

Efeito da temperatura de queima nos módulos de elasticidade e de ruptura de um concreto refratário

Effect of the firing temperature on the modulus of elasticity and rupture of a castable

L. G. Santos¹; G. C. Ribeiro²; M. S. Silveira³; S. Ribeiro³; W. S. Resende⁴; L.da Silva¹

¹Universidade Federal Fluminense (PPGEM/UFF)

Av. dos Trabalhadores 420, Vila Sta. Cecília, Volta Redonda – RJ, CEP 27255-125

²Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá (FEG/UNESP)

Av. Ariberto Pereira da Cunha, 333, Portal das Colinas, Guaratinguetá - SP, 12.516-410

³Escola de Engenharia de Lorena (EEL/USP)

Poló-Urbo Industrial, s/n - Zona Rural, Lorena - SP, CEP 12602-81

⁴Indústrias Brasileiras de Artigos Refratários (IBAR)

Av. Ibar, nº 2 - Poá - SP, CEP 08559-470

leticiags@id.uff.br

Resumo

O conhecimento das propriedades elásticas das cerâmicas refratárias, para fins estruturais, é de fundamental importância para o entendimento da limitação da vida útil e para determinação de várias outras propriedades mecânicas desse material. O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito da temperatura de queima nos resultados de módulo de elasticidade e de ruptura de um concreto refratário sílico-aluminoso. Barras prismáticas desse concreto foram moldadas, curadas, secas e queimadas a 1000°C, 1300°C e 1400°C, por 5 horas. Comparando os resultados de módulo de elasticidade, observou-se um aumento de 68% com o aumento da temperatura de sinterização de 1000 para 1400°C. Já para os resultados de módulo de ruptura, esse aumento foi de 34%. Logo, houve ganho de rigidez e resistência mecânica com o aumento da temperatura de queima. Também foram determinados os resultados de absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente, além da identificação das fases cristalinas.

Palavras chave: Concreto refratário, Módulo de elasticidade, Módulo de ruptura, Queima.

Abstract

The knowledge of the elastic properties of refractory ceramics, for structural purposes, is of fundamental importance for the understanding of the limitation of the useful life and for determination of several other mechanical properties of this material. The main of this work was to evaluate the effect of the firing temperature on the results of modulus of elasticity and rupture of a silica-alumina castable. Prismatic bars of this concrete were molded, cured, dried and burned at 1000°C, 1300°C and 1400°C, for 5 hours. Comparing the modulus of elasticity results, a 68% increase was observed with increasing sintering temperature from 1000°C to 1400°C. For the rupture modulus results, this increase was 34%. Therefore, there was gain of rigidity and mechanical resistance with the increase of the firing temperature. The results of water absorption,

apparent porosity and apparent density, as well as the identification of crystalline phases were also determined.

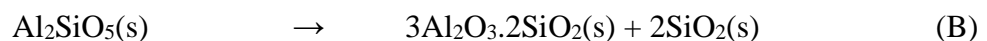
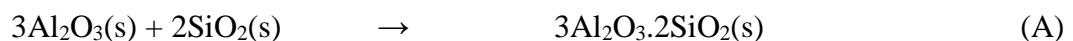
Keywords: Castable, Modulus of elasticity, Modulus of rupture, Fire.

INTRODUÇÃO

Os concretos refratários são materiais heterogêneos formados pela mistura de agregados e aglomerantes, além da presença de aditivos modificadores e ligantes. Este material é composto por duas fases, a fase granulada, que contém agregados grosseiros (agregados com tamanhos de partículas variando de 20 mm a 200 µm) e a fase da matriz que é finamente granulada e envolve os agregados (componentes finos onde o diâmetro das partículas variam de 200 µm a nanômetros). Os concretos possuem capacidade de resistir a elevadas temperaturas sem fundir ou decompor, sendo assim é largamente empregado nas indústrias de aço, cimento, vidro e petroquímica [1,2].

Mulita é uma fase cristalina com ampla aplicação na classe das cerâmicas refratárias por apresentar excelentes propriedades. Essa fase é vantajosa em termos de resistência mecânica e termomecânica. A fase apresenta baixa expansão e condutividade térmica, alto ponto de fusão, maior que 1800°C, excelente resistência à fluência, boa estabilidade química e resistência ao choque térmico, elevada refratariedade e alto módulo de ruptura [3-5].

A mulita é uma solução sólida formada por alumínio, silício e oxigênio ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$), que corresponde à única fase estável sob condições atmosférica do sistema $\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$. É escassa na natureza em função das suas condições de formação, como altas temperaturas e baixas pressões. Por se tratar de uma estrutura rara em formações geológicas, é comum a obtenção de mulita a partir da reação entre sílica e alumina, conforme a equação (A). É possível obter mulita através da reação de decomposição de alumino-silicatos, que é o caso da silimanita, conforme a equação (B) [5,6].



O conhecimento das propriedades dos materiais é de extrema importância para prever o seu comportamento quando submetidos a esforços ou cargas. Uma das propriedades importantes para caracterizar um material e determinar a melhor forma de aplicação é o módulo de elasticidade ou módulo de Young [7,8]. As principais propriedades para a caracterização da rigidez elástica dos materiais, como o módulo de elasticidade, módulo de cisalhamento e razão de Poisson são importantes também na determinação de outras propriedades mecânicas [9]. O módulo de elasticidade é uma constante de proporcionalidade entre a tensão e a deformação do material. A relação linear entre essas grandezas é definida pela Lei de Hooke mostrada na equação (C) [10].

$$\sigma = E\varepsilon \quad (C)$$

Sendo: σ é a tensão aplicada; E é o módulo de elasticidade; e ε é a deformação elástica longitudinal do corpo de prova.

O módulo de elasticidade está relacionado à frequência natural de vibração da estrutura. Um componente com baixo módulo tem uma frequência natural de vibração menor do que um outro que tenha maior módulo, desde que a massa específica seja a mesma [7]. A caracterização dos módulos elásticos pode ser feita por métodos estáticos e métodos dinâmicos. Os métodos estáticos consistem na solicitação mecânica de um corpo por meio de aplicação de tensão, aplicando cargas com baixas velocidades gerando um diagrama tensão-deformação. As tensões aplicadas podem ser tração, compressão, flexão ou torção, sendo compressão ou flexão, as mais usuais em cerâmicas refratárias, sendo válido ressaltar que na ausência da linearidade do comportamento dos materiais, o método estático é apenas uma aproximação grosseira para o módulo de elasticidade [7,8]. Os métodos dinâmicos permitem obter informações quantitativas e qualitativas dos módulos elásticos sobre a integridade de um componente mecânico, além do controle de suas propriedades, como mudanças de fase, por exemplo. É um método não destrutivo, sendo assim o corpo de prova não fica inutilizado após o ensaio e pode ser empregado em sua função normalmente ou ensaiado muitas outras vezes. Os métodos dinâmicos são normatizados e amplamente utilizados, principalmente para materiais frágeis compósitos [7,8].

O módulo de ruptura é obtido através do ensaio de flexão, que avalia a resistência de um material quando submetido a uma carga fletora. Para avaliar a resistência do material, este ensaio pode ser feito pelo ensaio de flexão em quatro ou três pontos. Este

ensaio pode utilizar corpos de prova prismáticos ou cilíndricos, que são submetidos a um carregamento de compressão na parte superior gerando simultaneamente tensões de tração na superfície da parte inferior do corpo de prova. Com o ensaio de flexão obtém-se a tensão máxima atingida na superfície da amostra e para obter o módulo de ruptura deve ser calculado conforme a equação (D):

$$\sigma_f = \frac{3P_f L}{2bh^2} \quad (D)$$

Em que: σ_f é o módulo de ruptura (MOR); P_f , a carga máxima (N); L, a distância entre os apoios (mm); b , a largura dos corpos de prova (mm); e h , a altura (mm).

O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito da temperatura de queima nos resultados de módulo de elasticidade e de ruptura de um concreto refratário sílico-aluminoso, uma vez que o conhecimento das propriedades elásticas dessas cerâmicas refratárias, para fins estruturais, é de fundamental importância para o entendimento da limitação da vida útil e para determinação de várias outras propriedades mecânicas desse material.

MATERIAIS E MÉTODOS

Para a realização desse trabalho foi utilizado o concreto SUPERCASIBAR 560 SC, a base de alumina e sílica ($Al_2O_3 - SiO_2$) e aditivo 109, fornecido pela IBAR.

A Tabela I apresenta a análise química, obtida por fluorescência de raios X, do concreto SUPERCASIBAR 560 SC, fornecida pelo fabricante.

Tabela I – Análise química do concreto refratário SUPERCASIBAR 560 SC.

COMPOSTO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃
FAIXA (%)	31,0/39,0	55,0/63,0	≤ 1,7

Fonte: IBAR, 2017.

O concreto já vem com as matérias-primas pré-misturadas, sendo assim, ele é pesado em uma balança analítica para que seja colocado a medida exata de aditivo 109, pré-estabelecido pelo fabricante, na relação de 12,2% m/m.

A mistura então é vertida em um molde de aço inoxidável em mesa vibratória, pois a vibração durante a moldagem auxilia na acomodação da massa no molde e melhora as condições de liberação do ar aprisionado no interior na amostra, de modo que fossem produzidos corpos de prova de 25x25x150 mm. Foram produzidos cinco corpos de prova em cada moldagem para a avaliação de cada temperatura de queima.

Com os corpos de prova no molde, foi realizada a cura durante 24 horas e mais 24 horas com as amostras desmoldadas em atmosfera saturada de água em temperatura ambiente (25°C). Após a cura, os corpos de prova foram colocados em estufa, onde permaneceram por 24 horas a 110°C.

O concreto refratário foi queimado em forno box (INTI) em três diferentes temperaturas: 1000°C, 1300°C e 1400°C com taxa de aquecimento 2°C/minuto, isoterma de 5 horas e taxa de resfriamento de 10°C/min. Essas temperaturas foram escolhidas com a empresa fabricante, em função das possíveis temperaturas de trabalho do produto.

Os corpos de prova, após a queima, passaram pelo processo de retificação da superfície livre de moldagem, que consiste na passagem de um rebolo diamantado na superfície dos corpos de prova. Essa etapa é necessária para que a superfície fique lisa e homogênea para realização da análise do módulo de elasticidade pelo método de ressonância de barras e também para perfeito alinhamento na máquina de ensaios.

Para a determinação dos módulos de elasticidade, foi utilizado o método não destrutivo de ressonância de barras. As amostras foram colocadas uma a uma no equipamento, de modo que os transdutores de emissão e recepção vibracionais ficassem perpendiculares à superfície da amostra.

Essa técnica consiste na aplicação de vibração mecânica na amostra através de um transdutor piezelétrico. A vibração é detectada pelo outro transdutor e transformada em sinal elétrico, transmitida para o programa computacional que registra os picos de ressonância, e de modo iterativo calcula o módulo elástico e de cisalhamento, assim como o coeficiente de Poisson [7,11,12,15]. Mais detalhes desse método podem ser encontrados em outras fontes [13,14].

Após realização das medidas dos módulos elásticos, as amostras foram submetidas ao ensaio de flexão em três pontos, segundo a norma C133-94 da ASTM [7-16]. O ensaio foi realizado em uma Máquina de Ensaios Universal, EMIC, modelo DL, com célula de carga de 5 kN, com taxa de carregamento de 12,9 N/s. O diâmetro dos roletes foi de 5 mm, e a distância entre eles de 125 mm. Logo, os dados obtidos no ensaio, são aplicados na equação (D) para determinação do módulo de ruptura.

As análises de absorção de água, porosidade aparente e massa específica aparente foram realizadas segundo a NBR 6220:2011 para material refratário. Após o ensaio de flexão, foram cortadas seis amostras, duas de cada temperatura de queima, em disco diamantado, com o volume entre 100 cm³ e 200 cm³ e colocadas na estufa por 24h. Após retiradas da estufa e resfriadas ao ar, as amostras foram pesadas em balança analítica com precisão de 0,1 g e colocadas em um béquer de 250 ml com água fervente, mantidas por 1h nessa condição com o auxílio de uma placa aquecedora. Após esse tempo, as amostras foram resfriadas e colocadas dentro de outro béquer contendo um suporte que pudessem permanecer imersas em água para serem pesadas.

A análise de fases cristalinas após a queima foi realizada por difração de raios X, num difratômetro Panalytical, modelo Empyrean, com radiação Cu-K α monocromatizada, intervalo angular de 10 a 90° e passo de 0,02°/s. As amostras foram quebradas e trituradas até a obtenção de um pó fino o suficiente para a análise.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foi realizada a difração de raios X no concreto, na forma de pó nas amostras antes e depois da queima. A identificação das fases do concreto antes e depois da queima nas três temperaturas está apresentado na Figura 1.

As fases cristalinas que compõe o concreto antes da queima são: alumina na fase cristalina corundum (Al₂O₃), mulita (3Al₂O₃.2SiO₂), cristobalita (SiO₂) e silimanita (Al₂SiO₅). A sillimanita encontrada nessa análise pode ser oriunda de sua decomposição incompleta quando utilizada para a formação de mulita ainda no estágio de produção do concreto como matéria prima. Essas fases eram esperadas, pois se trata de um concreto sílico-aluminoso.

As fases cristalinas presentes no concreto queimado a 1000°C, 1300°C e a 1400°C, apontadas pela análise de difração de raios X, foram: mulita (M), cristobalita (C) e alumina na fase cristalina corundum (A). A fase silimanita (S) não foi identificada, pois elevadas temperaturas de queima podem favorecer a decomposição térmica do alumino-silicato em mulita e cristobalita, além de poder estar presente em pequena quantidade e não ser detectada.

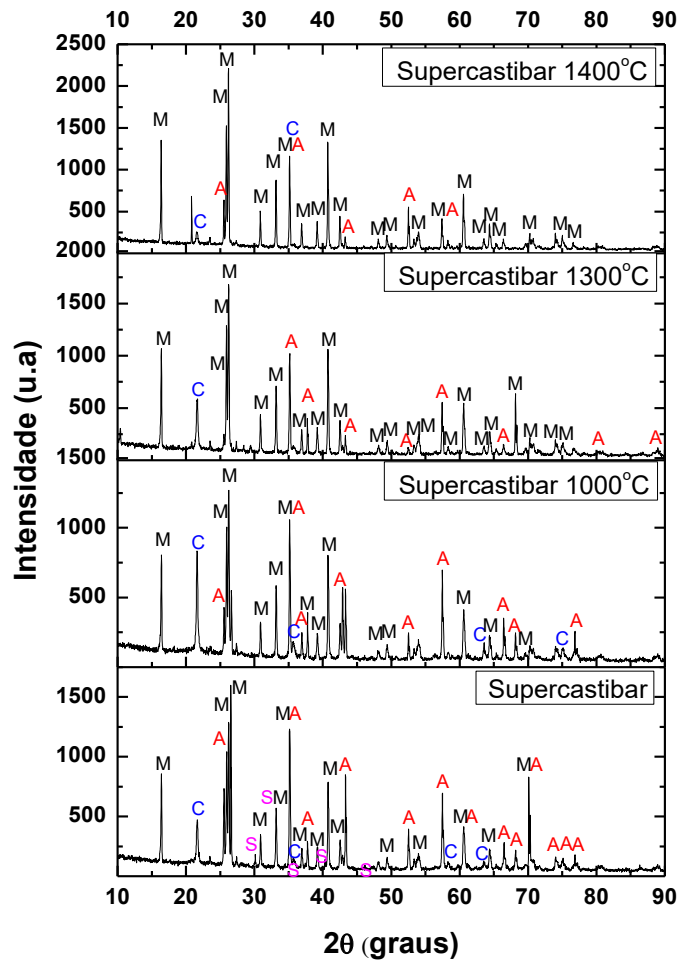


Figura 1 – Difratoograma do concreto Supercatibar: como recebido; queimado a 1000°C, queimado a 1300°C; e queimado a 1400°. (A) = alumina; (C) = cristobalita; (M) = mullita; (S) = silimanita.

A Tabela II mostra os resultados de absorção de água (%), porosidade aparente (%) e massa específica aparente (g/cm^3), das amostras queimadas a 1000°C, 1300°C e 1400°C, utilizando a norma NBR 6220:2011.

Tabela II - Resultados de absorção de água (AA), porosidade aparente (PA) e massa específica aparente (MEA) para o concreto queimado nas três temperaturas.

Temperatura de Sinterização (°C)	Absorção de Água (%)	Porosidade Aparente (%)	Massa Específica Aparente (g/cm^3)
1000	$6,6 \pm 0,08$	$17,2 \pm 0,34$	$2,6 \pm 0,09$
1300	$6,8 \pm 0,08$	$17,5 \pm 0,34$	$2,6 \pm 0,09$
1400	$6,6 \pm 0,08$	$17,9 \pm 0,34$	$2,7 \pm 0,09$

As amostras queimadas a 1400°C apresentaram valores um pouco maiores de MEA, porém as amostras queimadas nas três diferentes temperaturas apresentaram pequena variação de absorção de água e porosidade aparente. Isso indica que a partir de 1000°C até 1400°C, a microestrutura do material não sofre grandes variações e por isso as propriedades listadas na Tabela II não apresentam grande variação.

Os resultados das medidas de módulo de elasticidade, E, medidos por ressonância mecânica de barras, e do módulo de ruptura, MOR, obtidos por ensaios de flexão em três pontos são mostrados na Tabela III, para as três temperaturas de queima.

Tabela III – Resultados dos módulos de elasticidade (E) e de ruptura (MOR) para amostras tratadas em diferentes temperaturas de queima.

Temperatura	E(GPa)	MOR (MPa)
1000°C	33,0 ± 0,5	13,6 ± 1,1
1300°C	45,2 ± 1,1	15,4 ± 0,8
1400°C	55,6 ± 1,6	18,2 ± 1,1

Observa-se que quanto maior a temperatura de queima do material, maior foram os valores obtidos para o módulo de elasticidade e de ruptura, uma vez que, com o aumento da temperatura de sinterização, há maior proximidade entre os grãos, menor porosidade e maior rigidez elástica.

A Figura 2 mostra a relação da temperatura de queima com os módulos de elasticidade e de ruptura. Observa-se um aumento, em torno de 68%, para os resultados de módulo de elasticidade, quando se avalia a temperatura de 1000 e 1400°C. Já para os resultados de módulo de ruptura, esse aumento foi em torno de 34%. Logo, houve ganho de rigidez e resistência mecânica.

CONCLUSÕES

A partir dos resultados apresentados, foi possível concluir que a temperatura de queima afeta diretamente as propriedades do concreto, uma vez que o módulo de elasticidade e módulo de ruptura aumentaram com o aumento da temperatura de queima. As fases cristalinas encontradas nos concretos queimados 1000°C, 1300°C e 1400°C foram: mulita, corundum e cristobalita, sendo a maior quantidade de mulita no

concreto queimado a 1400C devido às transformações de fases em alta temperatura.

Os concretos queimados nas três temperaturas apresentaram boas características para aplicação em altas temperaturas, porém a temperatura de 1400°C propiciou maiores valores de módulo de elasticidade e ruptura, podendo ser utilizado quando se necessita de uma maior resistência mecânica.

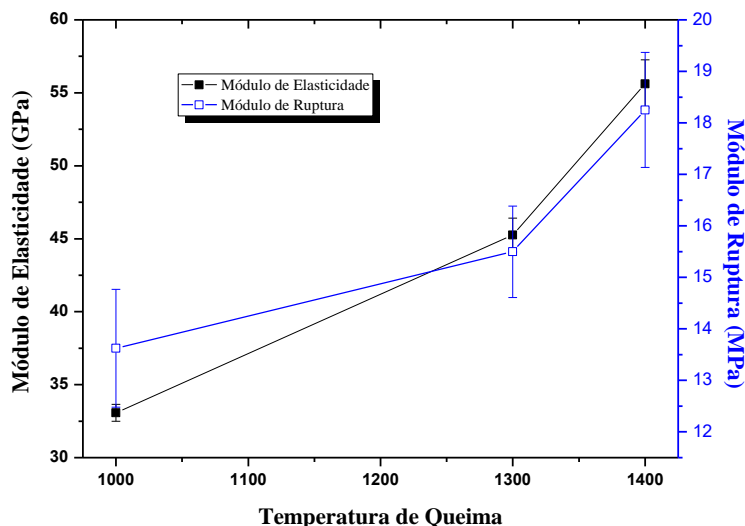


Figura 2 - Módulos de elasticidade e ruptura em função da temperatura de sinterização.

AGRADECIMENTOS

Ao Departamento de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia de Lorena (DEMAR – EEL/USP); à Indústria Brasileira de Artigos Refratários Ltda - IBAR, pelo material fornecido; e à CAPES pela bolsa da primeira autora.

REFERÊNCIAS

- [1] LEE, W. E., VIEIRA, W., ZHANG, S., GHANBARI AHARI, K., SARPOOLAKY, H., PARR, C., Castable refractory concretes, *Int. Mater. Rev.* 46 (2001) 145–167.
- [2] LUZ, A.P., BRAULIO, M.A.L., PANDOLFELLI, V.C., Refractory Castable Engineering, 1st ed., *Goller Verlag*, Baden-Baden, Germany, 2015, pp. 320–560.
- [3] HERCULANO, G.E.G.C, *Estudo de soluções sólidas da mulita: aplicações e propriedades*. 2007, 155p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – REDEMAT: Rede Temática em Engenharia de Materiais - UFOP, CETEC, UEMG - Belo Horizonte, MG.

- [4] AKSAY, I. A., DABBS, D. M., SARIKAYA, M., Mullite for structural, electronic, and optical applications. *Journal of the American Ceramic Society*, 74 (10), 23432358, 1991.
- [5] FARIAS, R. M. C., MENEZES, R. R., OLIVEIRA, E. S., Fibras e nanofibras de mullita: Uma breve revisão, *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v. 10, n. 1 (2008) 01–11.
- [6] MAGLIANO, M. V. M., PANDOLFELLI, V. C., Multitização em refratários utilizando diferentes fontes precursoras – revisão, *Cerâmica* 56 (2010) 368-375.
- [7] RIBEIRO, G. *Estudo do comportamento ao dano por choque térmico de um concreto refratário, contendo agregado contendo agregado de andaluzita, sinterizado em diferentes temperaturas*. 2010. 101 f. Tese (Doutorado) - Curso de Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, Lorena, 2010.
- [8] COSSOLINO, L. C., PEREIRA, A. H. A., *Módulos elásticos: visão geral e métodos de caracterização*, Informativo Técnico-Científico ITC-ME/ATCP, 2010
- [9] ZANOTTO, E. D., MIGLIORY Jr., A. R., Propriedades Mecânicas de Materiais Cerâmicos: Uma Introdução. *Cerâmica*, v.37, n.247, p.7-16, 1991.
- [10] CALLISTER, Jr., WILLIAM D. Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. 9ª Edição. LTC – Livros Técnicos e Científicos S. A.. Rio de Janeiro. 2016.
- [11] *ASTM: C 1198 – 91*, Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio for advanced ceramics by Sonic Resonance, 2002.
- [12] LUZ, A.P., CONSONIA, L.B., PAGLIOSAB, C., ANEZIRISC, C.G., PANDOLFELLI, V.C., Sintering effect of calcium carbonate in high-alumina refractory castables, *Ceramics International* 44 (2018) 10486–1049.
- [13] Pickett, G., Equations for computing elastic constants from flexural and torsional resonant frequencies of vibration of prisms and cylinders, in: Proceedings of the American Society for Testing Materials, 1945, pp. 846–865. Fig. 10. Elastic modulus and its percentual change as a function of the number of thermal shock cycles carried out with thermal gradient (ΔT) of around 790 °C or 1000 °C. The evaluated samples were pre-fired at (a and c) 815 °C or (b and d) 1400 °C for 5 h before the measurements. A.P. Luz et al. *Ceramics International*, 44 (2018) 10486–10497/10496.
- [14] LUZ, A.P., SANTOS JR., T., MEDEIROS, J., PANDOLFELLI, V.C., Thermal shock damage evaluation of refractory castables via hot elastic modulus measurements, *Ceram. Int.* 39(2013) 6189–6197, <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.01.038>.
- [15] *ASTM: E 1875 – 00*, Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Sonic Resonance, 2002.
- [16] *ASTM: C133-94*, Standard test methods for cold crushing strength and modulus of rupture of refractories, Philadelphia, v.15, 1994.