

## **A INFLUÊNCIA DO TEOR DE FERRO NAS CARACTERÍSTICAS DE AQUECIMENTO E FRAGMENTAÇÃO DO VIDRO SODO-CÁLCICO TEMPERADO TERMICAMENTE**

Marcelo Luiz de Souza (1); Mauro Akerman (2); Fernando S. Ortega\* (1)

(1) Departamento de Engenharia de Materiais, Centro Universitário da FEI (FEI)

(2) Escola do Vidro ABIVIDRO

\*Av. Humberto de A. Castelo Branco, 3972, S. Bernardo do Campo – SP

CEP 09850-901 [ferortega@fei.edu.br](mailto:ferortega@fei.edu.br)

### **RESUMO**

*Este trabalho avalia a influência do teor de ferro em vidros sodo-cálcicos sobre a absorção da radiação infravermelha no aquecimento do vidro plano, e conseqüentemente, sobre o nível da têmpera atingido após o resfriamento. Amostras de vidro com diferentes teores de ferro foram temperadas com parâmetros fixos de: tempo de permanência no forno, temperatura e pressão do ar de têmpera e duração do ciclo da têmpera. Variou-se apenas a temperatura máxima, em 815°C e 720°C. Os corpos de prova foram avaliados em ensaios de fragmentação, conforme normas da Economic Commission for Europe (ECE R43) e da American National Standards Institute (ANSI) / Society of Automotive Engineers (SAE) Z26.1 aplicáveis aos vidros automotivos temperados. Os resultados mostram que o maior teor de ferro proporciona maior absorção de energia térmica, distribuição mais homogênea de tensões residuais e melhor temperabilidade, particularmente quando o vidro é temperado a partir de temperaturas menores.*

Palavras-chave: vidro plano, têmpera, fragmentação.

### **INTRODUÇÃO**

Nos vidros temperados automotivos são características fundamentais a resistência mecânica que este deve ter para suportar impactos e o controle da densidade de fragmentos, a fim de proteger os ocupantes do veículo. Essas características são conseguidas quando o vidro é corretamente temperado. Uma das maneiras mais rápidas e fáceis de avaliar esta propriedade é a característica da

fragmentação, um indicador importante, pois através da dimensão de seus fragmentos, é possível notar se o vidro adquiriu um nível de tensão de compressão na superfície necessário para sobrepor o efeito prejudicial que imperfeições superficiais podem trazer para a dinâmica da fratura do material <sup>(1)</sup>. Caso o vidro temperado se quebre em decorrência de impacto interno ou externo, diretamente ou indiretamente ao vidro, os fragmentos devem obedecer a um padrão de tamanho, definido pelas normas da *Economic Commission for Europe (ECE 43R)* <sup>(2)</sup> e da *American National Standards Institute (ANSI) / Society of Automotive Engineers (SAE) Z26.1* <sup>(3)</sup>.

O aquecimento do vidro, necessário para o processo de têmpera, ocorre por irradiação no campo do infravermelho. O componente do vidro que é o principal responsável pela absorção da irradiação é o óxido de ferro. Pode-se conseguir uma boa absorção térmica utilizando um vidro sodo-cálcico comum que contenha de 0,2% a 2% de massa de FeO em relação à massa total, devido a ampla banda de absorção que os íons Fe<sup>2+</sup> produzem na zona do infravermelho curto <sup>(4)</sup>. Em geral, para a fabricação de vidros planos comerciais, ferro está presente no vidro tanto como íon férrico (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) quanto como íon ferroso (FeO) e a relação de Fe<sup>2+</sup>/Fe<sup>3+</sup> está entre 20% e 30% <sup>(5)</sup>. O íon Fe<sup>2+</sup> no vidro absorve luz na região infravermelha com maior eficiência no intervalo que compreende comprimentos de onda de 1,0 a 1,1 µm, mas o intervalo de absorção se estende até 2,1µm <sup>(4)</sup>. Esta absorção é responsável pelo funcionamento de vidros atômicos.

O presente trabalho tem como objetivo verificar e mensurar a variação da têmpera térmica de um vidro plano de 3,15 mm de espessura, comumente utilizado para a fabricação de janelas de veículos, quando tem diferentes níveis de óxido de ferro em sua composição. O ferro é adicionado ao vidro para dar a coloração verde, ou está presente como contaminante <sup>(6)</sup>. Espera-se que seja observada a influência do ferro na absorção de calor, e a conseqüente variação da têmpera no vidro, que será avaliada pela quantidade de fragmentos gerados após a quebra do vidro.

## MATERIAIS E MÉTODOS

As amostras estudadas são constituídas por quatro diferentes lotes de vidro plano, divididos em dois grupos, de acordo com a cor apresentada: verde claro ou verde intenso. Neste trabalho, estes vidros serão respectivamente denominados

como Claro e Verde. Todos os corpos de prova tem a mesma espessura, 3,15mm, atualmente a espessura mais comercializada no mercado automotivo nacional. Os corpos de prova foram aquecidos e em seguida temperados no mesmo forno de aquecimento e têmpera, conforme os parâmetros apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Parâmetros de aquecimento e de têmpera comuns a todas as amostras.

<b>Número de peças</b>	<b>Tempo de aquecimento (s)</b>	<b>Pressão do ar superior (mca)</b>	<b>Pressão do ar inferior (mca)</b>
40	106	2800	2700

As amostras foram divididas em dois lotes, sendo o primeiro deles (A) temperado numa temperatura mais alta, com objetivo de produzir vidros com um nível de têmpera melhor, enquanto o outro lote (B) foi temperado a uma temperatura mais baixa, no limite inferior da têmpera. Os parâmetros de têmpera são apresentados na Tabela 2. As pressões de ar superior e inferior se referem às pressões do ar que atingirão cada uma das faces do vidro respectivamente. A temperatura do ar é a temperatura na qual se encontra o ar utilizado para a têmpera.

Tabela 2 – Parâmetros de têmperas próximos aos limites superior (Lote A) e inferior (Lote B) de têmpera.

	<b>Máxima temperatura do forno (°C)</b>	<b>Temperatura do ar (°C)</b>
<b>Lote A</b>	815	42,6
<b>Lote B</b>	720	44,3

As condições de preparação dos corpos de prova para o 2º lote não favoreceram a têmpera do vidro, porém mesmo obtendo vidros reprovados no padrão de fragmentação definido pela ECE, que estabelece a quantidade mínima de 40 fragmentos numa área de 25 cm<sup>2</sup> o objetivo é mostrar como um vidro com maior teor de óxido de ferro pode se comportar. A partir de agora, os corpos de prova recebem o índice A ou B após o tipo de matéria-prima, Claro ou Verde, para identificar o lote de produção.

As matérias-primas utilizadas para a confecção dos corpos de prova foram caracterizadas por espectrofotometria, através do qual foram determinados os teores de óxido de ferro, a transmissão energética e as coordenadas tricromáticas (L\* a\* b\*) pelo sistema CIE 1931 e iluminante C <sup>(7)</sup>, utilizando um Espectrofotômetro Perkin Elmer, modelo Lambda 750S. Também foram determinadas as curvas de

temperatura em função do tempo, onde foi observado o comportamento dos diferentes tipos de vidro durante o processo de aquecimento. Placas de vidro de dimensões 150 X 150 mm foram aquecidas em forno mufla de laboratório Fortelab, modelo 1300 L, com potência de 4000W e capacidade de 7 litros, com resistências de fio Kanthal A1 em tubo de suporte de alta alumina, até a temperatura de 750°C a uma taxa de 30°C/s, e mantido neste patamar por 20 minutos. Logo após iniciou-se o resfriamento natural dentro do forno. Durante todo o ensaio o forno permaneceu fechado, limitando o efeito da convecção do ar. Aos corpos de prova foram aplicados 3 termopares conectados a um equipamento de aquisição de dados Datapaq, modelo Q18.

Após a têmpera, foram observadas as tensões residuais, através de fotoelasticidade, com recurso de um polariscópio Strainoptic PS-100 e parede polarizada. Foi realizado também o ensaio de fragmentação segundo a norma ECE 43R – Adendo 42 – Revisão 2. Essa norma estabelece que em cada placa de vidro ensaiada sejam identificadas duas regiões: uma com a máxima e outra com a mínima densidade de fragmentos. Nessas regiões, é contado o número de fragmentos contidos em uma circunferência padronizada, com área de 2500 mm<sup>2</sup>, estabelecendo assim a densidade máxima e mínima de fragmentos.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A caracterização do material mostrou que, independentemente do lote de origem da matéria-prima, amostras de mesma cor apresentaram o mesmo teor de óxido de ferro, mesmas coordenadas tricromáticas e curvas de transmissão energética similares, conforme mostram a Tabela 3 e a Figura 1. Por essa razão, os vidros passarão a ser denominados, nesse texto, apenas como “Claro” e “Verde”.

Tabela 3 – Análise química e coordenadas tricromáticas de vidros *float* de diferentes lotes.

		Análise Química		Coordenadas Tricromáticas (Illuminate C)					
				Calculado para 5 mm			Na espessura medida		
Material	Espessura	FeO %	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %	L*	a*	b*	L*	a*	b*
Claro – Float1	3,15 mm	0,134	0,544	91,06	-6,72	0,77	93,15	-4,37	0,48
Verde – Float 2	3,15 mm	0,224	0,934	86,25	-10,62	2,39	9,02	-7,03	1,55
Claro – Float 2	3,15 mm	0,131	0,548	91,00	-6,73	1,16	90,12	-4,35	0,74
Verde – Float 3	3,11 mm	0,230	0,920	85,91	-10,87	2,51	89,88	-7,12	1,61

Os dois grupos apresentam a máxima transmissão no intervalo de comprimentos de onda entre 420 nm e 600 nm, conforme a Figura 1. O vidro “Claro” transmite mais energia, com a transmitância variando de 80% a 85% nesse intervalo de comprimento de onda. O vidro “Verde” transmite de 70% a 80% no mesmo intervalo, com picos em 510 nm. O mesmo comportamento é observado para a mínima transmissão, ou seja, a máxima absorção de energia, sendo que a mínima transmissão ocorre à 1020 nm.

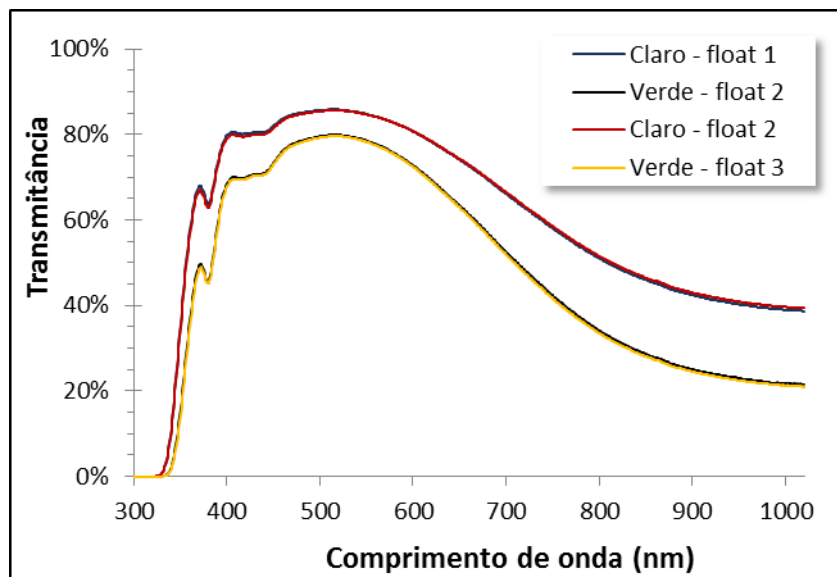


Figura 1 – Curva de transmissão energética dos quatro diferentes tipos de materiais.

Através dessa análise podemos afirmar que, independentemente do teor do óxido de ferro, o perfil de transmissão energética do vidro é o mesmo, variando apenas o índice. Podemos afirmar também que os vidros Verdes absorvem 18% mais energia do que os vidros Claros. Também podemos presumir o rigor no controle da composição do vidro pelo fabricante, proporcionando estabilidade aos processos posteriores de transformação do vidro, assim como ao produto final.

As curvas de aquecimento em forno mufla (Figura 2) mostram que os vidros Verdes atingiram temperatura média maior do que os vidros Claros, num intervalo de tempo menor. Partindo de uma temperatura inicial de 24,4°C, o vidro Claro atingiu temperatura máxima de 753°C em 43 minutos. Já o vidro Verde atingiu 755°C em 40 minutos. As curvas de aquecimento para todos os vidros mostraram uma inclinação não linear, porém proporcionais. Se considerarmos para fins didáticos que a taxa foi constante, teremos uma taxa de aquecimento média de 16,9°C/minuto para o vidro Claro e de 18,3°C/minuto para o vidro Verde. A diferença foi de 8%.

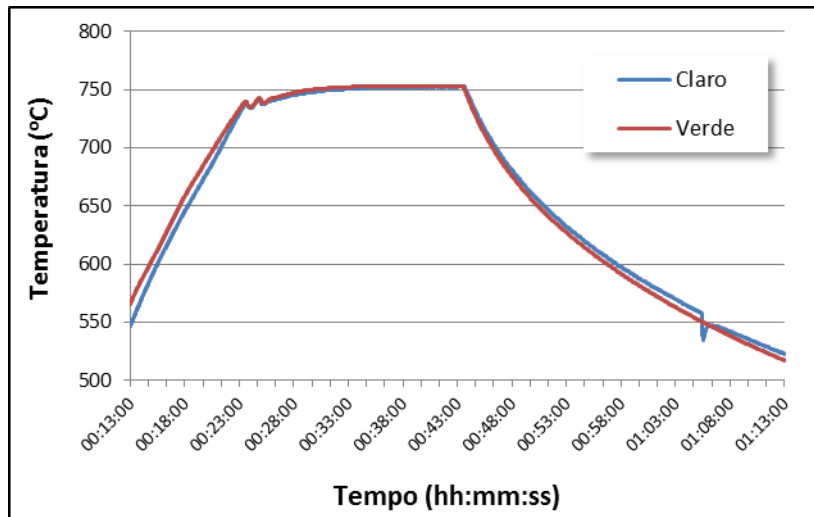


Figura 2 – Sobreposição das curvas de aquecimento Claro e Verde.

O resfriamento do vidro ocorreu de forma natural, dentro do forno, sem convecção forçada. Não houve simulação do processo de têmpera térmica, no qual o vidro é resfriado a uma taxa aproximada de  $-100^{\circ}\text{C/s}$ . Verifica-se que o resfriamento foi mais rápido para o vidro Verde, partindo de uma temperatura inicial de  $752^{\circ}\text{C}$ . Para atingir a temperatura de  $352^{\circ}\text{C}$  o vidro Claro levou 106 minutos e o vidro Verde 96 minutos. O resumo desses dados é mostrado na tabela 4.

Tabela 4 – Taxas de aquecimento e resfriamento

Processo	Tipo	$T_i$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	$T_f$ ( $^{\circ}\text{C}$ )	Tempo (min.)	Tx. média ( $^{\circ}\text{C}/\text{min.}$ )
Aquecimento	Claro	24,4	753	43	16,9
	Verde	24,4	755	40	18,3
Resfriamento	Claro	752	352	106	-3,8
	Verde	752	352	96	-4,2

No ensaio para determinação das tensões residuais do processo de têmpera realizado utilizando a parede polarizada, foi possível evidenciar que para o lote A, (Figuras 3-a e 3-b), no qual os vidros estão num nível de têmpera alto, há uma distribuição de tensões homogênea para os dois tipos de vidro, Claro ou Verde. Já para os vidros do lote B, a distribuição de tensões é mais homogênea no vidro Verde (figura 3-d) do que a distribuição de tensões no vidro Claro (figura 3-c). A coloração azulada indica regiões de maior tensão e a coloração esverdeada regiões com menor tensão. Os valores médios de tensão encontrados no ensaio estão listados na tabela 5.

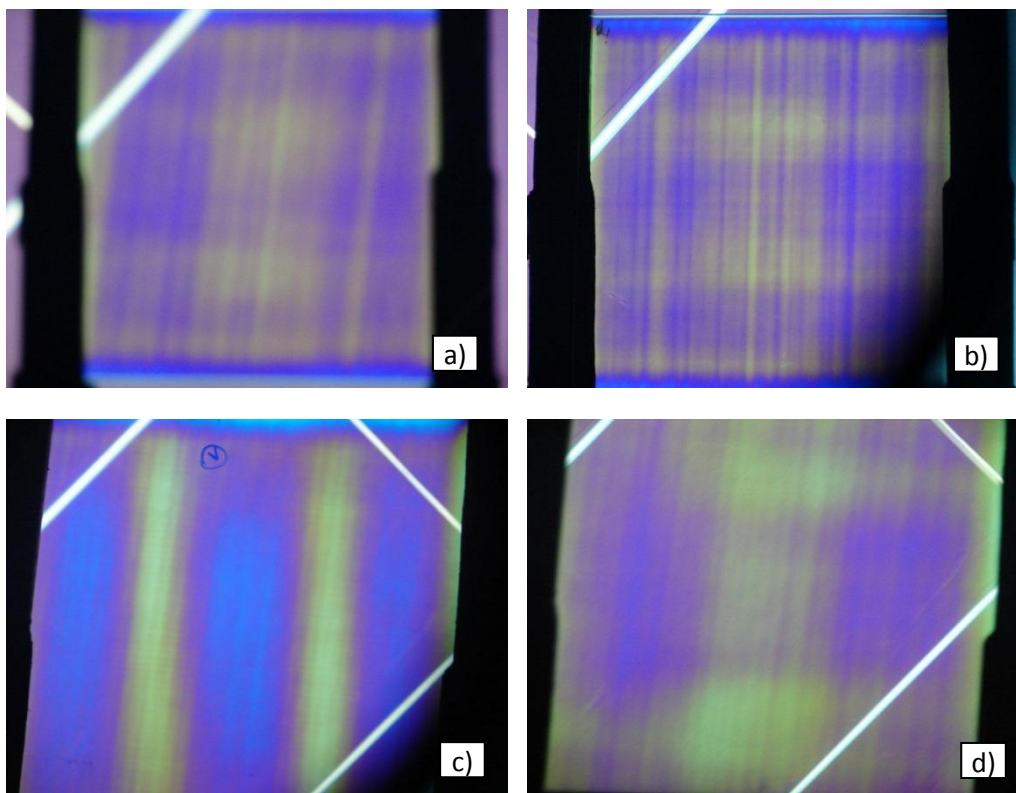


Figura 2 – Imagens de polariscópio representativas de cada um dos vidros analisados, mostrando a distribuição das tensões: a) vidro Claro A; b) vidro Verde A; c) vidro Claro B; d) vidro Verde B.

Tabela 5 – Valores de tensão residual encontrados nos vidros com diferentes teores de ferro, temperados próximo aos limites superior e inferior de têmpera.

Tensões Residuais (MPa)		
Lote	Médias	Desvio padrão
Claro A	56,51	0,85
Verde A	60,53	2,31
Claro B	53,52	0,21
Verde B	54,17	0,64

Os gráficos da figura 4 exibem os resultados obtidos no ensaio de fragmentação, referentes às áreas de maior e menor densidade de fragmentos identificadas em cada placa ensaiada. Os resultados são expressos em termos de número de fragmentos em uma área de 2500 mm<sup>2</sup>. As figuras 4-a e 4-b mostram que a densidade da fragmentação do vidro temperado no lote A foi elevada, variando de um mínimo médio de 228 fragmentos até um máximo médio de 335 fragmentos, atendendo aos padrões da ECE R43, ou seja, no intervalo de 40 a 400.

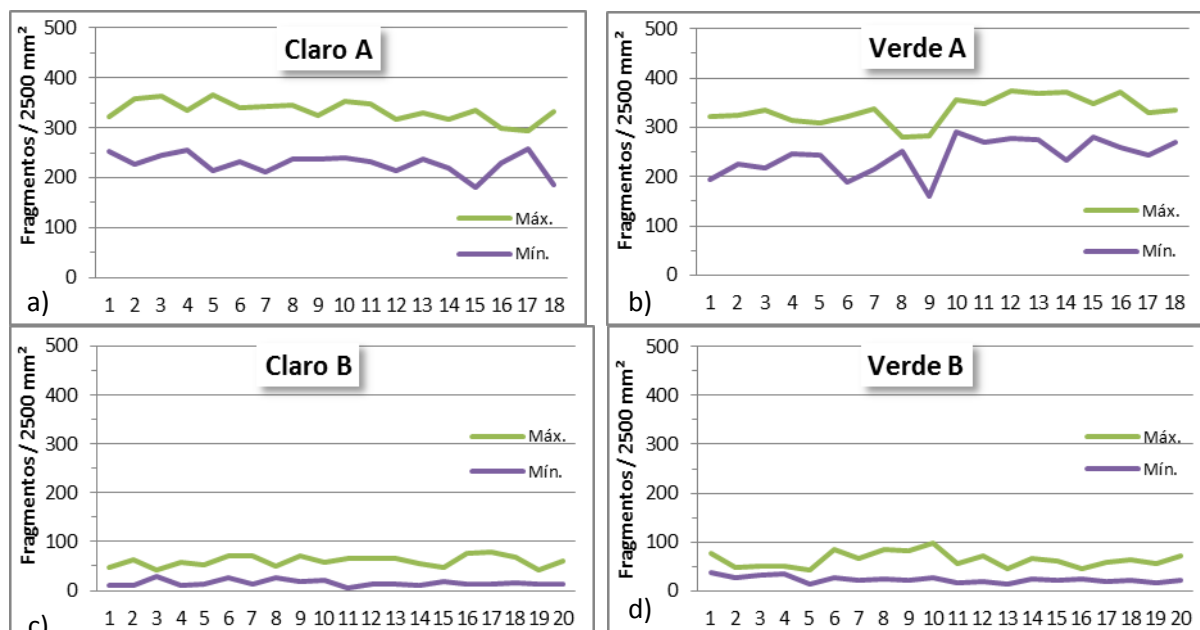


Figura 4 – Resultados dos ensaios de fragmentação para dois tipos diferentes de matéria-prima: a) Claro A; b) Verde A; c) Claro B; d) Verde B.

As figuras 4-c e 4-d, referentes ao lote B, mostraram fragmentações variando de uma densidade mínima média de 15 fragmentos até uma densidade máxima média de 64 fragmentos, reprovando este lote de vidro está no aspecto de segurança previsto pela ECE R43. Os dados são sumarizados na tabela 12.

Tabela 6 – Número médio de fragmentos por 25 cm<sup>2</sup>.

Corpos de Prova	Máx.	Mín.	Máx.-Mín.
Claro A	335	228	107
Verde A	335	241	94
Claro B	60	15	45
Verde B	64	23	40

Analisando os resultados dos ensaios de fragmentação, observamos que, para a têmpera conduzida a partir de uma temperatura alta (Lote A), o aumento do teor do óxido de ferro resultou num aumento de 5,9% na densidade mínima de fragmentos e numa redução de 12,3% entre as diferenças de densidade mínima e máxima de fragmentos. Em condições limitrofes de têmpera, que foi provocada pelo menor aquecimento do vidro (Lote B), o teor do óxido de ferro total se mostrou mais influente. Os corpos de prova ensaiados na fragmentação mostraram aumento de 6,2% na densidade máxima de fragmentos, em 55,3% a densidade mínima de fragmentos, e o mais importante, reduzindo as diferenças de densidades mínima e máxima de fragmentos em 10,2%.



A figura 5 ilustra melhor a diferença entre as densidades média de fragmentos por cor de matéria-prima. Nesse contexto foi evidenciado que para diferença entre a densidade média máxima e a densidade média mínima de fragmentos houve relação com o teor de óxido de ferro, sendo que quanto maior o teor, menor a diferença entre as densidades máxima e mínima de uma mesma cor, ou seja, a têmpera ocorre de forma mais homogênea no vidro.

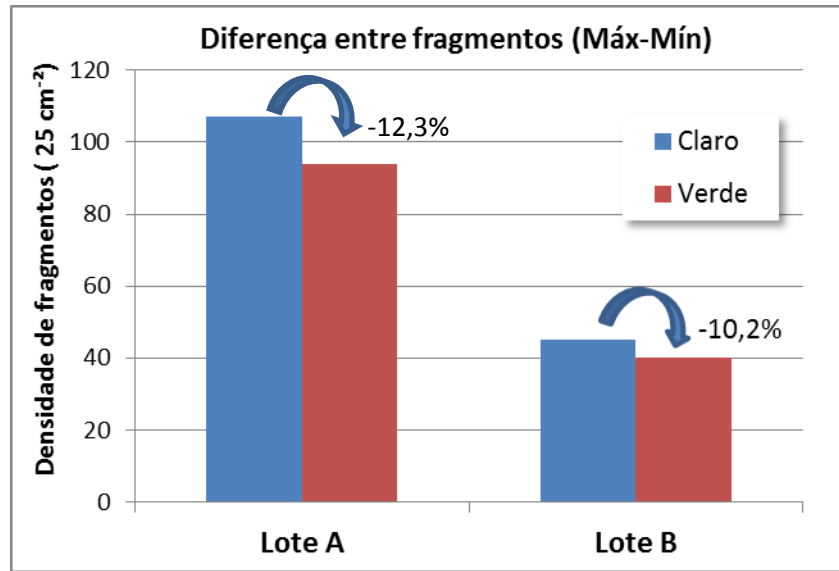


Figura 6 – Comparativo de densidades mínimas e máximas de fragmentos para cada um dos ensaios e cores

Assim, concluímos que o fator mais importante para a fragmentação é a expansão térmica do vidro, pois no primeiro lote os vidros foram corretamente temperados em alta temperatura, ao contrário do ensaio realizado com vidros temperados em baixa temperatura (lote B). Quando os vidros do lote B foram temperados, a formação do gradiente de tensões ao longo da espessura ocorreu em menor escala, pois a viscosidade já partiu de valores mais elevados e a  $T_g$  foi alcançada antes, cessando qualquer tipo de acomodação.

Aparentemente, este efeito ofusca qualquer diferença que pudesse ser observada devido à diferente taxa de aquecimento/resfriamento observada nos vidros com diferentes teores de ferro, como mostrou a Figura 2. Analisando as tensões residuais nos vidros produzidos no lote A em relação às curvas apresentadas na Figura 6, verifica-se que foram atingidos níveis de fragmentação mais altos do que os apresentados por Le Bourhis <sup>(8)</sup> sobre um estudo realizado por Akeyoshi.

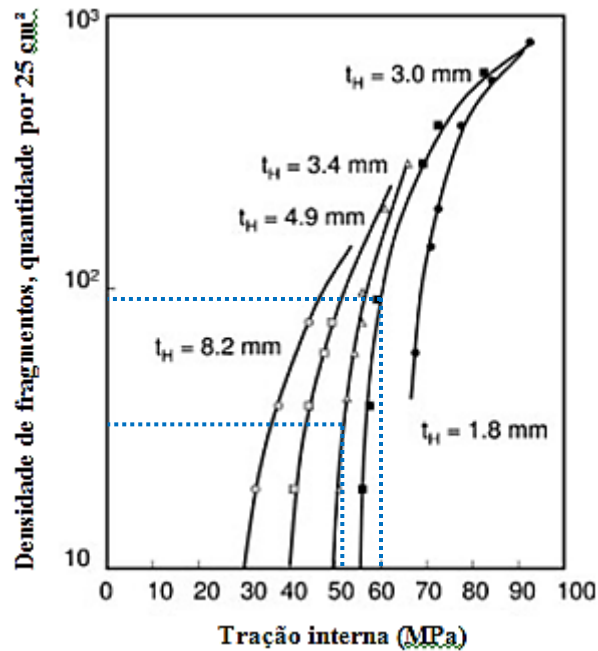


Figura 6 – Diagrama de tração x densidade de fragmentos de vidros temperados em função da espessura, adaptado de Le Bourhis, 2008 <sup>(8)</sup>.

Comparando os números obtidos no ensaio de fragmentação com as curvas da figura 6, foram constatadas duas situações distintas. A primeira delas é quando comparamos vidros do lote A. Nesse caso, a tensão residual média de 54 MPa gerou densidade de fragmentação máxima de 60 fragmentos que está em acordo com o estudo. Na segunda situação, os vidros do lote B, com tensão residual média de 60 MPa, geraram uma densidade de fragmentos de 335 unidades.

Segundo o estudo de Akeyoshi, para esse nível de tensão a fragmentação deveria ser inferior a 100 fragmentos. Na teoria de Akeyoshi não há menção sobre a cor do vidro, ou o teor do óxido de ferro, mas podemos inferir e propor que um estudo mais aprofundado seja realizado levando em consideração a absorção de radiação infravermelha devido ao FeO.

## CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos através dos ensaios, ficou evidente que o teor do óxido de ferro total (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) contido na massa do vidro exerce influência na têmpera do vidro, especificamente na homogeneidade da distribuição das densidades de fragmentos, função da melhor distribuição das tensões residuais. Adicionalmente, verificou-se que o efeito é mais pronunciado quando se produz a têmpera a partir de temperaturas menores, próximas ao limite inferior de têmpera. No aspecto

econômico, verificou-se que o maior teor de ferro resulta em taxa de aquecimento mais alta, reduzindo o consumo energético, além de maior confiabilidade do produto, que apresenta características associadas à segurança mais estáveis.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Centro Universitário da FEI e à Saint Gobain Sekurit pelo apoio oferecido na realização deste trabalho.

## REFERÊNCIAS

- (1) LUIZ, Mauro Lucio Nascimento. **Recozimento e têmpera do vidro**. São Paulo: Escola do Vidro, 2009
- (2) Uniform Provisions Concerning the Approval of Safety Glazing Materials and Their Installation on Vehicles – **ECE 43R – Addendum 42** – Revision 2
- (3) American National Standard for Safety Glazing Materials – **Standard ANSI/SAE Z26.1** - 1996
- (4) VOLF, M.B.. **Chemical Approach to Glass. Glass Science and Technology** – V. 7. Amsterdam: Elsevier, 1984
- (5) NAVARRO, José Maria Fernández. **El Vidrio**. 3 Ed. Madrid: CSIC, 2003
- (6) BAMFORD, O.R. **Colour Generation and Control in Glass** – Glass Science and Technology 2. England: Elsevier, 1977
- (7) PAUL, A. **Chemistry of Glasses**. 2 Ed. London: Chapman & Hall, 1990
- (8) LE BOURHIS, Eric. **Glass: Mechanics and Technology**. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., 2008

## **THE INFLUENCE OF IRON CONTENT ON HEATING CHARACTERISTICS AND FRAGMENTATION IN SODA-LIME GLASS THERMICALLY TEMPERED**

### **ABSTRACT**

The present study aims to assess the influence that the iron oxide concentration has over the infrared radiation absorption during the flat glass heating, and consequently, in its fragmentation after the thermal tempering process. Glass samples with different iron oxide content were necessary to produce the specimens, with fixed process parameters, as residence time inside the furnace, power heating curve, air tempering temperature, air tempering pressure and tempering cycle time. Maximum temperature in the furnace was the only parameter changed in two conditions: 815°C and 720°C. The specimens were tested on its fragmentation, according to regulations of the Economic Commission for Europe (ECE R43) and American National Standards Institute (ANSI) / Society of Automotive Engineers (SAE) Z26.1, both applicable to automotive tempered glazing. Results shown that higher iron content provides higher thermal energy absorption, more homogeneous residual stress distribution and better temperability, especially when glass is tempered from lower temperatures.

Key words: flat glass, tempering, fragmentation.