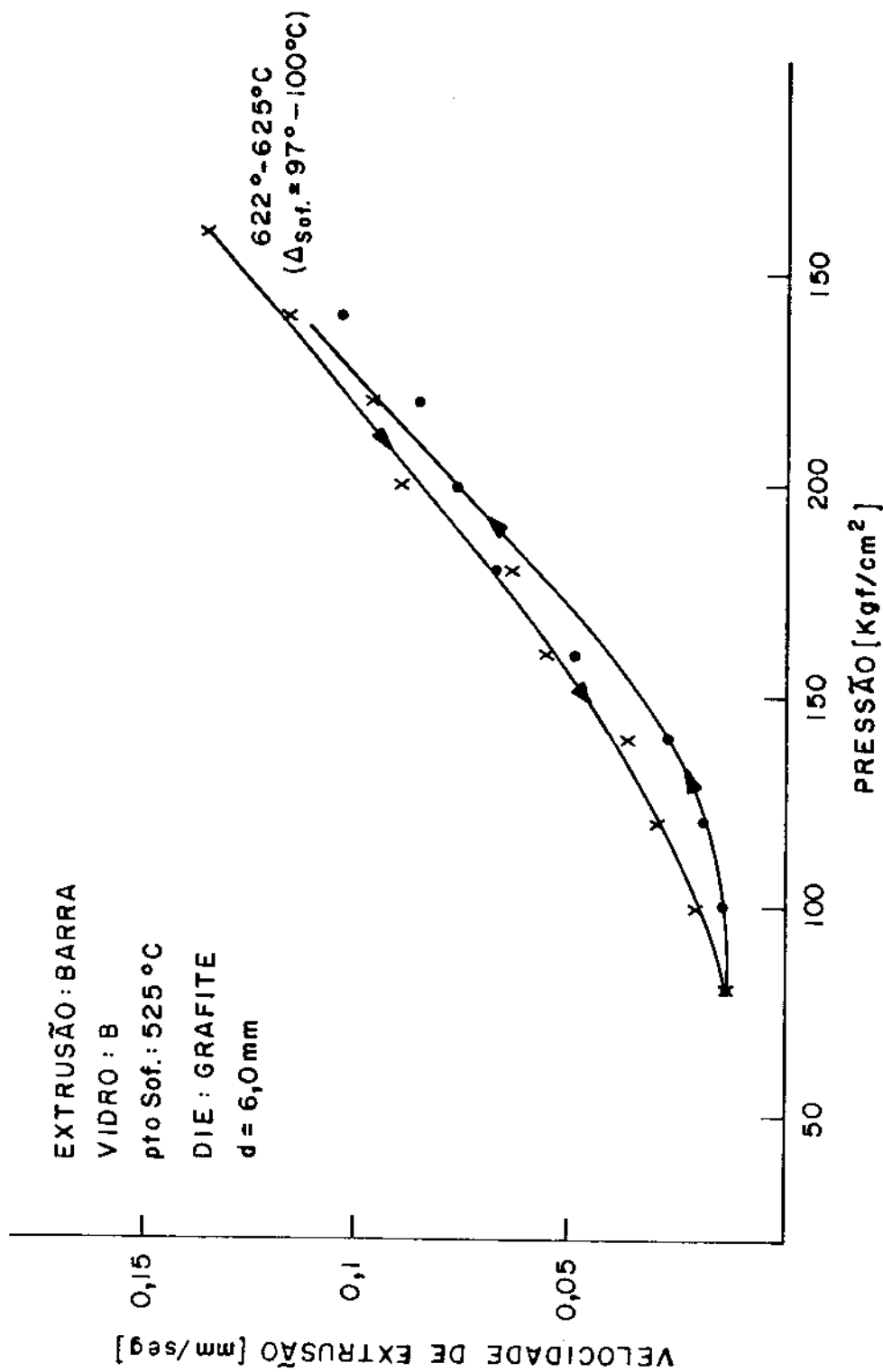


Fig. 101 - Curvas de velocidade de extrusão (Vidro "B", T = 622° - 625°C).

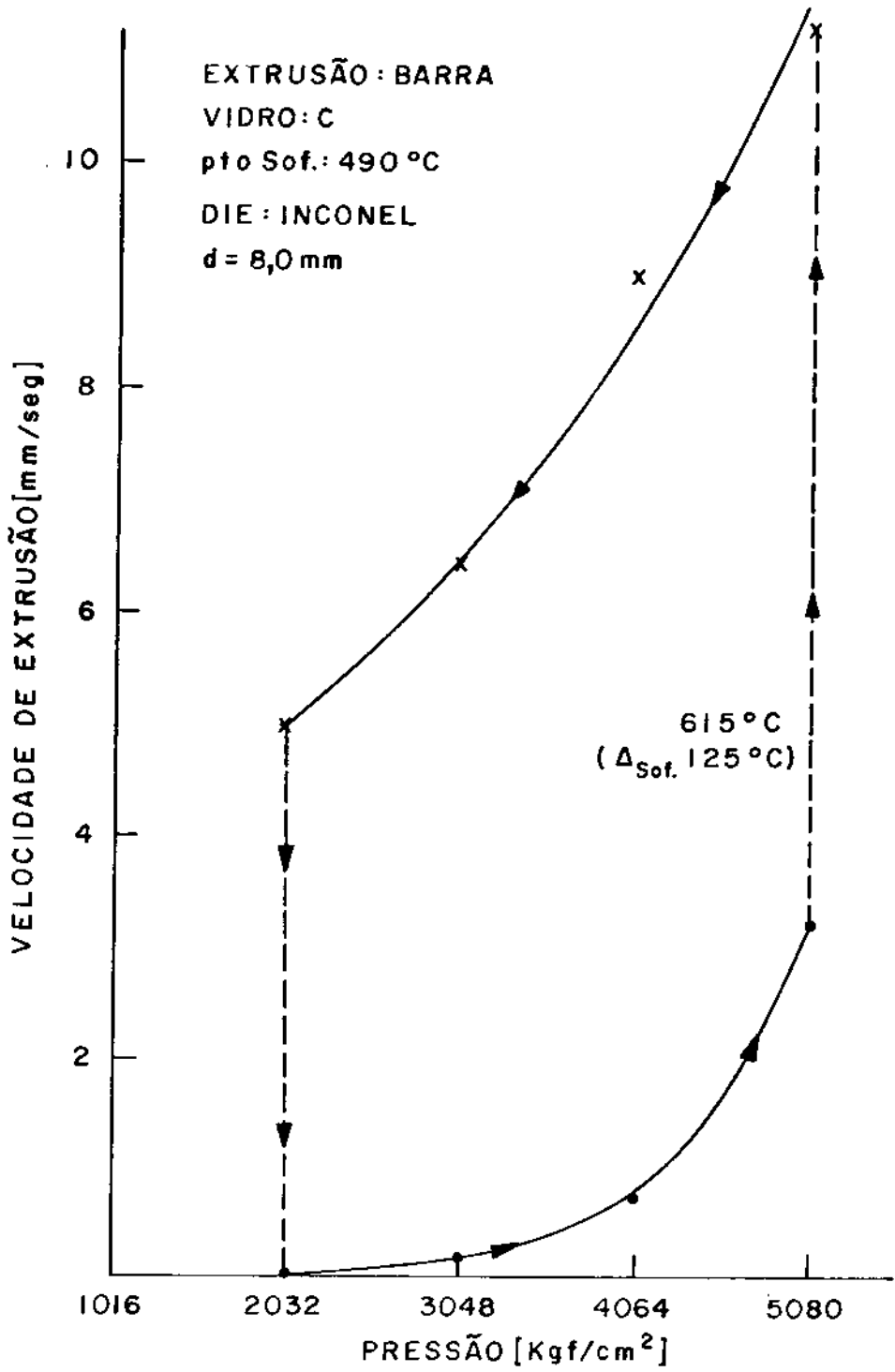


Fig. 102 - Curvas de velocidade de extrusão
(Vidro "C", T= 615°C).

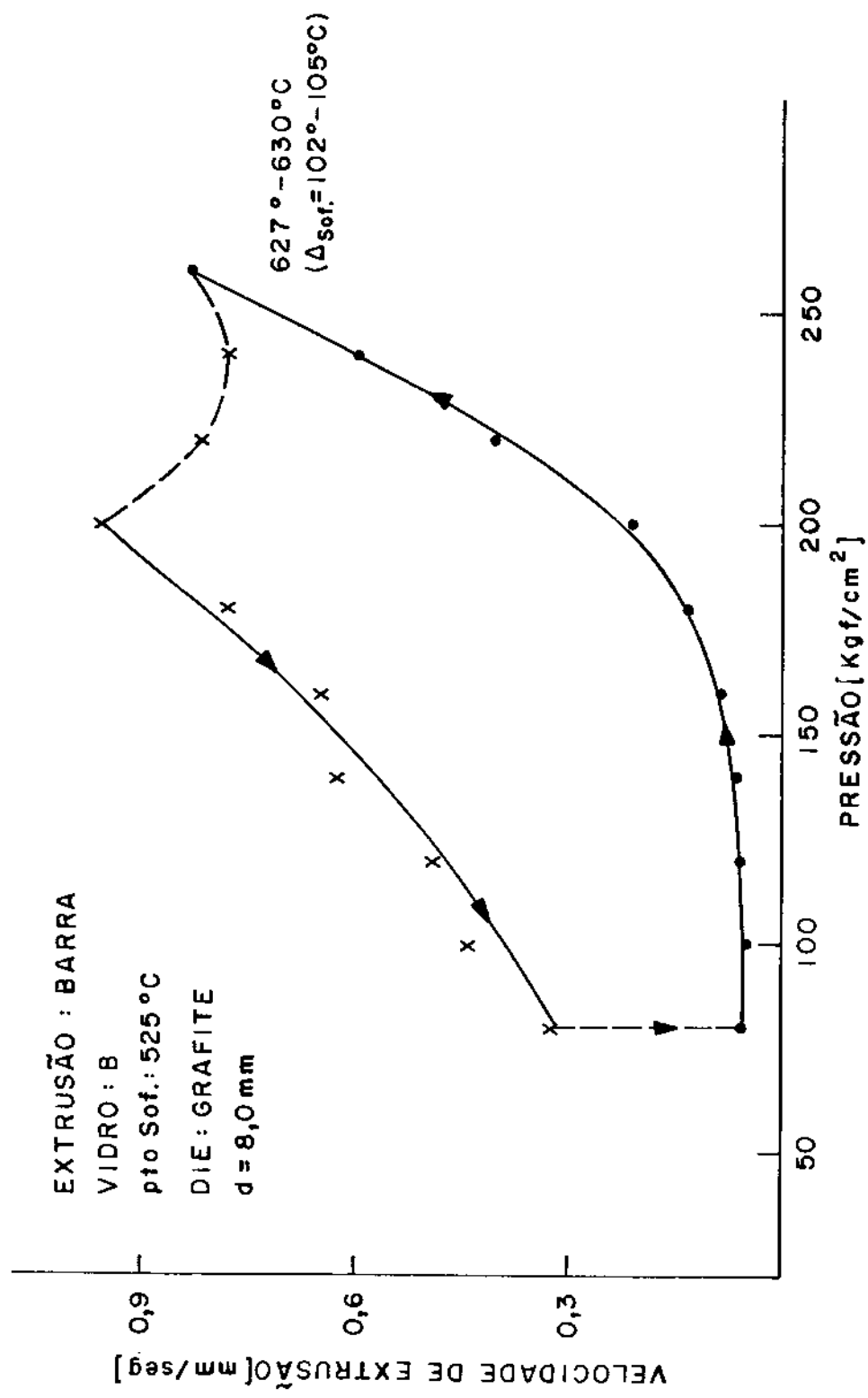


Fig. 103 - Curvas de velocidade de extrusão (Vidro "B", T= 627° - 630°C).

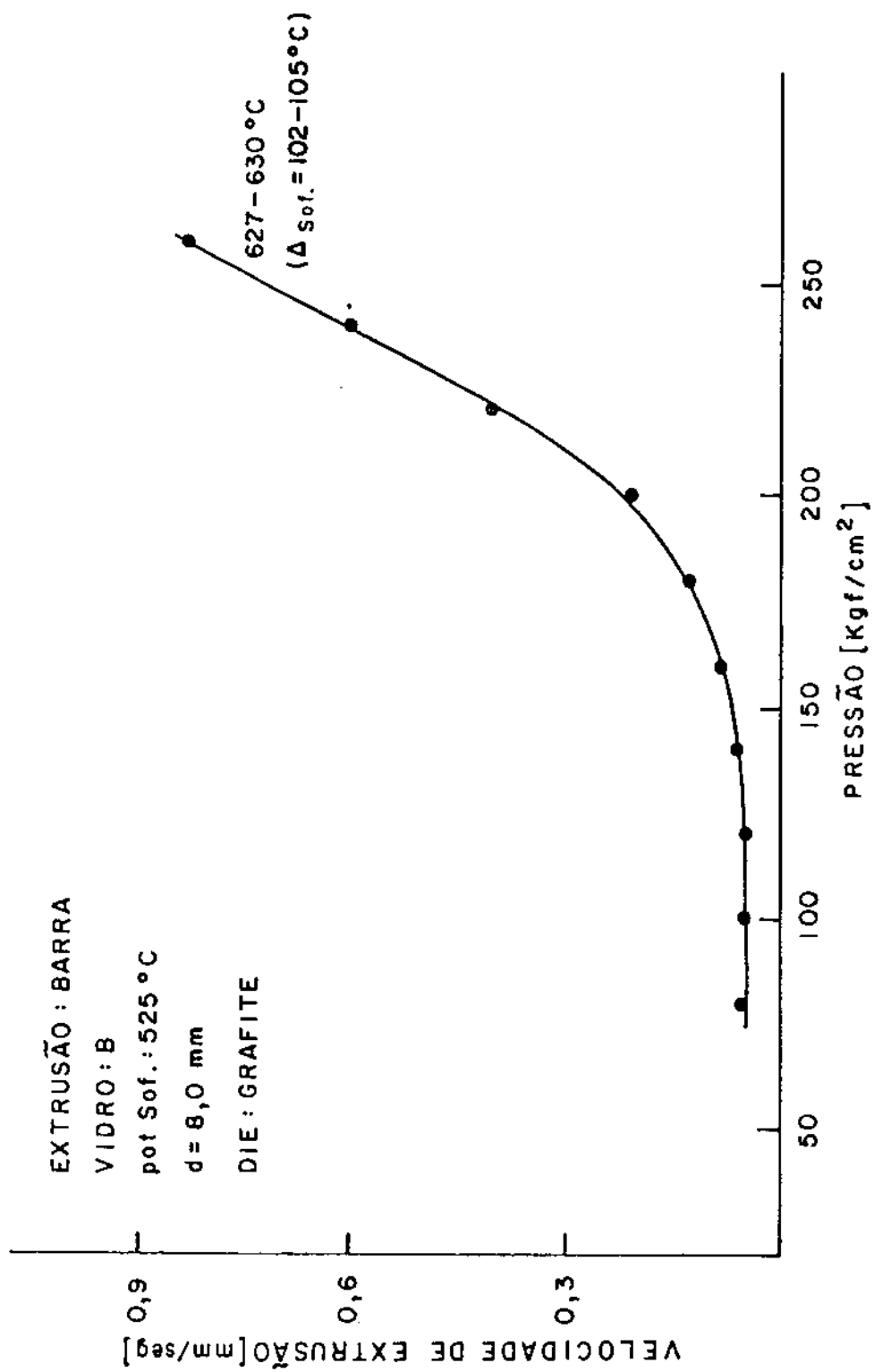


Fig. 104 - Curva de velocidade de extrusão (Vidro "B", T= 627 - 630°C).

Capítulo V

C O N C L U S ã O

Neste trabalho tentamos dar uma visão geral dos problemas enfrentados na fusão e refinamento de vidros compostos, além dos aspectos que envolvem a extrusão desses vidros, desde a montagem física do sistema até a análise dos mecanismos de deslizamento que regem o movimento do vidro no canal do "die".

Na fusão do vidro destacamos as vantagens da utilização do forno de indução e de cadinhos de quartzo devido a sua pureza e resistência a choque térmico, facilitando a parte prática do processo.

Por outro lado os cadinhos de mulite mostraram-se adequados apenas para testes preliminares devido a seu alto grau de contaminação.

Quanto ao refino do vidro, o método escolhido por nós foi de "borbulhamento de He" devido a sua eficiência e simplicidade da montagem prática.

Com relação ao sistema de extrusão vimos que este não apresenta grandes problemas de ordem técnica, sendo a sua utilização viável. Algumas modificações naturalmente devem ser realizadas como discutido no item IV-4.

O estudo preliminar a respeito do tipo de escoamento sofrido pelo vidro no canal do "die" durante a extrusão mostrou que o vidro "A" é regido pela teoria de "adesão à parede", enquanto as extrusões dos vidros "B" e "C" podem ser explicados pela teoria de "filme deslizante". Um outro fato interessante foi a existência de uma "histerese" nas curvas de velocidade de extrusão versus pressão, para os vidros "B" e "C".

As velocidades elevadas são devido as altas taxas de cisalhamento que aparecem quando há um aumento no fluxo, provocando com isso um rearranjo na estrutura vítrea que fará com que a viscosidade diminua consideravelmente.

Quanto a extrusão utilizando "dies" metálicos vimos que não dispomos de informações suficientes para uma conclusão final. Sendo assim deixamos este item em aberto.

SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Estudos mais detalhados a respeito da extrusão dos vidros "B" e "C" utilizando "dies" metálicos, variando por exemplo a relação L/D.

Mudança na composição do vidro "C" para evitar a cristalização, observando as alterações que isto possa provocar durante a extrusão.

Extrusão de tubos utilizando "dies" metálicos.

Estudos com o vidro "C" para observar seu comportamento polimérico durante a extrusão.

APÊNDICE - I

CONSTRUÇÃO DE CABOS ÓPTICOS (BUNDLES)

Os chamados "bundles" são cabos ópticos com 20, 100 ou até 200 mil fibras, com um comprimento de 1 a 2 metros utilizados por exemplo para endoscopia.

A seguir citaremos dois métodos para a fabricação desses cabos a partir de barras e tubos extrudadas.

1 - Método: Introduzimos uma barra de vidro com \approx 30 mm de diâmetro dentro de um tubo também de vidro com uma espessura de parede de \approx 3mm, colapsando-o em seguida. A partir daí esta proforma (conjunto tubo-barra) é puxada na forma de fibra e enrolada em um tambor com um diâmetro de 1,5 metros. As fibras são então reunidas em maços e cortadas, sendo em seguida cada maço encapsulado em uma capa protetora flexível. As extremidades do cabo são fixadas por conectores, sendo em seguida feito o polimento nessa região.

2 - Método: Este outro método consiste em puxarmos uma barra de vidro em fibras, cortando-as em seguida com um comprimento de \approx 1m. A seguir essas fibras são introduzidas em um tubo com uma das extremidades fechada. Coloca-se então uma solução de ácido bórico dentro do tubo, e todo o conjunto é aquecido fazendo com que o ácido bórico se deposite na superfície de cada fibra, funcionando como casca e a fibra como núcleo. Após este processo o conjunto é então puxado novamente em fibras.

Este processo é feito sucessivamente até obtermos "bundles" com até 200 mil fibras.

13

Ao invés de puxarmos fibras a partir de uma barra extrudada podemos obtê-las extrudando-as diretamente, ou seja, aumentamos a temperatura até que o vidro fique com uma viscosidade bem baixa e aplicamos pressão constante obtendo fibras como as mostradas na figura 105. Como não temos um controle tão fino do processo haverá variações no diâmetro, mas isto não afeta o desempenho desses cabos.

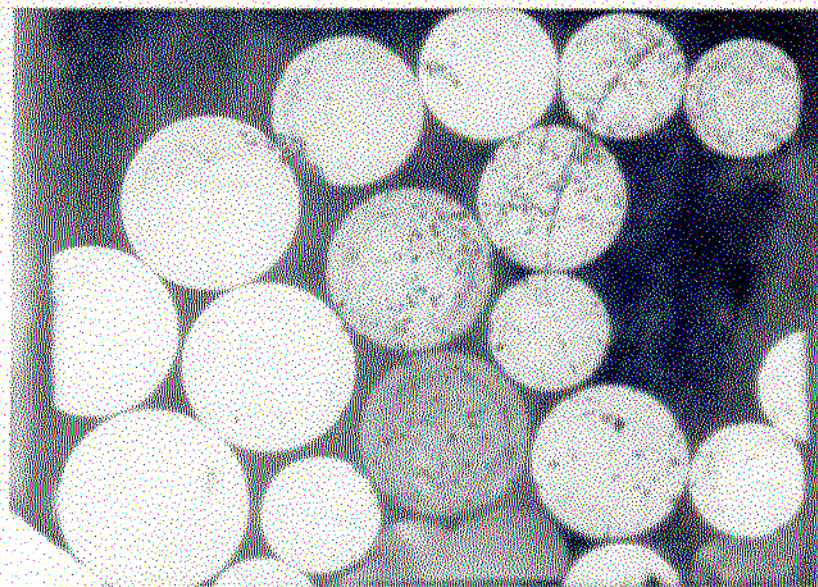


Fig. 105 - Fibras extrudadas.

APÊNDICE II

DEFINIÇÕES DE ALGUNS TERMOS

Annealing Point (ponto de recozimento): A temperatura deste ponto corresponde a taxa de alongação de 0,0136 cm/min. medida pelo método C-336 da ASTM. Este teste prescreve uma taxa de aquecimento de 4°C/min. de uma fibra com $\bar{=}$ 0,065 cm de diâmetro, suspensão suportando um peso de 1Kg. O ponto de annealing corresponde a viscosidade de 10^{13} poise, onde as tensões internas são substancialmente aliviadas em poucos minutos.

Flow Point (ponto de escoamento ou de fluência): Este ponto corresponde a temperatura na qual a viscosidade do vidro é de 10^5 poise. O método de medida deste ponto encontra-se na referência 57.

Fluxo Laminar: escoamento de um fluido em que as linhas de corrente são perfeitamente definidas e onde não existem turbulências, isto é, variações bruscas e irregularidades da velocidade.

Melting Point (ponto de fusão): Ponto na qual a temperatura do forno em que a fusão ocorre em uma taxa comercialmente desejável de modo que o vidro resultante tem em geral uma viscosidade de 10^2 poise.

Soltening Point (ponto de amolecimento): Corresponde a temperatura na qual uma fibra de vidro uniforme de 0,55 a 0,75 mm de diâmetro e 235 mm de comprimento é alongada devido a seu próprio peso a uma taxa de 1mm/min. O método de medida deste ponto é o C-338 da ASTM. Este ponto

corresponde a viscosidade de $\approx 10^7$ poise.

Strain Point (ponto de deformação): A temperatura correspondente a taxa de alongação de 0,00043 cm/min. medido pelo método C-336 da ASTM. No ponto de Strain as tensões internas do vidro são aliviadas em poucas horas. A viscosidade correspondente a este ponto é de 10^{14} poise.

Working Point (ponto de trabalho): Temperatura na qual o vidro é "trabalhado", podendo ser moldado. Neste ponto a viscosidade é de 10^4 poise.

Tensão de Cisalhamento: Quando um corpo sofre ação de uma força que provocará o deslizamento de suas camadas, a componente tangencial desta força dividida pela área da seção transversal do corpo é denominada tensão de cisalhamento.

Fluxo de Cisalhamento: Escoamento de um material provocado pelo deslizamento de suas camadas.

Deformação de Cisalhamento: Deformação que sofre um material quando sujeito a tensões de cisalhamento.

Velocidade de Cisalhamento: Velocidade de uma camada do material em relação a outra, quando sujeito a tensões de cisalhamento.

APÊNDICE III

DEDUÇÃO DA EQUAÇÃO 27

Considere, por exemplo, o movimento devido a flutuabilidade de uma bôlha de ar com densidade ρ em água de densidade ρ' . A força de empuxo é dada por:

$$F = \frac{4\pi}{3} g (\rho' - \rho) R^3 \quad (35)$$

onde R é o raio da bôlha e g a aceleração da gravidade.

A velocidade terminal do aumento da bôlha, \bar{v} , é alcançada quando esta força é balanceada com a força de resistência dada aproximadamente pela formula de Rybczynski⁽⁵⁸⁾:

$$F_R = 6\pi \mu' R v \frac{(2\mu' + 3\mu)}{(3\mu' + 3\mu)} \quad (36)$$

onde μ' é o coeficiente da viscosidade do líquido e μ o coeficiente da viscosidade do gás.

Igualando as relações 35 e 36 teremos:

$$\bar{v} = \frac{2}{9} g (\rho' - \rho) R^2 \frac{(3\mu' + 3\mu)}{\mu' (2\mu + 3\mu)} \quad (37)$$

como ρ e μ são muito pequenos, podemos despreza-los obtendo finalmente a relação para a velocidade terminal:

$$v = \frac{1}{3} g \frac{\rho'}{\mu'} R^2 \quad (38)$$

APÊNDICE IV

APLICAÇÕES DE FIBRAS ÓPTICAS DE VIDROS COMPOSTOS

1. Transmissão de Dados

As fibras ópticas de diâmetro e abertura numérica grandes exibem superioridade como fibras internas e externas em aparelhos e em ligações entre periféricos de computadores (data link).

A fig. 106 apresenta um exemplo de módulo de transmissão de "data link" óptico (Sel Link)⁽⁵⁹⁾. Os módulos de transmissão e recepção estão altamente miniaturizados; por serem extremamente compactos a sua introdução em equipamentos como robos é facilitado.

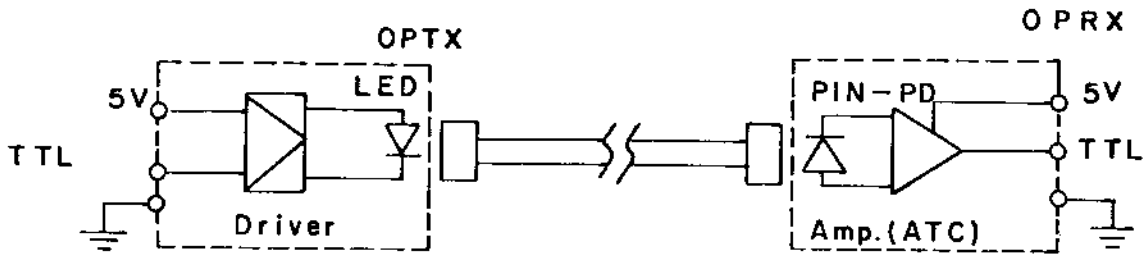


Fig. 106 - Módulo de condução de lógica Sel Link⁽⁶⁰⁾

2. Transmissão de Energia

Neste caso a energia em forma de luz é transportada através da fibra óptica, de uma região para outra. Como exemplo tomaremos o tiristor óptico, figura 107. Aqui aproveita-se a propriedade de não indução e isolamento. No caso do tiristor óptico, apesar de instantaneamente, para suprir a necessidade de grande quantidade de luz, dezenas de leds são acoplados à fibra óptica de diâmetro e abertura numérica grandes.

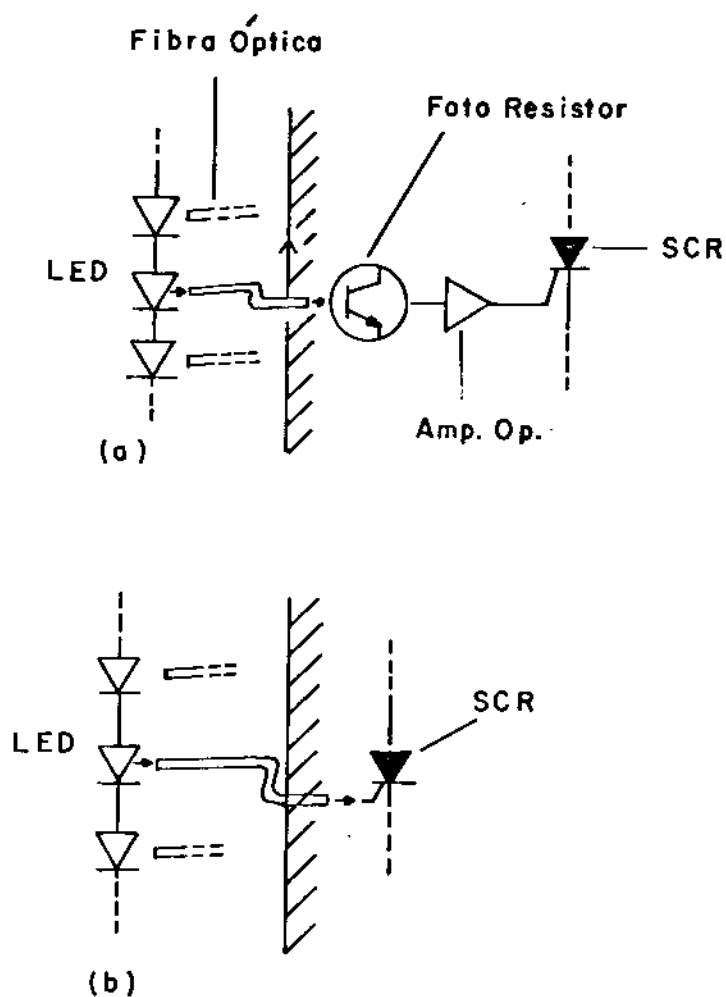


Figura 107 - Sistema de transmissão de energia: (61)

- a) método de trigagem indireta
- b) método de trigagem direta

3. Condutora de Luz (light pipe)

A fibra óptica é utilizada há muito tempo como condutora de luz, em endoscopia e em controle industrial, objetivando enviar luz visível para controle de processos. A principal fonte de luz, utilizada para estas aplicações é a lâmpada de halogênio. Levando-se em conta a eficiência de acoplamento - este campo também pertence a fibra óptica de diâmetro e abertura numérica grandes. Entretanto, como condutora de luz, devido ao calor liberado pela fonte luminosa é necessário ter resistência térmica, além da flexibilidade para passar por locais curvos. Devido a este fato, a fibra óptica de vidros compostos de grande diâmetro e alta abertura numérica com núcleo de 200 microns são as preferidas.

4. Sensores

A fibra óptica é utilizada em diversos tipos de sensores por diversas razões: não apresentam indução eletromagnética, possui propriedades de isolamento, não inflamabilidade e resistência ao meio ambiente, além da capacidade de realizar determinação sem contato.

A figura 108 apresenta o robô que utiliza microlentes Selfoc e fibras ópticas de diâmetro e abertura numérica grandes.

Nesta figura observa-se o OPCL e OPAL. São úteis na medida de processos internos das mãos dos robôs. O seu pequeno tamanho e leveza permite a introdução do sistema em todas as partes do material, permitindo as determinações como: elasticidade da borracha da unha da mão do robô, grau de deformação da borracha, rotação do pino de conexão e

deslocamento do cilindro. Além disso por serem sistemas ópticos não geram ruídos nem recebem influências destes.

O OPCL é imprescindível para a automação industrial e principalmente para a codificação em robos, acredita-se que a sua principal aplicação em sensores crescerá ainda mais.

OPCL - colimador óptico (detector)

OPAL - alimentador óptico (transmissor)

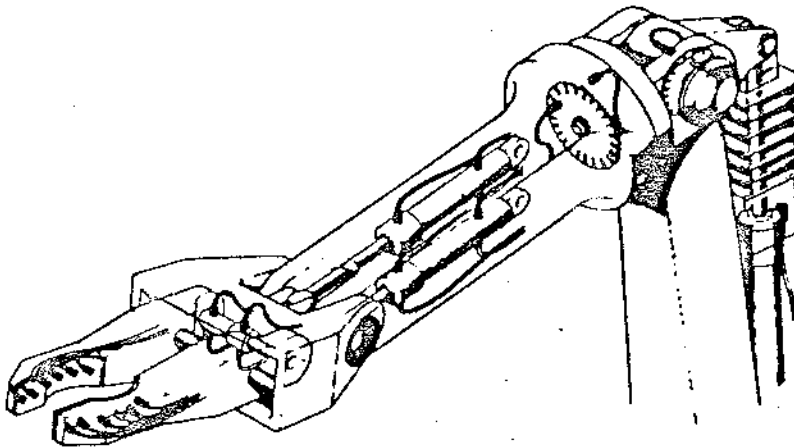


Fig. 108 - Braço mecânico de um robô com fibras selfoc e micro lentes em sua garra. (62)

APÊNDICE V

TEORIA DO AQUECIMENTO INDUZIDO DE ALTA FREQUÊNCIA

Vamos supor o caso em que realizou-se o aquecimento induzido em um condutor cilíndrico. A corrente induzida no condutor pela passagem de corrente na espira de indução de alta frequência, reduz-se da superfície para o interior do condutor segundo a relação⁽⁶³⁾:

$$I_X \cong I_0 \exp \left(-\frac{X}{p} \right) \quad (39)$$

Sendo:

$$p = \frac{\sqrt{\rho \cdot 10^8}}{2\pi \sqrt{\mu f}} \quad (40)$$

Onde:

I_X = corrente induzida no ponto X

I_0 = corrente induzida na superfície do condutor

p = permeabilidade

X = coordenada radial

μ = eficiência da permeabilidade do material

ρ = resistência específica (Ω cm)

f = frequência (Hz)

A quantidade de energia liberada pelo processo de redução da corrente induzida no corpo do condutor é

dada pela relação (41):

$$P_V = \frac{1}{2} H_m^2 \mu f F\left(\frac{d}{p}\right) 10^{-7} \text{ W/cm}^3 \quad (41)$$

Aqui, $F(d/p)$ é a função de Bessel de d/p , onde p é o diâmetro do condutor. Quando $d/p = 3,5$, $F(d/p)$ é P_V são máximos. Normalmente tem-se $d/p > 3,5$. A frequência é escolhida como frequência de aquecimento induzido. Assim sendo, utiliza-se o valor $d/p = 3,5$ para calcular a frequência mínima de aquecimento de alta frequência, onde temos:

$$f_{\min.} = 310 \frac{\rho}{\mu} d^2 \text{ (Hz)} \quad (42)$$

Por outro lado, a susceptibilidade máxima H_m é calculada através da corrente que flui na espira de inclusão (I_C) e do número de voltas da espira (n), assim:

$$H_m = 0,4 \Pi n \sqrt{2} I_C K \quad (43)$$

Entretanto, K é o coeficiente obtido da combinação do fio e do condutor, dadas pelas equações 41 e 43, donde temos:

$$P_V = 0,16 (\Pi n I_C K)^2 \mu f F\left(\frac{d}{p}\right) 10^{-7} (\text{W/cm}^3) \quad (44)$$

REFERÊNCIAS

1. Comunicação interna do Projeto Fibras Ópticas da Unicamp : Apostila - "Características e Aplicações da Fibra Óptica de Diâmetro e Abertura Numérica Grandes"
2. M. Shimodaira, T. Hiramatsu, and K. Honma
"An Experimental 400 Mb/s Optical Transmission System Using SELFOC Fibers" - Radio Science, Vol. 12, nº 4, pg. 511-517, July - August 1977
3. L.C. Barbosa, T.V. Cardoso e S.M.Telles.
"Fibras Óticas" (apostila), pg. 72
4. Idem ref. 3, pg. 87
5. Idem ref. 3, pg. 87
6. L. Vácha, M. Granberg, P. Marcollã e U. Lindborg.
"Manufacture of Optical Fibers by the Double-Crucible Method" - Journal of Non-Crystalline Solids, 38 e 39 797-802 (1980).
7. K. Koizumi, Y. Ikeda, I.Kitano, M. Furukawa, e T.Sumimoto
"New Light-Focusing Fibers Made by a Continuous Process"
Applied Optics, Vol. 13, nº 2, pp.255-260, February 1974
8. Idem ref. 3, pg. 86
9. Idem ref. 3, pg. 86
10. R.J. Klaiber, - "Extrusion of Silica Cladding Tubes",
Western Electric Company, Comunicação Interna.
11. Idem ref. 10

12. K. Ooka, N. Oguino, N. Kawanishi.
"Melting of Glass by Direct Induction Heating in Ceramic Container" - *Yogyo Kyokaishi*, 89 (9), 516-23, 1981.
13. Von Günter Cox² e Erwin Roeder, Kaiserslautern
"Kraftbedarf und Austrittsgeschwindigkeit Beim Strangpressen Einer Alkali-Kalksilicatglasschmelze¹"
Glastech. Ber. 57 nº 7, S. 182-187 (1984).
14. E. Bresciani Filho, C.A.C. Zavaglia, F.A.C. Nery e S.T. Botton.
"Conformação Plástica dos Metais" - UNICAMP, 1985.
15. E. Roeder - "Extrusion of Glass"
Philips Tech. Rev. 32, 96.101, nº 34 (1971).
16. Idem ref. 14, pg. 44
17. C.E. Pearson, - "The Extrusion of Metals"
Chapman and Hall, London, pg. 118 (1953).
18. G.E. Dieter Jr., - "Mechanical Metallurgy"
MacGraw-Hill, N.Y., 1961
19. L.D. Pye, H.J. Stevens e W.C. La Course.
"Introduction to Glass Science"
Plenum Press, N.Y., 1972
20. Idem ref. 19, pg. 345
21. E. Roeder - "Extrusion of Glass"
Journal of Non-Crystalline Solids 5, 377-388 (1971).
22. J.R. Hutchins e R.V. Harrington - "Glass"
Kirk-Othmer Encycl. Chem. Technol. Vol. 10, pg. 533-604

23. Idem ref. 22
24. Idem ref. 21
25. Idem ref. 21
26. E.G. Fisher - "Extrusion of Plastics"
Newnes Butterworths, London, 1976
27. E. Uhland - "Modell Zur Beschreibung des Fließens
Wandgleitender Substanzen Durch Düsen"
Rheol. Acta 15, 30-39 (1976).
28. Idem ref. 27
29. Idem ref. 27
30. Melvin Mooney - "Explicit Formulas For Slip and Fluidity"
Journal of Rheology, April, 1931
31. Idem ref. 13
32. Idem ref. 12
33. Idem ref. 12
34. L.C. Barbosa, C.R.L. Farias e J.M.L. Costa, - "Sistema
de Produção de Vidros Compostos a Partir do Quartz
Brasileiro para a Fabricação de Fibras Ópticas",
Revista Telebrás, 2, 1984.
35. L.C. Barbosa, C.K. Suzuki, R.S. Katiyar, C.R. Farias and
R. Srivastava.
"Compound Glass Preparation For Optical Fibers Using
Brazilian Natural Quartz" - Journal of Non-Crystalline
Solids 80, 657-664 (1986).

36. P.S. Epstein e M.S. Plessey.
"On the Stability of Gas Bubbles in Liquid Gas Solutions"
Journal Chem. Phys., 18, 11, pp. 1505-1509 (1950).
37. M. Abramovitz, - "Elementary Analytical Method,
Algebraic Equations", in Handbook of Mathematical
Functions" - Ed. M. Abramovitz e I.A. Stegun, Dover
Publications, Inc. NY-NY, 17, 1972.
38. L.C. Barbosa, N. Aranha, - "Processos para a Elimina-
ção de Bôlhas em Fusão de Vidros Compostos"
Revista Brasileira de Vácuo, 5, nº 1 e 2 (1985)
39. V.O. Altemose - "Helium Diffusion Through Glass"
Journal of Applied Physics, Vol. 32, nº 7, July 1961
40. E.O. Schulz-DuBois - "Accelerated Crucible Rotation:
Hydrodynamics and Stirring Effect"
Journal of Crystal Growth, 12, 81-87 (1972)
41. Hans J. Schell - "Milestones in Crystal Growth, The
Accelerated Crucible Rotation Technique ACRT"
Publicação nº INPE - 3583 - PRE/783
42. Idem ref. 40
43. Idem ref. 19, pg. 13
44. L.H. Adams and E.D. Williamson, - "Annealing of Glass"
J. Franklin - Inst. 190, pp. 597-631, 835-870 (1920).
45. Idem ref. 19, pg. 13
46. "Aços Villares S/A.", informação técnica interna.
47. A.L.C. Silva e P.R. Mei - "Tecnologia dos Aços"
Unicamp, SP. 1981

48. L.C. Barbosa e C.R.L. Farias
"Preparação de Vidros para Fibras Ópticas Utilizando como Dopante o NB_2O_5 "
Anais do VI CBECIMAT, T-81, 367-369, Dezembro (1984)
49. H. Rawson, "Properties and Applications of Glass"
Glass Science and Technology 3, Elsevier Scientific Publishing Company, Amsterdam - Oxford - N.Y. pg. 3, 1980.
50. Idem ref. 21
51. N. Klinger, E.L.S. Trauss e K.L. Strauss e K.L. Komarek,
"Reactions Between Silica and Graphite", Journal of American Ceramic Society, 369-375, July 1966.
52. H. Salmang: "Fundamentos Físico-Químicos de la Fabricacion del Vidrio"
Aguilar, Madriel, 1962.
53. E. Zanotto: "Comunicação Pessoal"
54. T. Alfrey e E. F. Gurnee: "Polimeros Orgânicos"
Edit. Edgard Blücher Ltda. USP. pg. 111, (1971).
55. J.H. Simmons, P.K. Mohr e C.J. Montrose.
"Viscous Failure of Glass Of High Shear Rates"
Journal de Physique, nº 12, 43, 439-442, Dez. (1982)
56. J.H. Simmons, R.K. Mohr e C.J. Montrose
"Non-Newtonian Viscous Flow in Glass"
Journal Appl. Phys. 53 (6), 4075-4080. June (1982).

57. J.Staněk, "Electric Melting of Glass"
Elsevier Scientific Publ. Comp., Amsterdam - Oxford -
N.Y. pg. 72, 1977

58. H. Lamb, "Hydrodynamics", 6th Edition, Cambridge Univ.
Press., London, pg. 601, (1932).

59. Nippon Sheet Glass - "Publicação Interna"

60. Idem ref. 59

61. Idem ref. 59

62. Idem ref. 59

63. Idem ref. 12