

Influência da temperatura de queima na energia de fratura de um concreto refratário aluminoso

(Influence of firing temperature on fracture energy of a castable)

G. C. Ribeiro ⁽¹⁾, F. P. Santos ⁽²⁾, M. S. Silveira ⁽²⁾, W. S. Resende ⁽³⁾, S. Ribeiro ⁽²⁾

¹Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá – FEG/UNESP
Av. Ariberto Pereira da Cunha, 333, Portal das Colinas, Guaratinguetá - SP, 12.516-410

²Escola de Engenharia de Lorena – EEL/USP
Poló-Urbo Industrial, s/n - Zona Rural, Lorena - SP, 12602-81

³Indústrias Brasileiras de Artigos Refratários – IBAR
Av. Ibar, nº 2 - Poá - SP, 08559-470

girribeiro@yahoo.com.br

Resumo

Concretos refratários são materiais de ampla aplicação nas indústrias que necessitam de alta temperatura para produção e processamento de seus materiais, estando sempre susceptíveis à ciclos de choque-térmico. A energia de fratura é uma propriedade capaz de prever o comportamento à iniciação e propagação de trinca, sem a necessidade da realização de ciclagem térmica. Para determinar a energia de fratura de um concreto refratário comercial, corpos de prova entalhados e ranhurados, foram moldados, curados, secos e queimados a 1000°C, 1300°C e 1450°C por cinco horas e submetidos ao ensaio de propagação estável da trinca pelo método da cunha. Os resultados de energia de fratura e carga máxima foram, respectivamente: 69,33J/m² e 370,97N, para as queimadas a 1000°C; 72,82J/m² e 393,98N, para as queimadas a 1300°C; 59,49J/m² e 359,67N, para as queimadas a 1400°C. Também foram realizadas análises da superfície de fratura, bem como a contagem de grãos fraturados e arrancados.

Palavras-chave: concreto refratário, queima, energia de fratura, método da cunha.

Abstract

Castables are materials of wide application in the industries that need high temperature for the production and processing of their materials, being always susceptible to the cycles of thermal shock. The fracture energy is a property capable of predicting the behavior at crack initiation and propagation without the need for thermal cycling. To determine the fracture energy of a commercial castable, grooved and grooved specimens were molded, cured, dried and burned at 1000°C, 1300°C and 1450°C for five hours and subjected to a stable crack propagation test by the wedge method. The results of fracture energy and maximum load were, respectively: 69.33J/m² and 370.97N, for the fires at 1000°C; 72.82J/m² and 393.98N, for the fires at 1300°C; 59.49J/m² and 359.67N, for the fires at 1400°C. Fracture surface analysis, as well as fractured and ripened grain counts were also performed.

Keywords: refractory concrete, burning, fracture energy, wedge method.

INTRODUÇÃO

Concretos refratários são materiais com microestrutura complexa, resistentes a altas temperaturas e usados predominantemente como revestimentos de fornos e equipamentos industriais para processamento de materiais em elevadas temperaturas [1,2].

Refratários produzidos com mulita são de grande interesse, principalmente para aplicação na indústria siderúrgica, pois apresentam elevada refratariedade, excelente resistência ao choque térmico, alta resistência à fluência e boa resistência à corrosão. A mulita pode ser adicionada à massa inicial dos refratários ou gerada *in situ* durante a queima dos mesmos, com microestrutura intrinsecamente diferente daquela formada pela mulita quando adicionada inicialmente [3-6].

O interesse pela sintetização da mulita deve-se ao fato de ela ser um material cerâmico raro na natureza, e que devido as suas propriedades termomecânicas, suas aplicações são numerosas no campo das cerâmicas avançadas, estruturais e funcionais, já que produz uma microestrutura que garante propriedades com características físicas específicas para o refratário [7-11].

Quando um refratário é submetido a diferenças bruscas de temperatura, ele pode apresentar gradientes significativos de temperatura da superfície para o interior da peça, provocando alterações dimensionais e tensões não uniformes capazes de produzir trincas. Para prever tal comportamento em refratários e estimar a resistência ao dano por choque térmico, Hasselman escreveu importantes equações [12-17], sendo que a energia de fratura é uma variável importante utilizada no cálculo dos parâmetros de Hasselman, além de ser uma grandeza que avalia a tenacidade de materiais de comportamento elástico não linear [8]. De acordo com a literatura, a energia de fratura, é a grandeza mais adequada para avaliar materiais com microestrutura complexa como os concretos refratários, do ponto de vista da resistência à propagação de trincas [18,19].

O método mais importante para determinação da energia de fratura é o da “cunha”, patenteado em 1986 por Tschegg [20]. *Detalhes desse método podem ser vistos em publicações de Ribeiro et al* [21-22]. Como resultado, esse ensaio gera uma curva típica carga-deslocamento para cada amostra ensaiada e estas curvas podem ser divididas em duas regiões, seguindo o padrão apresentado na Figura 1 [21].

A região (A) da curva representa a zona de comportamento elástico do material, enquanto que a região (B) representa o crescimento e a propagação estável da trinca. Relacionando a região (A) com a região (B) através da razão B/A obtém-se o trabalho relativo de propagação da trinca. Quando esta relação é feita todo o trabalho envolvido na propagação da trinca está sendo considerado, então se tem uma relação direta entre a resistência do material e a propagação da

trinca, ou seja, quanto maior a razão B/A, mais resistente o material será a propagação estável da trinca [21-22].

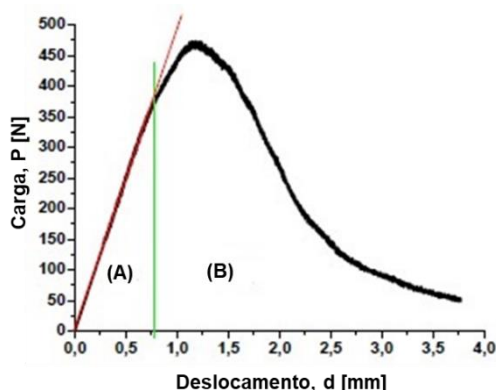


Figura 1 – Curva carga-deslocamento, típica de ensaios de propagação estável de trinca, indicando as regiões (A) e (B) [21].

O objetivo desse trabalho foi determinar a energia de fratura de um concreto refratário comercial, queimado a 1000°C, 1300°C e 1450°C, a fim de prever, em trabalhos futuros, o comportamento à iniciação e propagação de trinca, sem a necessidade da realização de ciclagem térmica.

MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais utilizados foram: concreto refratário SUPERCASIBAR 560 SC e aditivo 109 fornecido pelas Indústrias Brasileiras de Artigos Refratários – IBAR; e água potável. A análise química do concreto, fornecida pela fabricante por fluorescência de raios X, mostrou a seguinte faixa composicional: 31-39% de SiO₂; 55-63% de Al₂O₃; menos que 1,7% de Fe₂O₃.

Em uma argamassadeira planetária com capacidade nominal de 5 litros, o refratário previamente pesado, foi homogeneizado a seco. Em seguida, com adição do aditivo 109 (12,2% m/m), continuou a homogeneização para obtenção do concreto com propriedades reológicas adequadas para a moldagem. O concreto foi vertido em molde, lubrificado com óleo mineral, específico para produção dos corpos de prova, permanecendo 24 horas na cura em atmosfera saturada de água. Os mesmos foram desmoldados após 24 horas, permanecendo mais 24 horas na cura, sendo posteriormente secos por 24 horas a 110°C em estufa.

A queima ocorreu a 1000°C, 1300°C e 1400°C por 5 horas, com taxas de aquecimento de 2°C/min e resfriamento de 5°C/min, a fim de que observar a influência da temperatura nas propriedades desse concreto. Após a queima, os corpos de prova tiveram a superfície livre de

moldagem retificada em uma retificadora FERDIMAT, com rebolo diamantado (D126), a fim de que os mesmos tivessem um perfeito alinhamento nos equipamentos de análise.

Para determinação da energia de fratura foram preparados corpos de prova entalhados e ranhurados com perfis em “V”, com utilização do dispositivo da cunha durante o ensaio, conforme Figura 2 [2]. Os corpos de prova foram ensaiados na mesma máquina em que foram realizados os ensaios de flexão, porém com velocidade do deslocamento do atuador de 0,03 mm/min para propagação estável da trinca.

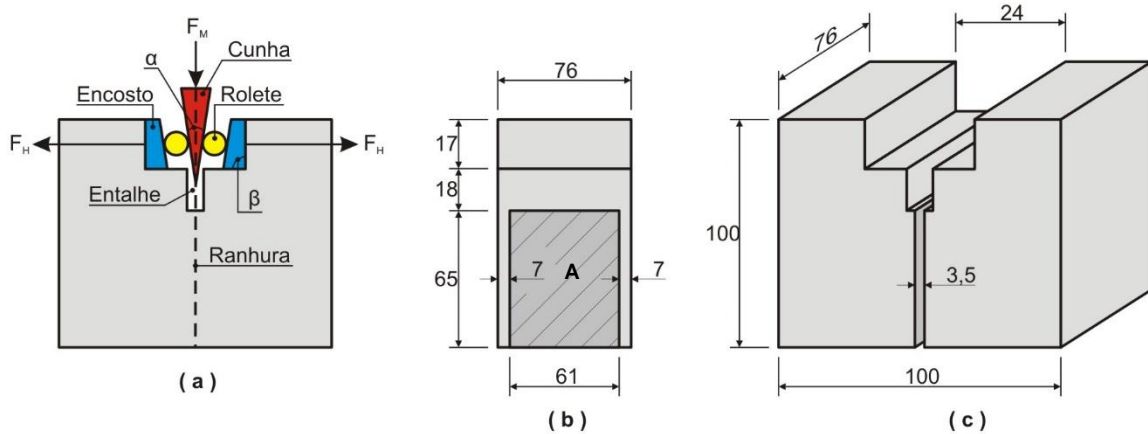


Figura 2 - (a) Disposição dos suportes, dos roletes e da cunha no corpo de prova; (b) seção transversal do corpo de prova, mostrando o entalhe, as ranhuras laterais e a área fraturada (A); e (c) geometria com as dimensões do corpo de prova. Todas as dimensões apresentadas estão em milímetros. ([2] Adaptado).

Após o ensaio, é calculada a energia de fratura segundo a equação seguinte, em que A é a área fraturada mostrada na Figura 2(b).

$$\gamma_{wof} = \frac{1}{2A} \int F_M d\delta \quad (A)$$

Por meio de análise visual da superfície de fratura e com auxílio de uma lupa simples de 75mm de diâmetro, foram contados os agregados que foram arrancados e os que sofreram cisalhamento em três amostras de cada uma das temperaturas de queima: 1000°C, 1300°C e 1400°C. As duas faces da fratura foram utilizadas nesta análise, visando maior qualidade na avaliação, já que os lados são complementares, expondo as duas faces dos agregados fraturados e os rebaixos deixados pelos agregados arrancados. Para garantir precisão na contagem, uma grade dividida em cm² foi utilizada, conforme mostra a Figura 3.

O cálculo percentual dos agregados destacados ou cisalhados foi realizado a partir da Equação B [23]:

$$\% \frac{\text{agregados fraturados}}{\text{área}} = \frac{\text{nº de agregados fraturados}}{\text{área de fratura}} * 100 \quad (\text{B})$$



Figura 3 – Região fraturada de um corpo de prova para contagem dos agregados arrancados e fraturados com a grade de contagem.

RESULTADOS

Os corpos de prova queimados nas temperaturas de 1000°C, 1300°C e 1400°C submetidos ao teste de propagação estável de trinca pelo método da cunha. Com a realização desses testes foram obtidas curvas carga-deslocamento, que posteriormente foram utilizadas para o cálculo da energia de fratura do material. As Figuras 4, 5 e 6 mostram as curvas carga-deslocamento, representativa de cada grupo, nas temperaturas de queima: 1000°C, 1300°C e 1400°C, respectivamente.

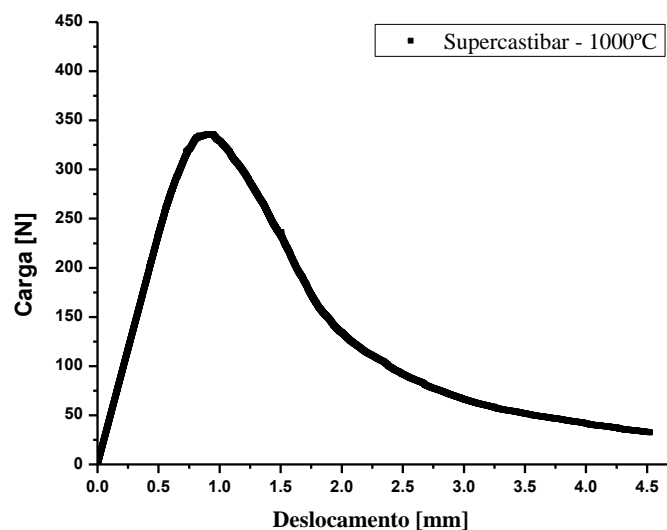


Figura 4 – Curva carga-deslocamento representativa dos corpos de prova queimados a 1000°C.

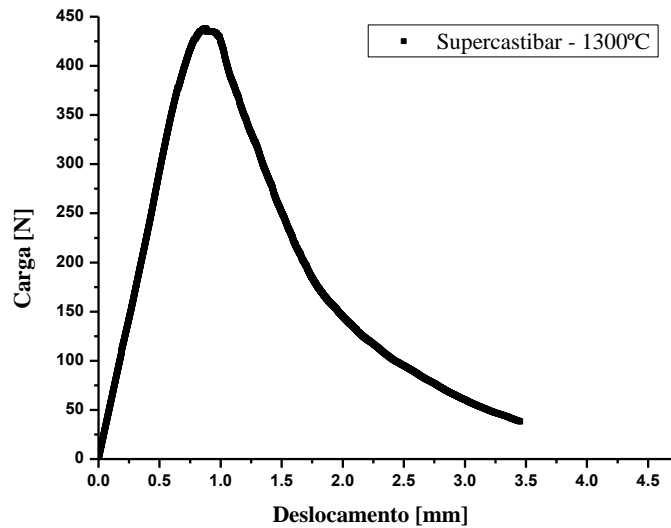


Figura 5 – Curva carga-deslocamento representativa dos corpos de prova queimados a 1300°C.

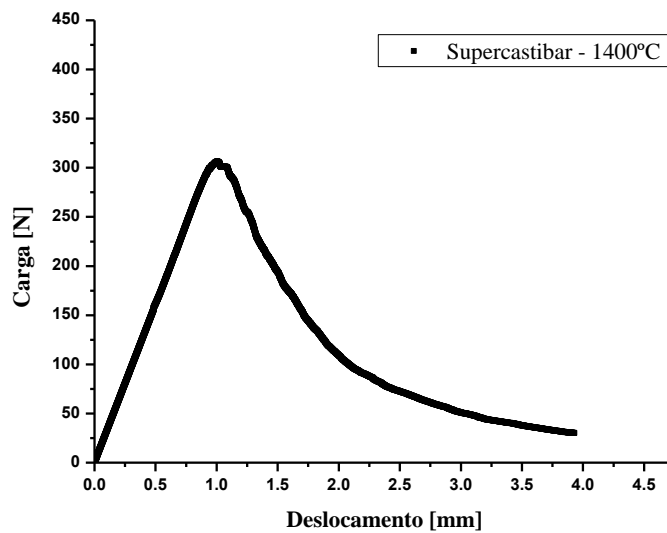


Figura 6 – Curva carga-deslocamento representativa dos corpos de prova queimados a 1400°C.

Tanto as curvas obtidas no ensaio do concreto refratário queimado a 1000°C, quanto as dos queimados a 1300°C e 1400°C, mostram o comportamento de propagação estável da trinca, validando os resultados para o estudo da energia de fratura.

Na Tabela I estão apresentados os resultados médios de energia de fratura, carga máxima e razão B/A, assim como o deslocamento do atuador para as amostras sinterizadas a 1000°C, 1300°C e 1400°C.

Tabela I – Resultados médios de energia de fratura, carga máxima, razão B/A e deslocamento do atuador para as três temperaturas de queima.

Temperatura de queima (°C)	Energia de fratura (J/m ²)	Carga máxima (N)	Razão B/A	Deslocamento (mm)
1000	69,3 ± 7,4	371,0 ± 50,3	6,0 ± 0,9	4,5 ± 0,6
1300	72,8 ± 6,1	394,0 ± 28,2	4,5 ± 0,5	3,8 ± 0,2
1400	59,5 ± 6,5	359,7 ± 46,9	2,7 ± 0,1	5,6 ± 1,4

O concreto queimado a 1300°C apresentou maior resistência ao início da propagação da trinca, uma vez que apresenta um maior valor de carga máxima, porém apresentou menor resistência à propagação desta trinca, já que as curvas do concreto queimado a 1300°C mostraram um rápido decaimento na carga, além de menores valores de deslocamento. Enquanto que, o concreto queimado a 1000°C, apresentou menor resistência ao início da trinca, com menor valor de carga máxima, e maior resistência à propagação desta trinca, com maior valor da razão B/A.

O concreto queimado a 1400°C apresentou menor resistência ao início e à propagação da trinca, logo, pode-se dizer que o concreto quando queimado a 1300°C é mais resistente à iniciação da trinca do que quando queimado a 1000°C ou 1400°C, ou seja, apresenta maior rigidez. A menor resistência para o concreto queimado a 1400°C, poderia ser explicada pelo fato de que maiores temperaturas de queima permitem maiores tamanhos de grão que favorecem uma propagação de trinca mais rápida, além de um crescimento anormal dos grãos criando pontos de tensão que propiciariam o início da trinca.

O concreto queimado a 1000°C apresentou menor coerência entre os agregados e a matriz e grãos um pouco menores, sendo assim a primeira característica proporciona maior facilidade para o início da propagação da trinca, enquanto que a segunda garante maior resistência à propagação desta.

O concreto queimado a 1300°C apresentou maior energia de fratura, porém bem próxima da energia de fratura do concreto queimado a 1000°C. Em ambos os casos, pode-se associar este fato ao prolongamento da região B da curva característica, uma vez que esta representa maior trabalho na propagação da trinca.

Por fim, pode-se afirmar que o concreto queimado a 1300°C apresenta melhor combinação de propriedades, por apresentar-se mais resistente à propagação da trinca e maior resistência do ponto de vista de carregamento máximo, o que não descarta a utilização do concreto queimado a 1000°C e a 1400°C, dependendo apenas das necessidades exigidas para seu uso.

Na Figura 7 observa-se os dois lados da região fraturada de uma amostra queimada a 1000°C e submetida ao teste de propagação estável de trinca pelo método da cunha. É importante

lembrar que as duas faces da fratura são utilizadas nesta análise para garantir maior qualidade na avaliação, já que os lados são complementares. Sendo assim, do lado (a) da Figura 7 é possível observar um lado de um poro, parte de um agregado fraturado e o vazio deixado por um agregado que foi arrancado. Do lado (b) observa-se o outro lado do poro, a outra parte do agregado fraturado, bem como o agregado que foi arrancado.

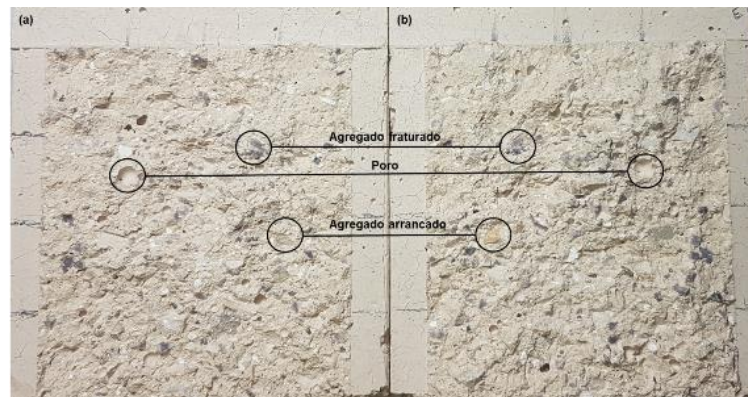


Figura 7 – Fotografia do corpo de prova fraturado após o teste de propagação estável de trinca pelo método da cunha.

A Tabela II mostra a média dos valores percentuais dos agregados fraturados e daqueles que foram arrancados, de três amostras para cada uma das temperaturas de queima.

Tabela II – Percentual de agregados fraturados e arrancados.

Temperatura de Queima (°C)	Agregado Fraturado (%)	Agregado Arrancado (%)
1000	79,76	20,24
1300	98,00	2,00
1400	78,60	21,40

Observa-se que quando o concreto SUPERCASTIBAR 560 C é submetido a uma temperatura de queima de 1300°C, os agregados tendem a se fraturar muito mais do que nas outras temperaturas estudadas. Porém nas três temperaturas há um predomínio de agregados fraturados, indicando que a fratura no concreto se deu de modo transagregado. De acordo com a literatura, em condições de maior proporção de agregados fraturados em relação aos arrancados, encontram-se os maiores valores de energia de fratura. Os elevados valores são explicados pela definição que diz que a energia de fratura é o trabalho de fratura médio por unidade de área projetada, levando-se em conta a energia resultante da quebra das ligações químicas, a energia

proveniente de micro fraturas na ponta da trinca e a energia consumida pela trinca devido a sua interação com a microestrutura do material. Sendo assim quando ocorre fratura de modo transagregado, pode-se entender que quando a trinca passa pelo agregado ela encontra maior dificuldade e pode sofrer maiores desvios, aumentando a dificuldade da propagação da trinca e, conseqüentemente, o trabalho de fratura e a energia de fratura.

CONCLUSÃO

O concreto queimado a 1300°C apresentou a melhor combinação de propriedades quando comparado aos queimados a 1000°C e 1400°C, sendo que após a queima a 1300°C, obteve-se um material com boa resistência à propagação da trinca e maior resistência relacionada ao carregamento máximo.

O concreto queimado a 1400°C foi o que apresentou menor resistência, que pode ser uma consequência do fato de que maiores temperaturas de queima permitem maiores interações entre a matriz e os agregados que permitem uma propagação mais rápida da trinca, além de um possível crescimento anormal dos grãos, característico de maiores temperaturas de queima, criando pontos de tensão que podem antecipar a nucleação de uma trinca.

Quanto ao estudo da energia de fratura o melhor resultado também foi associado ao concreto queimado a 1300°C, já que para esta temperatura encontrou-se o maior valor de energia de fratura. Esse maior valor é confirmado pela análise de contagem de agregados, pois para o concreto queimado a 1300°C encontrou-se maior porcentagem de agregados fraturados na superfície de fratura. Indicando que, para que a trinca se propague, mais energia é exigida para conseguir passar pelos agregados e concluir a fratura.

AGRADECIMENTOS

Às Indústrias Brasileiras de Artigos Refratários, IBAR, pelo material fornecido; ao CNPq pela bolsa de Produtividade em Pesquisa, processo 310237/2016-5 de S. Ribeiro.

REFERÊNCIAS

- [1] W.E. Lee, W. Vieira, S. Zhang, K.G. Ahari, H. Sarpoolaky, C. Parr, Castable refractory concretes, *Int. Mater. Rev.* 46 (3) (2001) 145.
- [2] H. Harmuth, K. Rieder, M. Krobath, E. Tschegg, Investigation of the nonlinear fracture behavior of ordinary ceramic refractory materials, *Mater. Sci. Eng. A* 214 (1996) 53–61.
- [3] L. Rebouillat, M. Rigaud, Andalusite-based high-alumina castables, *J. Am. Ceram. Soc.* 85 (2) (2002) 373–378.

- [4] Y. An, J. Chen, H. Zhou, G. Liu, Microstructure and thermal cycle resistance of plasma sprayed mullite coatings made from secondary mullitized natural andalusite powder, *Surf. Coat. Technol.* 205 (2010) 1897–1903.
- [5] H. Schneider, A. Madjic, Kinetics and mechanism of the solid-state high-temperature transformation of andalusite (Al_2SiO_5) into 3/2-mullite ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) and Silica (SiO_2), *Ceramurg. Int.* 5 (1) (1979) 31–36.
- [6] H. Mao, M. Selleby, B. Sundman, Phase equilibria and thermodynamics in the $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ system-modeling of mullite and liquid, *J. Am. Ceram. Soc.* 88 (9) (2005) 2544–2551.
- [7] M.J. Ribeiro, D.U. Tulyagavov, J.M. Ferreira, J.A. Labrincha, High temperature mullite dissolution in ceramic bodies derived from Al-rich sludge, *J. Eur. Ceram. Soc.* 25 (2004) 703–710.
- [8] M.L. Bouchetou, J.P. Ildefonse, J. Poirier, P. Daniellou, Mullite grown from fired andalusite grains: the role of impurities and of the high temperature liquid phase on the kinetics of mullitization and consequences on thermal shocks resistance, *Ceram. Int.* 31 (2005) 999–1005.
- [9] B. Qi, N. Tessier-Doyen, J. Absi, Young's modulus evolution with temperature of glass/andalusite model materials: Experimental and numerical approach, *Comput. Mater. Sci.* 55 (2012) 44–53.
- [10] M.S. Abdi, T. Ebadzadeh, Mullitization, microstructure and physical properties of mechanically activated andalusite sintered by microwave, *Ceram. Int.* 39 (2013) 1451–1454.
- [11] T. Wala, B. Psiuk, Jerzy Kubacki, K. Stec, J. Podwórny, Mullitization process of andalusite concentrates – Role of natural inclusions, *Ceram. Int.* 40 (2014) 5129–5136.
- [12] D.P.H. Hasselmann, Unified theory of thermal shock fracture initiation and crack propagation in brittle materials, *J. Am. Ceram. Soc.* 52 (11) (1969) 600–604.
- [13] O. Peitl, E.D. Zanotto, Thermal shock of chemically toughened borosilicate glass, *J. Non-Cryst. Solids* 247 (1999) 39–49.
- [14] D.P.H. Hasselmann, Elastic energy at fracture and surface energy as design criteria for thermal shock, *J. Am. Ceram. Soc.* 46 (11) (1963) 535–540.
- [15] D.P.H. Hasselmann, Figures-of-merit for thermal stress resistance of high-temperature brittle materials: a review, *Ceramurg. Int.* 4 (4) (1978) 147–150.
- [16] J.A. Rodrigues, V.C. Pandofelli, Thermal treatment temperature and its influence on the thermal shock parameters of refractory castables, *Interceramics* 51 (3) (2002) 186–189.
- [17] J. Homeny, R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman, R.A. Heller (Eds.), *Thermal Shock of Refractories*, Plenum Publishing Company, New York, 1980, pp. 1–21.
- [18] M. Sakai, H. Ichikawa, Work of fracture of brittle materials with microcracking and crack bridging, *Int. J. Fract.* 55 (1992) 65–79.
- [19] M. Sakai, R.C. Bradt, Fracture toughness testing of brittle materials, *Int. Mater. Rev.* 38 (2) (1993) 53–78.
- [20] E. Tschegg, Prüfeinrichtung zur Ermittlung von bruch-mechanischen Kennwerten sowie hierfür geeignete, Prüfkörper. Austrian Patent AT 390328B, registered 1986.
- [21] S. Ribeiro, J.A. Rodrigues, The influence of microstructure on the maximum load and fracture energy of refractory castables, *Ceram. Int.* 36 (2010) 263–274.
- [22] S. Ribeiro, E.M.B. Santos, G.C.R. Garcia, J.A. Rodrigues, Elastic work and fracture energy of concretes made with crushed stones and pebbles aggregates, *Mater. Sci. Forum* 636 (2010) 1215–1221.
- [23] S. Ribeiro; C. C. D. Exposito; J. A. Rodrigues. Projeto, adaptação, instalação e testes preliminares para um sistema de medida de energia de fratura de materiais cerâmicos pelo método da cunha. *Cerâmica*, v.54. p.418-426, 2008.