AVALIAÇÃO DA ENERGIA DE FRATURA TOTAL E DO COMPORTAMENTO A PROPAGAÇÃO ESTÁVEL DA TRINCA DE UM CONCRETO REFRATÁRIO ALUMINOSO AUTOESCOANTE.

Garcia, G. C. R. [(1)], Resende, W. S. [(2)], Ribeiro, S. [(1)]
[(1)] Universidade de São Paulo (USP) - Escola de Engenharia de Lorena (EEL)
Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR) - Estrada Santa Lucrecia s/nº,
Bairro Mondezir, CEP 12600-970, CP 116, Lorena SP
[(2)] Indústrias Brasileiras de Artigos Refratários (IBAR)
girribeiro@yahoo.com.br

RESUMO

Considerando que um concreto refratário é um material de estrutura complexa e grosseira, o método da cunha é o mais indicado para a análise da energia de fratura desses materiais. O objetivo desse trabalho é iniciar um estudo experimental do comportamento da propagação de trincas em um concreto refratário autoescoante com 95 % de Alumina, moldados em molde específico, curado, seco e queimado em condições pré-determinadas. A partir do estudo das curvas carga-deslocamento e CMOD (abertura da boca da trinca) x carga, com os dados obtidos em uma máquina de ensaios universal MTS, observou-se o comportamento da energia de fratura e da abertura da boca da trinca quando foram realizados ensaios de carregamento e descarregamento específicos no mesmo corpo de prova. Viu-se que a energia de fratura desse material aumentou em 32% quando o corpo de prova era submetido a tais carregamentos pré-determinados.

Palavras-chave: concreto refratário, energia de fratura, método da cunha, curva carga-deslocamento.

INTRODUÇÃO

O concreto refratário é um material largamente empregado nas indústrias de aço, cimento e vidro, devido a sua elevada resistência a altas temperaturas, bem

como a resistência ao choque térmico. Isso só é conseguido devido às suas formulações especiais que requerem alta qualidade das matérias primas, tamanhos precisos de agregados e aditivos modificadores da matriz. Basicamente, os concretos refratários são produzidos pela mistura do cimento à base de aluminato de cálcio, CAC, agregados, matérias primas de alta área superficial, aditivos e água. Esse material pode passar pelos processos de moldagem, cura, secagem e tratamento térmico, para posterior ensaio mecânico e análises microestruturais, dentre outras [1-3].

No processo de sinterização ocorrem as transformações necessárias para que as propriedades, a composição e a microestrutura final sejam as mais ajustadas ao tipo de aplicação projetada para os produtos. A sinterização é regida via transporte de massa, podendo ocorrer via fase sólida, quando a temperatura de processamento é sempre menor que a temperatura de fusão de seus componentes, ou líquida, quando algum componente ou produto de reação é líquido na temperatura de sinterização [4].

Os concretos autoescoantes são aqueles com capacidade de fluir sem esforços externos e foram desenvolvidos para resolver o problema de acomodação no interior de moldes complexos, isto é, substituem com grande vantagem os concretos convencionais. Um concreto é considerado autoescoante quando sua fluidez está na faixa de 80 a 120% [5].

A resistência à propagação de uma trinca pode ser avaliada pela sua energia de fratura que permite fazer previsões sobre a resistência ao dano por choque térmico de materiais refratários. A energia de fratura tem sido utilizada com grande sucesso para descrever a fratura dos refratários formados e concretos de maneira geral [6,7]. Ela (γ_{wof}) 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 consumo de energia. A energia de fratura total pode ser determinada a partir da curva carga-deslocamento resultante de um ensaio de propagação estável de trinca, e da seguinte equação:

$$\gamma_{WOF} = \frac{1}{2A}\int_{s=0}^{s_{máx.}} F_V\, ds \qquad \text{(A)}$$

em que A é a área geométrica da superfície de fraturada, F_V é a carga vertical

aplicada pela máquina de ensaios e *s* é o deslocamento do atuador da máquina [8-10].

O valor da integral $\int F_V ds$ é determinado pela área sob a curva carga-deslocamento, que é obtida a partir da carga indicada pela máquina de ensaios e pelo deslocamento vertical do atuador da referida máquina. Para executar essa medida o método mais importante é o método da cunha em que são usadas amostras de tamanhos suficientes para que a propagação seja estável. A Figura 1 ilustra o conjunto corpo de prova e dispositivo para execução desse teste [12,13].

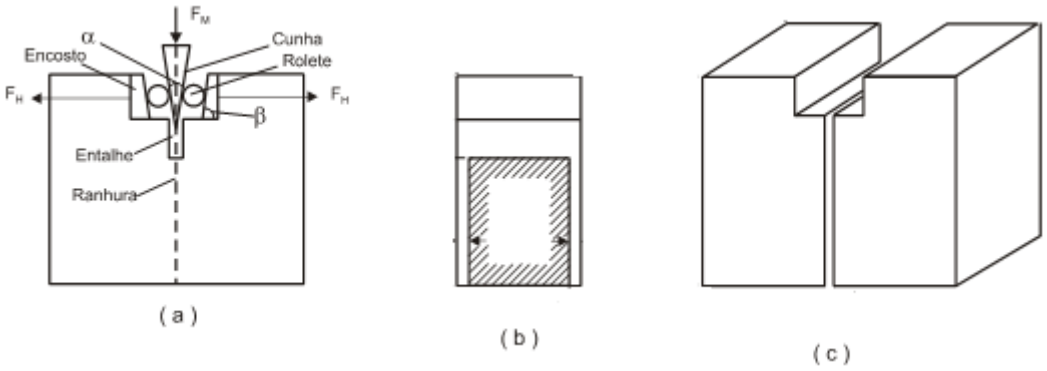

Figura 1 - (a) Arranjo esquemático do método da cunha. α e β são, respectivamente, os ângulo da cunha e dos encostos [13], (b) secção transversal da amostra passando pelo entalhe e ranhuras laterais e (c) geometria da amostra (mm) [12].

A Figura 2 ilustra um esquema da zona de processo total ao redor da trinca, tanto à frente como atrás da ponta da trinca em avanço no material [6]. Nessa figura são destacadas as regiões de:

1) Microtrincamento na ponta da trinca, que é responsável pelo comportamento não-linear de fratura.

2) Coalescimento de microtrincas e formação de trincas maiores que propagam.

3) Pontes de agregado consistem ao ancoramento por agregados da separação das superfícies da trinca, que continua engastado no refratário.

4) Destacamento ou rompimento do agregado da matriz com consumo de energia.

5) Quando a composição do material for propensa há geração de fase amorfa e a temperatura estiver acima da temperatura de transição de fase vítrea e se esta

ainda estiver com alta viscosidade, a abertura da trinca é dificultada. Isso só ocorre em faixas de temperaturas específicas.

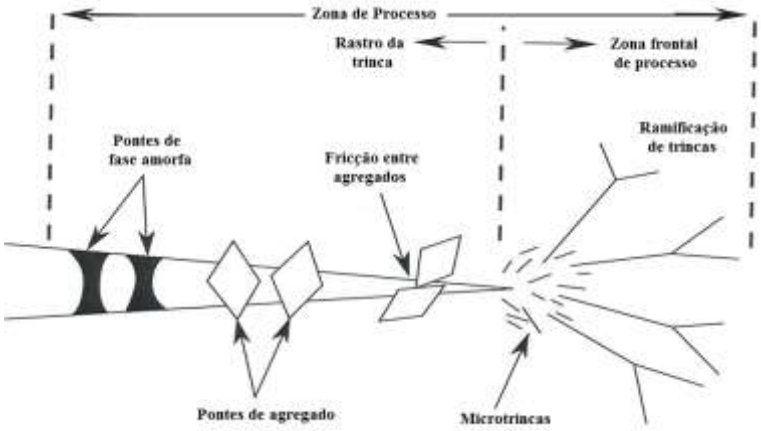

Figura 2 - Esquema da zona de processo de trinca para materiais refratários [6].

A propagação de trincas em materiais não tão frágeis, os chamados quase-frágeis, em que a mecânica da fratura linear elástica não pode ser aplicada sem correções como no caso de materiais puramente elásticos, é um assunto que vem sendo discutido há muito tempo, como pode ser visto pela breve revisão bibliográfica [6,14]. O comportamento das regiões à frente da ponta da trinca e atrás da ponta da trinca sempre foi muito discutido, pois era prevista uma zona de processo em que vários mecanismos podiam estar presentes, como exemplos podem ser citados o microtrincamento e transformações de fases que absorviam energia da ponta da trinca aumentando a resistência à propagação da trinca principal. Isso é mostrado na literatura tanto em trabalhos experimentais quanto em simulações utilizando métodos de elementos finitos [7,14,15].

A lacuna existente nesse estudo é realmente a avaliação da propagação e do caminho percorrido pela trinca, inclusive usando amostras que pode apresentar dimensões inferiores ao tamanho da trinca, por exemplo, toda a dimensão da amostra já foi percorrida pela trinca propagante, mas a mesma permanece intacta, podendo levar a erros na interpretação de resultados.

Nesse sentido, o objetivo desse trabalho é dar início ao estudo experimental do comportamento da propagação de trincas em materiais da classe de refratários, a partir do estudo das curvas carga-deslocamento e CMOD-carga, bem como explorá-las para que no estudo continuado deste trabalho, análises visuais sejam realizadas

concomitantemente ao ensaio.

MATERIAIS E MÉTODOS

O material estudado foi um concreto refratário aluminoso, autoescoante, com tamanho máximo de grão de 8 mm, fornecido pela Indústria Brasileira de Artigos Refratários (IBAR), cuja composição química, por fluorescência de raios X, é mostrada na Tabela 1.

Tabela 1: Análise química do concreto refratário.

Composto	Al_2O_3	Fe_2O_3	CaO	SiO_2
% Nominal	95,0	0,3	2,0	3,5

Procedimento experimental

O concreto refratário foi pesado e colocado em uma argamassadeira planetária de laboratório, na qual o mesmo foi homogeneizado a seco para posterior adição de água. A quantidade de água indicada pelo fabricante foi de 6% m/m. A mistura foi vertida em um molde de aço inoxidável com entalhe e ranhuras próprios para a moldagem de corpos de prova utilizados no método da cunha com medidas de 100 mm x 100 mm x 75 mm, conforme Figura 1 [(12)].

Após moldagem os corpos de prova foram curados em atmosfera saturada de vapor de água, por 24 horas e, após desmoldadas mais 24 horas, totalizando 48 horas de cura a 25ºC. A secagem foi por 24 horas a 110^{o}C em estufa. Os corpos de prova foram queimados a 1000ºC por 5 horas, com taxas de aquecimento e resfriamento do forno de 2°C por minuto. Após queima, os corpos de prova, tiveram a superfície livre de moldagem retificada, a fim de que as mesmas tivessem um perfeito alinhamento na máquina de ensaios mecânicos.

Os testes de propagação estável da trinca pelo método da cunha foram realizados em uma máquina de ensaios universal, MTS, modelo 810M, por meio do estudo das curvas carga x deslocamento e carga x abertura da boca de trinca, utilizando um extensometro. As taxas de carregamento e descarregamento para os ensaios com interrupções nos ciclos, foram de, respectivamente, 0,03 e 0,06 N/s.

RESULTADOS

Após ensaio de cinco corpos de prova foi possível obter o trabalho de fratura, a área fraturada e posterior cálculo da energia de fratura média para o material estudado. A Figura 3 mostra uma curva típica obtida no ensaio de um dos corpos de prova (BR_01_04), em que a condição de propagação estável da trinca é obedecida. Os resultados médios de trabalho e energia de fratura foram de 650 ± 30 N.mm e de 92 ± 6 J/m², respectivamente.

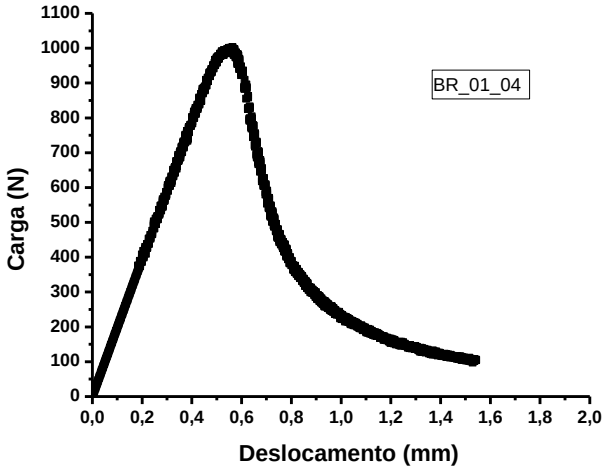

Figura 3 - Curva carga x deslocamento típica do corpo de prova do concreto queimado a 1000ºC, obtida no ensaio de propagação estável da trinca pelo método da cunha.

De posse do conhecimento do comportamento desse material, ou seja, tendo definido o valor médio da carga máxima, foram determinados ciclos de carregamentos com interrupções determinadas tanto na parte elástica quanto na não elástica. As taxas de carregamento ocorreram com velocidade de 0,03 mm/min e descarregamento com velocidade de 0,06 mm/s. As interrupções de carregamento ocorreram em 300 N, 600 N, 900 N, na carga máxima, e depois sempre em 90% da carga máxima de cada novo carregamento para o mesmo corpo de prova (BR_01_15). Foram 17 ciclos de carregamento no total, descriminados na legenda dos gráficos para melhor entendimento.

A Figura 4 mostra a curva carga-deslocamento com as interrupções descritas anteriormente. Pode-se observar que no início há uma certa acomodação do dispositivo e que conforme os carregamentos ocorrem, a inclinação da região

elástica muda, levando-nos a acreditar numa determinada perda de rigidez do material, uma vez que ligações são rompidas no decorrer da propagação da trinca. Calculando as integrais abaixo de cada curva obtida em cada carregamento e fazendo o somatório, é encontrado o valor de 932 N.mm para o trabalho de fratura total e de 123 J/m² para a energia de fratura.

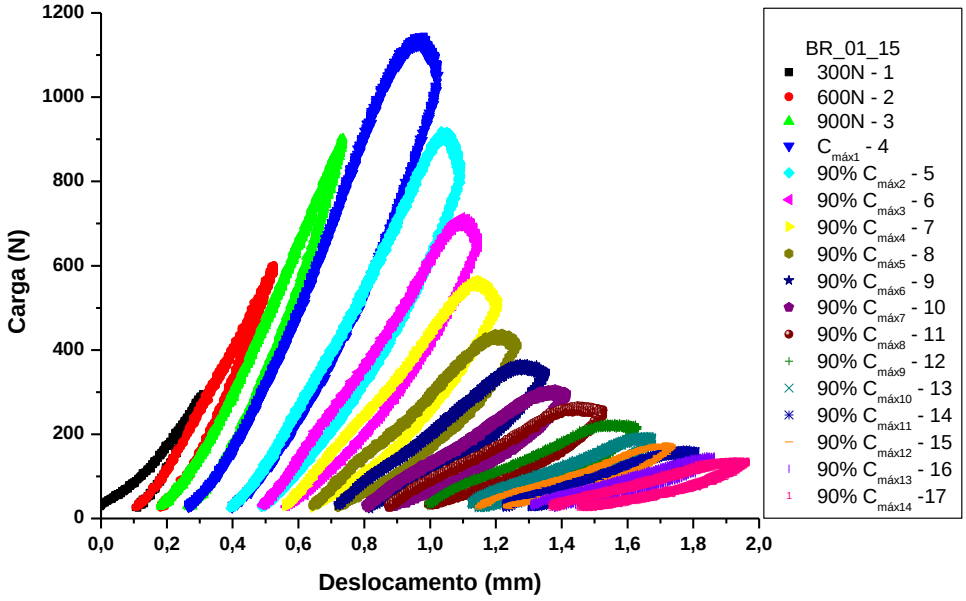

Figura 4 - Curva carga x deslocamento do concreto queimado a 1000ºC, obtida no ensaio de propagação estável da trinca pelo método da cunha, com ciclos de carregamentos distintos no mesmo corpo de prova.

A Figura 5 mostra a curva CMOD-deslocamento, em que é observada a abertura da boca da trinca (CMOD) em função dos ciclos de carregamentos. Observa-se que as curvas dos ciclos de 1 a 3, ou seja, no regime elástico, não apresentam histerese, uma vez que não há incremento significativo de abertura da boca da trinca, mostrando que ainda não havia ocorrido iniciação da propagação da trinca, existe uma linearidade nas curvas que representam o regime elástico. Conforme foram ocorrendo os carregamentos, a partir do ciclo 4, nota-se incrementos de abertura da boca da trinca, e que esse incremento tende a aumentar com o decorrer dos ciclos.

A Figura 6 mostra a curva carga-deslocamento feita a partir da união dos intervalos específicos obtidos pelos carregamentos (Figura 4), a fim de que uma curva aproximada fosse obtida para o cálculo do trabalho de fratura e posterior energia de fratura. Os resultados obtidos de trabalho e energia de fratura foram

respectivamente, 887 N.mm e 117 J/m². Pelos resultados de trabalho e energia de fratura do corpo de prova ensaido até 10% da carga máxima (Figura 3), e da que foi submetida aos carregamentos distintos, pode-se afirmar que as duas grandezas aumentam em torno de 30% para as amostras carregadas. Conforme a trinca aumentou, mais energia foi necessária para propagá-la. Uma maior discussão será feita adiante.

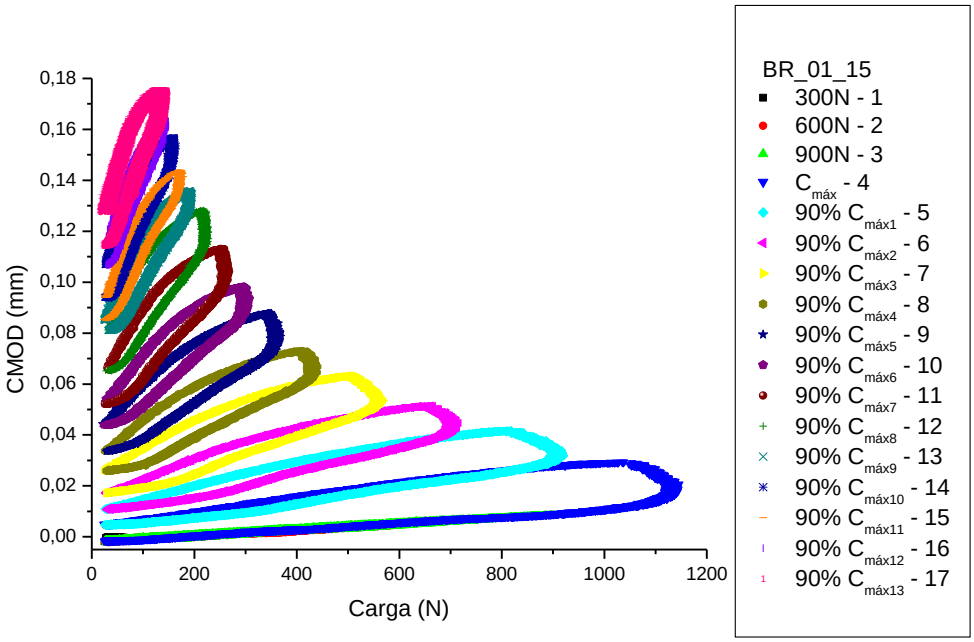

Figura 5 - Curva carga x CMOD do concreto queimado a 1000ºC, obtida no ensaio de propagação estável da trinca pelo método da cunha, com ciclos de carregamentos distintos no mesmo corpo de prova.

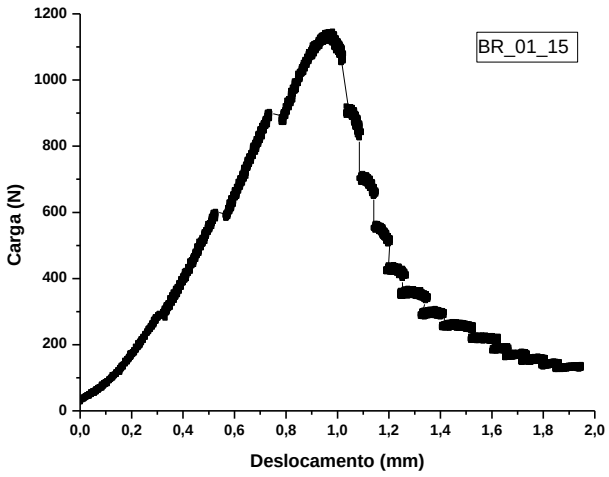

Figura 6 - Curva carga-deslocamento a partir da união dos intervalos obtidos por carregamentos distintos.

A Figura 7 mostra o gráfico da porcentagem de abertura da boca da trinca (CMOD) e a porcentagem do trabalho de fratura para cada ciclo de carregamento. Observa-se que o trabalho de fratura aumenta até ser atingido o ciclo de carga máxima (4). A partir deste, o trabalho de fratura começa a cair para cada ciclo, mostrando que conforme a trinca avança, menos energia é necessária para propagar a mesma. A partir do 13º ciclo o trabalho torna-se praticamente constante.

Para a abertura da boca da trinca, nota-se que a mesma também aumenta consideravelmente no ciclo de carga máxima (ciclo 4), porém apresenta o mesmo comportamento nos próximos dois ciclos seguintes com a mesma porcentagem de abertura de carregamento que o ciclo 4. Depois tende a uma oscilação de crescimento e decaimento. Logo após os carregamentos que ultrapassam a carga máxima, ou seja, atingem a região não linear, a trinca já percorreu quase que toda a amostra, sendo assim a zona de processo vai diminuindo e a energia disponível é gasta na abertura da boca da trinca e não no seu crescimento.

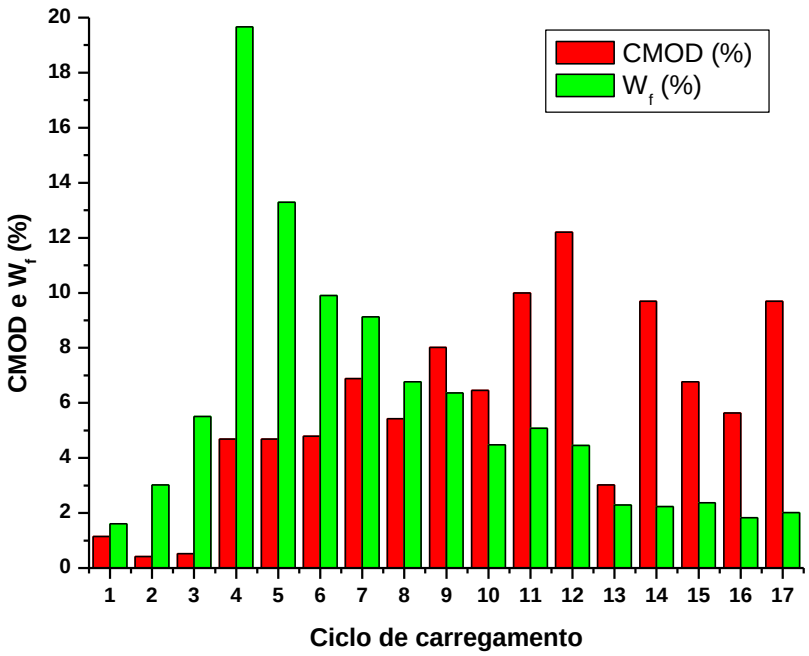

Figura 7 - Gráfico da porcentagem da abertura da boca da trinca (CMOD) e do trabalho de fratura para cada ciclo de carregamento.

A Figura 8 mostra o gráfico da porcentagem acumulada da abertura da boca da trinca (CMOD) e do trabalho de fratura em função de cada ciclo de carregamento. Nota-se que existe uma acomodação da abertura da boca da trinca no regime elástico (3 primeiros ciclos de carregamentos) com pequeno acréscimo. A partir

desse estágio, ela apresenta uma taxa crescente de abertura da boca da trinca em função dos ciclos de carregamento. Esse crescimento é menor porcentagem que o crescimento do trabalho de fratura, que tem um salto nos primeiros ciclos, mas depois tende a um atenuamento, sendo que sua taxa de crescimento é decrescente.

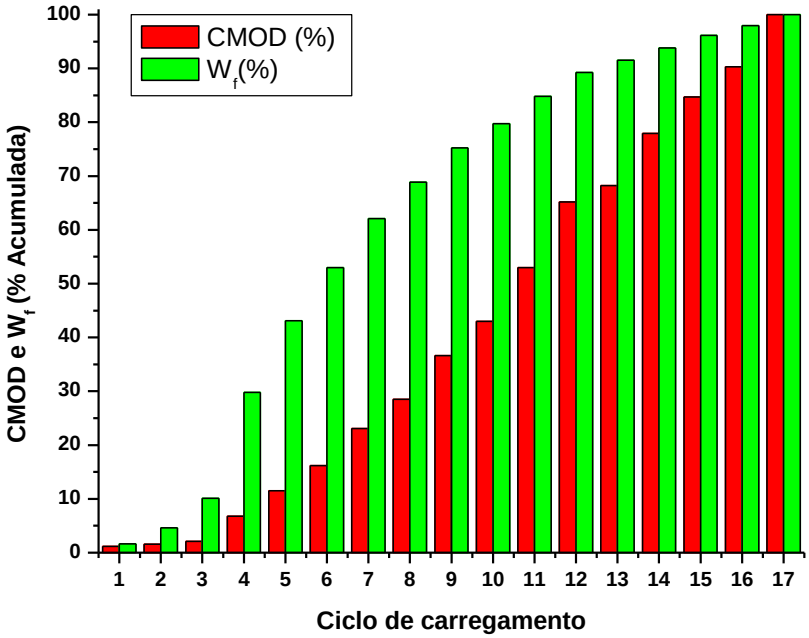

Figura 8 - Gráfico da porcentagem acumulada da abertura da boca da trinca (CMOD) e do trabalho de fratura em função de cada ciclo de carregamento.

Essa foi a primeira etapa de um estudo de propagação de trincas em refratários de alta alumina. Posteriormente, serão combinadas análises microestruturais das regiões de propagação da trinca com o estudo comportamental e matemático das curvas carga-deslocamento e CMOD-carga a fim de que se possa correlacionar diretamente o comportamento de propagação da trinca pela análise dessas curvas.

CONCLUSÕES

O módulo elástico diminui com os carregamentos, a partir da observação da inclinação da região elástica das curvas carga-deslocamento.

A abertura da boca de trinca (CMOD) aumenta com os ciclos de carregamento após ser atingida a carga máxima do material, ou seja, na região não linear.

À medida que a trinca aumenta, diminui a energia necessária para propagar a trinca.

A partir da interrupção em pontos estratégicos no teste de propagação estável de trinca, consegue-se obter dados significativos para avaliação do comportamento da propagação de trincas nos corpos de prova, sendo pela curva carga x deslocamento ou pela curva CMOD x carga.

AGRADECIMENTOS

Às Indústrias Brasileiras de Artigos Refratários, IBAR, pelo material fornecido; ao CNPq pela bolsa de Produtividade em Pesquisa, processo304760/2010-2, a CAPES, pela bolsa de Doutorado, processo 33002088001-P4 e a FAPESP, processo 07/55964-3.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. LEE,W. E.; VIEIRA, W.; ZHANG, S.; AHARI, K. G.; SARPOOLAKY,H.; PARR, C. **International Materials Reviews**, v. 46, nº.3, p. 145, 2001.
2. HARMUTH, H.; RIEDER, K.; KROBATH, M.; TSCHEGG, E. **Materials Science Engineering A**, v. 214, p.53-61, 1996.
3. BOCCACCINI, D. N.; CANNIO, M.; VOLKOV-HUSOVIAE, T. D.; DLOUHY, I.; ROMAGNOLI, M.; VERONESI, P.; LEONELLI, C. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 28, p.1941-1951, 2008.
4. FONSECA, A. T. **Tecnologia do Processamento Cerâmico**. Lisboa: Universidade Aberta, 2000, P. 489-495.
5. OTROJ, S.; SAGAEIAN, A.; DAGHIGHI, A.; NEMATI, Z. A. **Ceramics International**, v. 36, p. 1411-1416, 2010.
6. CUNHA-DUNCAN, F. N.; BRADT, R. C. **Cerâmica**, v.49, p.199-215, 2003.
7. HARMUTH, H.; BRADT, R. C. **Interceram, Special Edition**, 5p. 2010.
8. HARMUTH, H.; RIEDER, K.; KROBATH, M.; TSCHEGG, E. **Mat. Sci. Eng. A,** 214 (1996) 53.
9. HARMUTH, H. **Theorical and Applied. Fracture Mechanics**, v.23 (1), p.103-108, 1995.
10. HARMUTH, H.; MANHART, C. **Key Engineering Materials**, v.409 (2009), p.209.
11. RIBEIRO, S.; RODRIGUES, J. A, **Ceramics International**, v.36, p.263-274, 2010.

12. ALAPIN, B.; OLLIG, M.; PÖTSCHKE, J., **Proceedings Inter. Coll. Refr. Eurogress Aachen**. p.107-112.
13. KARIHALOO, B. L.; ABDALLA, H. M.; XIAO, Q. Z., **Cement and Concrete Research**, v.36, p.171, 2006.
14. SAKAI, M., BRADT, R. C., **Int. Mat. Reviews**, v.38, n.2, p.53-78, 1993.
15. HU, X.; DUAN, K., **Cement and Concrete Research**, v.34, p.1321-1330, 2004.

AVALIATION OF THE WORK OF FRACTURE TOTAL AND OF THE CRACK PROPAGATION BEHAVIOUR IN THE ALUMINOUS SELF-FLOW CASTABLE

ABSTRACT

Considering that one castable is a material with complex and coarse structure, the wedge splitting method is the most suitable for the analysis of the fracture energy of these materials. The aim of this paper is to start an experimental study of the behavior of crack propagation in a self-flow castable with 95% Alumina in its composition. The castable is molded into specific mold, cured, dried and fired in predetermined conditions. From the study of the load-displacement curves and CMOD (crack mouth opening displacement) x load, with data obtained in a universal testing machine MTS, we observed the behavior of the fracture energy and crack mouth opening when tests were performed with specific loading and unloading in the same specimen. It was seen that the fracture energy of the material increased by 32% when the specimen was subjected to such shipments predetermined.

Key-words: castable, fracture energy, crack propagation, wedge splitting method.