# ESTUDO DO COMPORTAMENTO DA ENERGIA DE FRATURA EM FUNÇÃO DO TAMANHO DO AGREGADO E DA TEMPERATURA DE QUEIMA DE UM CONCRETO ALUMINOSO ANTIEROSIVO.

E. M. B. Santos <sup>(1)</sup>, V.M.S. Silva <sup>(1)</sup>, G. C. R. Garcia <sup>(1)</sup>, W. S. Resende <sup>(2)</sup>, S. Ribeiro <sup>(1)</sup> <sup>(1)</sup> Universidade de São Paulo (USP) - Escola de Engenharia de Lorena (EEL) Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR) Estrada Santa Lucrecia s/n, Bairro Mondezir, CEP 12600-970, CP 116, Lorena SP <sup>(2)</sup> Indústrias Brasileiras de Artigos Refratários – IBAR Avenida IBAR, 2 , CEP 08559-470 – Poá - SP

esoly@ppgem.eel.usp.br

## RESUMO

A energia de fratura é uma ferramenta importante na previsão da resistência ao dano por choque térmico dos refratários, cujos resultados servem para desenvolver novos materiais bem como prever a vida dos comercialmente disponíveis. O objetivo deste trabalho foi estudar o comportamento da energia de fratura de um concreto refratário em função do tamanho do agregado a da temperatura de queima, utilizando o método da cunha. Com relação ao tamanho do agregado, o concreto com maior tamanho apresentou o resultado de energia de fratura maior, tanto queimados a 600°C quanto a 1000°C. Nota-se que na temperatura de 1000°C a energia de fratura foi maior. Em função dos resultados obtidos pode-se concluir que a energia de fratura é influenciada tanto pela temperatura de queima como pelo tamanho do agregado.

Palavras-chave: Concreto refratário, tamanho de agregado, energia de fratura, aluminoso.

## INTRODUÇÃO

Refratários são matérias que possibilitam em sua função primária facilitar a fabricação de outros materiais assim como metais, vidros, cimentos e petroquímicos, e têm permitido a utilização do fogo para fabricar materiais desde a idade do bronze. Sem a utilização dos refratários a maioria do desenvolvimento tecnológico e científicos dos últimos 100 anos não seria possível <sup>(1,2)</sup>.

De um modo geral a microestrutura dos concretos é constituída por uma parte mais fina, podendo ter tamanhos até a ordem de nanômetros, chamada de matriz e outra mais grossa formada por agregados com tamanhos de até alguns milímetros <sup>(1, 3).</sup>

Na prática o concreto é submetido simultaneamente a uma combinação de esforços de cisalhamento, compressão e tração em duas ou mais direções, além de estar sujeito a variações de volume, a agentes agressivos, à fluência, esforços de fadiga, erosão e a variações de temperatura <sup>(4)</sup>.

Desta forma algumas propriedades dos concretos refratários requerem maiores atenções, entre elas destacam-se o módulo de ruptura, o coeficiente de expansão térmica linear, o módulo de elasticidade, a condutividade térmica, a resistência à propagação de trinca, a resistência à abrasão e a resistência ao dano por choque térmico <sup>(2)</sup>, tais propriedades podem ser influenciadas pela porosidade do concreto que reduz a sua resistência mecânica módulo de elasticidade <sup>(10)</sup>.

Dentre as propriedades utilizadas para uma maior compreensão do refratário durante aplicação, a energia de fratura é uma ferramenta importante.

A energia de fratura pode ser definida como o trabalho médio por unidade de área projetada de fratura para propagar uma trinca, representada pela soma de energias associadas a diferentes mecanismos de tenacificação, consumidas durante o processo de fratura e pode ser determinada a partir da curva carga-deslocamento e da seguinte equação <sup>(6,7)</sup>.

$$\gamma_{wof} = \frac{1}{2A} \int P_M ds \tag{A}$$

em que A é a área projetada da superfície de fratura,  $P_M$  é a carga vertical aplicada pela máquina de ensaios e *s* é o deslocamento do atuador da máquina. O valor da

integral  $\int P_M ds$  é determinado pela área sob a curva carga-deslocamento. A curva carga-deslocamento obtido no ensaio esta exemplificada na Figura 1.



Figura 1. Exemplo de curva carga-deslocamento obtida no ensaio de tração.

Para avaliar a energia total de fratura a condição de propagação estável de trinca deve ser rigorosamente obedecida, para isso, a energia acumulada na amostra e na máquina de ensaios durante a deformação elástica deve ser a menor possível e transformada em energia de superfície de modo muito bem controlado <sup>(8, 9)</sup>.

Até bem pouco tempo somente amostras com forma prismática, com pequenas dimensões, entalhadas, eram usadas para a medida de energia de fratura, Normalmente, a barra possui medidas de altura, e espessura, de 25 mm por 25 mm ou 40 mm por 40 mm, com entalhe, em torno de 0,4 da altura, restando, assim pouca área de fratura. Dessa forma, a área do ligamento íntegro restante pode não ser mais representativa da microestrutura do material, principalmente se existirem agregados com tamanhos grandes comparados com essas dimensões <sup>(6)</sup>.

Por isso, a caracterização mecânica da fratura, de forma mais rigorosa, requer um método que permita propagação estável de trinca para dimensões de amostras suficientemente maiores, principalmente nas suas dimensões, através da qual a trinca se propaga. Para trabalhar com amostras relativamente maiores e sem o problema do armazenamento de grandes quantidades de energia na amostra e na máquina, Tschegg patenteou um método chamado "*Wedge Splitting*", que é o método da abertura da trinca empregando uma cunha, ou simplesmente "Método da Cunha". Depois disso, vários outros pesquisadores vêm contribuindo para

1222

implantação e melhoria do método que é aplicado não só para materiais cerâmicos refratários como também para concretos da construção civil <sup>(10)</sup>.

O objetivo deste trabalho foi estudar o comportamento da energia de fratura  $(\gamma_{wof})$  de um concreto refratário em função do tamanho do agregado a da temperatura de queima, utilizando o método da cunha.

#### MATERIAIS E MÉTODOS

Para obtenção das amostras foi utilizado um concreto refratário convencional aluminoso antierosivo, com dois tamanhos de agregados diferentes PAA (agregado de menor tamanho) e PAA-G (agregado de maior tamanho), fornecido pela Indústria Brasileira de Artigos Refratários, IBAR. A mistura dos concretos com 5,5 %m/m de água foi realizada em uma argamassadeira de laboratório com capacidade nominal de 5 litros, aplicando-se as seguintes etapas: 1 minuto de homogeneização a seco a 60 rpm, 2 minutos após a adição rápida da água e 1 minuto de mistura final á 120 rpm. Foram preparados corpos de prova em molde de aço inoxidável, produzindo amostras de 100 x 100 x 75 mm<sup>3</sup> para a avaliação da energia de fratura, e em forma de barras prismáticas medindo 25 x 25 x 150 mm<sup>3</sup>, para avaliação dos módulos de elasticidade e de ruptura. A moldagem por socagem foi realizada manualmente. As amostras foram desmoldadas após as primeiras 24 horas e curadas por 48 horas a partir da moldagem. A cura ocorreu em umidade relativa entre 30 e 60% e temperatura de 25°C. Após a cura os corpos de prova foram secos por 48 horas a 110°C e submetidos à queima a 650°C e 1000°C por 8 horas com taxa de aquecimento e resfriamento de 2ºC/minuto.

Para os testes de propagação estável de trinca foi utilizada uma máquina de ensaios mecânicos, servo-hidráulica, da marca M.T.S., com célula de carga de 5 kN. Os testes foram controlados pelo deslocamento do atuador, com velocidade de 30  $\mu$ m.min<sup>-1</sup>. Com os dados de deslocamento do atuador e da força instantâneos, foram elaboradas curvas P-s, semelhante à ilustrada na Figura 1. A partir dessas curvas, foi determinado o trabalho de fratura, que dividido pela área de fratura projetada multiplicada por dois, de acordo com a equação (A), fornece  $\int P_M dS$ . A integral sob a curva foi feita até o ponto em que a carga caia ao valor de 10% da

força máxima atingida no ensaio,  $P_{máx}$ . Para cada condição foram determinados, no mínimo, 5 valores de  $\gamma_{waf}$  em amostras distintas.

Para a analise microestrutural, as amostras foram lixadas, polidas, recobertas com um filme fino de ouro e observadas em microscópio LEO modelo 1450 VP, no modo de elétrons retroespalhados e utilizando EDS.

#### **RESULTADOS E DISCUSSÃO**

A Figura 2 mostra os resultados de módulo de ruptura dos dois concretos estudados, queimados nas temperaturas de 650°C e 1000°C. Como pode ser observado o concreto PAA-G apresentou o módulo de ruptura maior que o PAA nas duas temperaturas, e a diferença de temperatura não influenciou consideravelmente o seu módulo de ruptura. O concreto PAA apresentou um aumento no módulo de ruptura quando queimado na temperatura mais alta. Como a tensão de ruptura é a máxima tensão que o material é capaz de suportar antes da fratura <sup>(4)</sup> de acordo com os resultados pode-se dizer o PAA-G é capaz de suportar cargas mais altas que o PAA sem fraturar, ou seja, o aumento no tamanho do agregado aumenta a tensão máxima para a ruptura, independente da temperatura.



Figura 2. Resultados do módulo de ruptura das amostras de concreto aluminoso antierosivo tratadas a 650 e 1000°C.

A Figura 3 mostra os módulos elásticos de Young (a) e de cisalhamento (b). Como pode ser observado o concreto PPA\_G apresentou os maiores resultados nos dois módulos. O PAA apresentou um aumento nos módulos com o aumento da temperatura, já o PAA\_G apresentou uma diminuição com o aumento da temperatura, uma provável explicação para este comportamento é o fato de o agregado de maior dimensão gerar microtrincas na interface matriz/agregado, sendo este efeito mais acentuado na temperatura de 1000° C.



Figura 3. Resultados do módulo de Young (a) e do módulo de cisalhamento (b) das amostras de concreto aluminoso antierosivo tratadas a 650 e 1000°C.

A Figura 4 mostra os resultados de porosidade e absorção dos concretos. Como pode ser observado no concreto PAA\_G tanto a porosidade quando a absorção não sofreram grandes alterações com a variação de temperatura de queima. Já para o concreto PAA esta diferença foi mais perceptível. Nas duas temperaturas estudadas o concreto PAA\_G apresentou menores resultados tanto de porosidade quanto de absorção. Isso justifica os maiores módulos de ruptura e elásticos, pois a presença de poros diminui a resistência mecânica e os módulos em concordância com a literatura <sup>(10)</sup>.

A Figura 5 mostra os resultados de energia de fratura. De acordo com os resultados apresentados pode-se observar que a energia de fratura o concreto PAA-G apresentou maiores resultados em ambas as temperaturas de queima. Uma possível explicação para este fenômeno seria o fato da trinca ter um caminho maior a percorrer uma vez que a sua propagação ocorreu de forma transgranular como pode ser observado nas micrografias apresentada Figura 7 (d). Nota-se que o aumento da temperatura resultou em um aumento da energia de fratura isso pode se devido à formação de ligações cerâmicas que o ocorrem em temperatura mais

1225

elevadas, e a diminuição da porosidade que pode ser observada nos resultados da Figura 4, resultando na melhora das propriedades mecânicas do concreto como pode ser observado nas Figuras 2 e 3.

A Figura 6 mostra as imagens de microscopia eletrônica de varredura dos concretos PAA e PAA-G tratados a 650 e 1000℃. As regiões indicadas pelos números foram analisadas qualitativamente por EDS e os resultados aproximados de composição química estão listados na Tabela 1 (650℃) e Tabela 2 (1000 ℃).



Figura 4. Resultados de porosidade (a) e absorção (b) das amostras de concreto aluminoso antierosivo queimadas a 650 e 1000°C



Figura 5. Resultados de energia de fratura das amostras de concreto aluminoso antierosivo tratadas a 650 e 1000℃

Como pode ser observado não houve alterações de composição com o aumento da temperatura. Foram realizadas apenas EDS dos concretos PAA, pois este apresenta a mesma composição do PAA\_G a única diferença é o tamanho de agregado.

A Figura 7 mostra as imagens de microscopia eletrônica de varredura dos concretos PAA e PAA-G tratados a 650 e 1000℃ com maiores ampliações.



Figura 6. Microscopia eletrônica de varredura das amostras de concreto polido tratados a 650 $^{\circ}$ C, (a) PAA e (b) PAA-G e tratados a 1000 $^{\circ}$ C, (c) PAA e (d) PAA-G.

Tabela 1. Pontos indicados na Figura 6 (a) e suas respectivas composições químicas.

	Na <sub>2</sub> O	MgO	$AI_2O_3$	SiO <sub>2</sub>	$P_2O_5$	K <sub>2</sub> O	CaO	FeO
Ponto 1	0,47	1,45	82,88	13,34	0,37	0,27	0,21	1,00
Ponto 2	0,32	1,87	85,43	10,86	0,22	0,16	0,26	0,88
Ponto 3	0,33	0,02	98,89	0,20	0,43	0,04	0,10	0,03
Ponto 4	1,07	0,00	75,54	11,78	4,32	0,13	7,03	0,13

Tabela 2. Pontos indicados na Figura 6 (c) e suas respectivas composições químicas.

	Na <sub>2</sub> O	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	$P_2O_5$	K <sub>2</sub> O	CaO	FeO
Ponto 1	0,47	1,72	83,67	12,56	0,30	0,12	0,21	0,94
Ponto 2	0,39	0,05	99,05	0,20	0,21	0,00	0,04	0,13
Ponto 3	1,55	0,10	74,52	11,34	4,31	0,20	7,90	0,08
Ponto 4	0,28	0,19	96,08	1,83	0,96	0,08	0,52	0,06



Figura 7. Microscopia eletrônica de varredura das amostras de concreto polido tratados a 650°C, (a) PAA e (b) PAA-G e tratados a 1000°C, (c) PAA e (d) PAA-G.

Como pode ser observado que não houve grandes variações microestruturais com o aumento da temperatura. Os dois concretos apresentaram trincas na matriz e existe a presença de porosidade tanto na matriz quanto nos agregados. Além disso, foi possível observar que a trinca se propagada forma transgranular.

## CONCLUSÃO

Pode-se concluir que o aumento no tamanho do agregado aumenta a tensão máxima para a ruptura, independente da temperatura, o PAA apresentou um aumento nos módulos com o aumento da temperatura, já o PAA\_G apresentou uma diminuição com o aumento da temperatura, o concreto PAA\_G apresentou menores resultados tanto de porosidade quanto de absorção, PAA-G apresentou maiores resultados e energia de fratura em ambas as temperaturas de queima.

## AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer ao apoio financeiro recebido da CAPES, FAPESP processo 07/55964-3, CNPq 302387/2007-2, 135921/2008-2, 140202/2009-9 e À IBAR pela doação do concreto refratário.

# **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

1. LEE, W. E. MOORE, R. E. Evolution of in Situ Refractories in the 20th Century. **Journal American Ceramic Society**, v. 81, n.6, p. 1385–1410,1998.

2. LEE, W. E. L; VIEIRA, W.; ZHANG, S; AHARI, K. G.; SARPOOLACK, H.; PARR, C. Castable refractory concretes. **International Materials Reviews**, v.46, n.3, p 145, 2001.

3. RIBEIRO, S; VIEIRA, J. S. C.; EXPOSITO, C. C. D.; RODRIGUES, J. A. Característica do método da cunha para medida de energia de fratura de materiais cerâmicos. In: 51<u>0</u> CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, Salvador, BA, 2007. *Anais...* São Paulo, ABC, 2007, p.1-12. Ref. 7-08.

 VOGT, J. C. Estudo da influência de adições no módulo de elasticidade dinâmico, na resistência á fadiga e na tenacidade á fratura para concretos convencionais. 2006. 98p. Dissertação (Mestre em Engenharia de estruturas) Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte. 5. RODRIGUES, J. A., ORTEGA, F.S., PAIVA, A. E. M., VILLABOIM, E. L.G., PANDOLFELLI, V. C. Relação entre porosidade e os módulos elásticos de esponjas cerâmicas produzidas via "gel casting". **Cerâmica**, v.50, p. 209-216, 2004.

6. CHOU, C-C., CHENG, I-L., CHEN, K-J., KO, Y-C. Fracture energy and thermastress resistance parameter of high alumina brick. **American Ceramic Society**. v. 65 p.1042-1046, 1986.

7. NILECA, R. HARMUTH, H. Mechanical and fracture mechanical characterization of building materials used for external thermal insulation composite systems. **Cement and Concrete Researc**h, v. 35, p. 1641 – 1645,2005.

8. HARMUTH, H. Stability of crack propagation associated with fracture energy determined by wedge splitting specimen. **Theoretical and Applied Fracture Mechanics**, v. 23, p. 103-108, 1995.

9. RIBEIRO, S., SANTOS. E.M.B., GARCIA, G.C.R. RODRIGUES, J. A Energia de fratura de argamassas produzidas com o cimento portland:resultados In: 53<sup>o</sup> Congresso Brasileiro de Cerâmica, Guarujá, SP, 2009. *Anais...* São Paulo, ABC, 2009, p.1-12.

10. RIBEIRO, S., SANTOS. E.M.B., GARCIA, G.C.R. RODRIGUES, J.A. Elastic Work and Fracture Energy of Concretes made with Crushed Stones and Pebbles Aggregates. **Materials Science Fórum,** v. 636-637 p. 1215-1221, 2010.

STUDY OF BAHAVIOR OF FRACTURE ENERGY IN FUNCTION OF AGREGATE SIZE AND TEMPERATURE OF FIRING OF ANTIEROSIVE HIGH ALUMINA REFRACTORY CASTABLES

### ABSTRACT

The fracture energy is an important tool in the forecast of the resistance to the damage for thermal shock of the refractory, whose resulted serve to develop new materials as well as foreseeing the life of the commercially available. The objective of this work was to study the behavior of the fracture energy of a refractory castable in

function of the aggregate size and the temperature of firing being used the wedge splitting method. The castable with large sized aggregate presented the result of fracture energy bigger as much the 600 how much the 1000 °C. It is noticed that in the temperature of 1000 °C the fracture energy was bigger. In function of the gotten results it can be concluded that the fracture energy is influenced in such a way by the temperature of firing as for the size of the aggregate.

Key-words: refractory, castable, aggregate size, fracture energy.