

## ESTUDO EXPERIMENTAL DA RIGIDEZ DE UM CONCRETO REFRAATÁRIO QUEIMADO A 1000°C SUBMETIDO AO DANO MECÂNICO PROGRESSIVO

K. R. Silva, R. P. L. Mota, G. C. Ribeiro, S. Ribeiro  
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  
[karinaruizsilva@gmail.com](mailto:karinaruizsilva@gmail.com)

### RESUMO

*No atual estudo utilizou-se um concreto refratário com agregados de andaluzita sinterizado a 1000°C. O principal objetivo foi o de se encontrar uma correlação entre o dano ocasionado pela ciclagem de choque térmico e o dano ocasionado pelos ciclos de carregamento/descarregamento mecânico, por meio da análise do comportamento do Módulo de Young nas duas situações distintas. Foram utilizados resultados de um trabalho sobre resistência ao dano por choque térmico e resultados obtidos a partir da realização de ensaios que consistiam em sucessivos ciclos de carregamentos/descarregamentos em um mesmo corpo de prova. Nos dois casos verificou-se o mesmo comportamento, correspondente ao decaimento da rigidez do material ao longo dos sucessivos ciclos, ou seja, decaimento do Módulo de Young.*

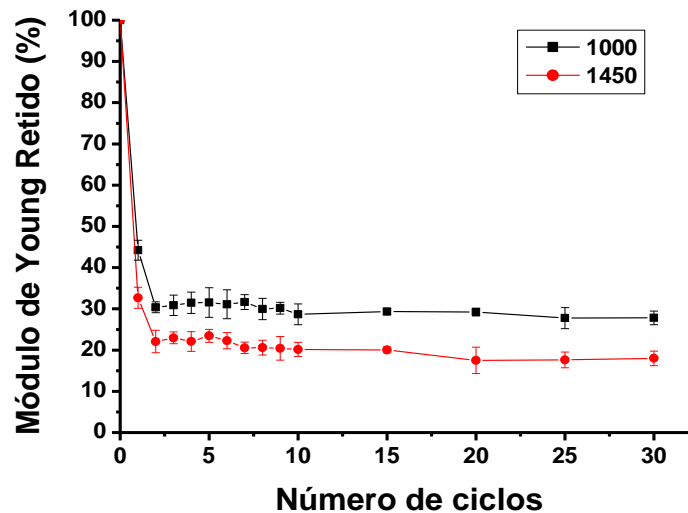
Palavras chave: concreto refratário, dano progressivo, módulo de Young.

## INTRODUÇÃO

Refratários são materiais cerâmicos com estrutura complexa, que de um modo geral possuem duas partes. Uma proveniente das matérias primas com granulometria mais fina chamada de matriz, e outra mais grossa, formada por agregados <sup>(1,2)</sup>. As quantidades e as composições químicas e mineralógicas das matérias-primas que constituem as partes de um refratário são fundamentais para produzir as propriedades desejadas para esses materiais. Os materiais refratários que contêm andaluzita na sua formulação inicial são de grande importância, sendo largamente empregados em vários segmentos da indústria, pois apresentam elevada resistência à deformação e baixa condutividade térmica <sup>(3-5)</sup>.

O conhecimento da resistência ao dano por choque térmico é uma importante característica na determinação do desempenho de refratários em muitas aplicações, tais como no revestimento de reatores para indústria química e petroquímica, indústrias siderúrgicas, cimento e vidros <sup>(6,7)</sup>. A resistência ao dano por choque térmico é medida em termos do número de ciclos que o refratário pode suportar quando submetido a mudanças de temperatura e depende da densidade e das propriedades elásticas do material <sup>(7,8)</sup>. Na literatura, é mostrado que refratários submetidos a ciclos de choque térmico têm seus módulos elásticos (módulo de Young e cisalhamento) diminuídos a cada ciclo e que nos primeiros ciclos essa diminuição é mais acentuada <sup>(7,9,10)</sup>. Esse comportamento pode ser verificado na Figura 1, que mostra a variação do módulo de Young retido em função de ciclos sucessivos de choque térmico para concretos com agregados de andaluzita, sendo um deles sinterizado a 1000°C e o outro a 1450°C. Conforme são realizados os ciclos, o decaimento da resistência ao dano por choque térmico tende a um atenuamento, uma vez que as trincas crescem, tornando-se mais resistentes à propagação das mesmas <sup>(11)</sup>.

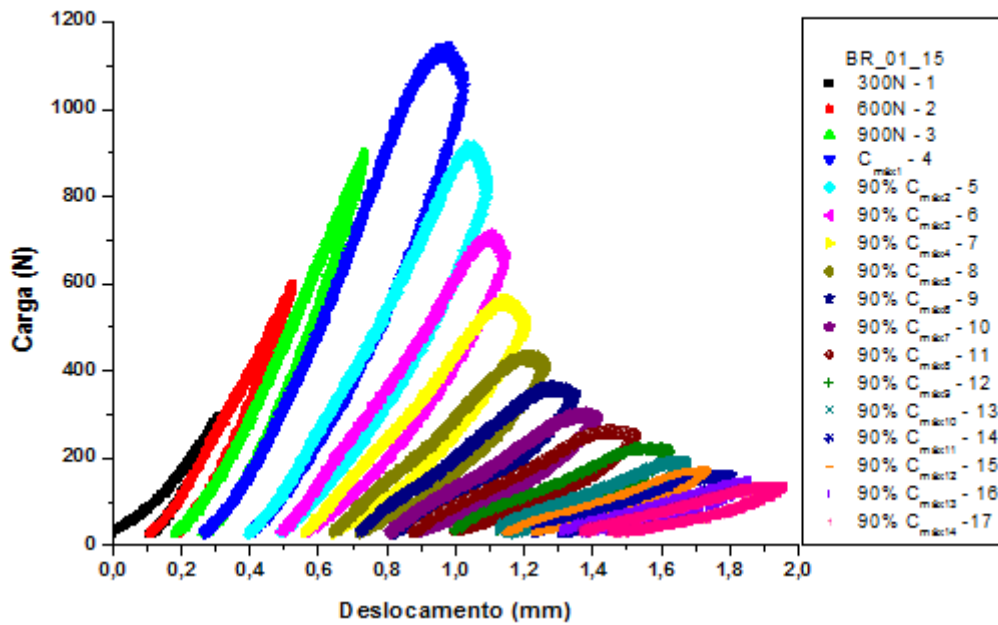
O módulo de Young é um parâmetro mecânico que proporciona a medida de rigidez de um material sólido, e pode ser determinado por métodos estáticos, que consistem em solicitar mecanicamente um corpo por meio de aplicação de carga, com baixas velocidades, gerando assim um diagrama de tensão-deformação ou carga-deslocamento <sup>(12,13)</sup>. A partir da análise da inclinação dessas curvas pode-se avaliar o comportamento do módulo de Young <sup>(14)</sup>.



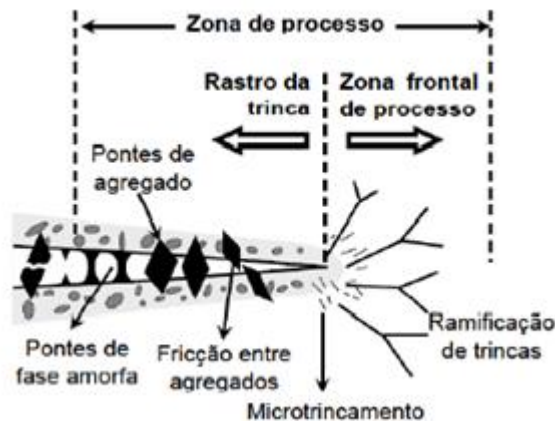
**Figura 1** - Variação do módulo de Young retido em função do número de ciclos de choque térmico realizado por ciclagem com  $\Delta T=1000^{\circ}\text{C}$  para o concreto com agregados de andaluzita sinterizado a  $1000^{\circ}\text{C}$  e  $1450^{\circ}\text{C}$  <sup>(11)</sup>.

Estudos recentes realizados no DEMAR/EEL/USP com um concreto refratário aluminoso autoescoante, mostraram que a partir da interrupção em pontos específicos no teste de propagação estável de trinca, consegue-se obter dados significativos para avaliação do comportamento da propagação de trincas nos corpos de prova <sup>(15)</sup>. Observa-se na Figura. 2 que os três primeiros ciclos foram realizados na região elástica. O quarto ciclo foi interrompido após ser atingida a carga máxima suportada pelo material e tendo decaído 10%. Em cada um dos ciclos seguintes, uma nova carga máxima foi atingida, e o carregamento interrompido quando a mesma decaísse 10%. A partir da observação da inclinação das curvas carga-deslocamento, pode-se ver que o módulo de Young diminui com os carregamentos. Essa metodologia adotada permite verificar o dano provocado a cada ciclo <sup>(15)</sup>.

O comportamento de fratura do concreto é grandemente influenciado pela sua zona de processo, existindo uma tensão coesiva que atua nas faces da trinca, tendendo a estreitá-la <sup>(16)</sup>. Elementos estruturais do refratário, como, por exemplo, os agregados, são capazes de interagir através das superfícies recém-formadas de trinca <sup>(17)</sup>. A Figura 3 ilustra um esquema da zona de processo total ao redor de uma trinca <sup>(16)</sup>.



**Figura 2** – Curvas carga-deslocamento de um concreto refratário aluminoso autoescoante, queimado a 1000°C, obtidas no ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha, com carregamentos/descarregamentos sucessivos no mesmo corpo de prova <sup>(15)</sup>.



**Figura 3** – Ilustração esquemática da zona de processo de uma trinca para materiais refratários <sup>(16)</sup>.

## MATERIAIS E MÉTODOS

O material estudado foi um concreto refratário com agregados de andaluzita fornecido pela Indústria Brasileira de Artigos Refratários (IBAR).

A Tabela 1 mostra a análise química do concreto Andicast, em estudo, fornecida pela IBAR.

**Tabela 1** - Análise química do Andicast.

<b>Composto</b>	<b>% Nominal</b>
SiO <sub>2</sub>	35,0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	62,0
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5
CaO	1,2

### Procedimento experimental

No concreto, fornecido já pré-misturado, foi adicionado 5,5% de água, e a mistura foi realizada em uma argamassadeira de laboratório com capacidade nominal de 5 litros, na qual houve a homogeneização a seco por três minutos e a úmido por um minuto a 60 rpm, e permanecendo por mais dois minutos a 120 rpm. A mistura foi então colocada em um molde de aço inoxidável e posteriormente o conjunto foi levado até a mesa vibratória para melhor acomodação da massa no molde e liberação do ar aprisionado no interior da amostra.

Visando o ensaio pelo método da cunha, as amostras foram moldadas em moldes especiais de aço contendo lâminas para produção de corpos de prova já entalhados e ranhurados.

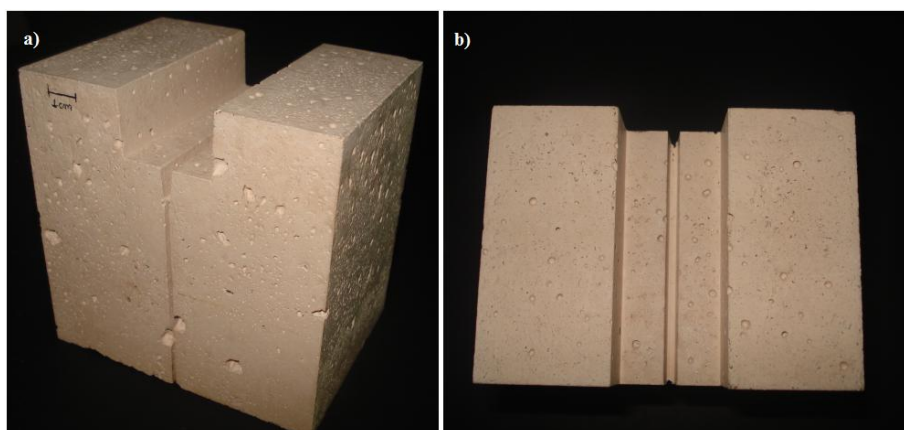
Os corpos de prova, ainda no molde, foram curados por 24 horas em atmosfera e temperatura ambiente e então desmoldados, permanecendo mais 24 horas na cura. Após esse período de 48 horas, os mesmos foram secos em estufa com tiragem mecânica de ar, a 110°C, por 24 horas.

Posteriormente, todos os corpos de prova foram sinterizados a 1000°C por 5 horas ao ar, com taxas de aquecimento e resfriamento do forno de 2°C por minuto.

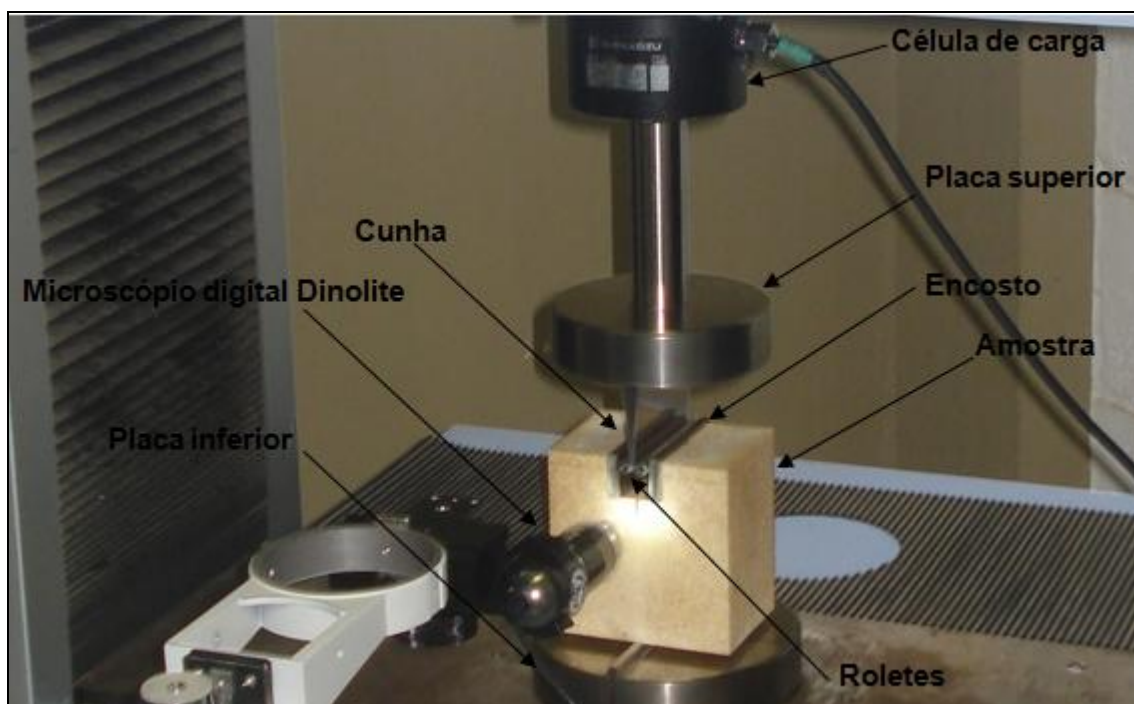
Após sinterização, os corpos de prova foram retificados para preparação das bases dos mesmos, a fim de que fosse permitido um perfeito alinhamento na máquina de ensaios para os testes de propagação de trinca. Na Figura 4 tem-se um corpo de prova pronto.

Com os corpos de prova preparados foram realizados os testes de propagação estável de trinca pelo método da cunha, utilizando uma máquina de ensaios mecânicos Shimadzu-Autograph AG-X, com uma célula de carga de 5kN, com

velocidade de deslocamento do atuador de 0,03 mm/s. Na Figura 5 é possível observar o sistema todo montado.



**Figura 4** – Corpo de prova pronto para ser ensaiado **a)** vista frontal; **b)** vista superior.



**Figura 5** – Conjunto composto pela amostra e os acessórios necessários para a realização do teste de propagação estável de trincas.

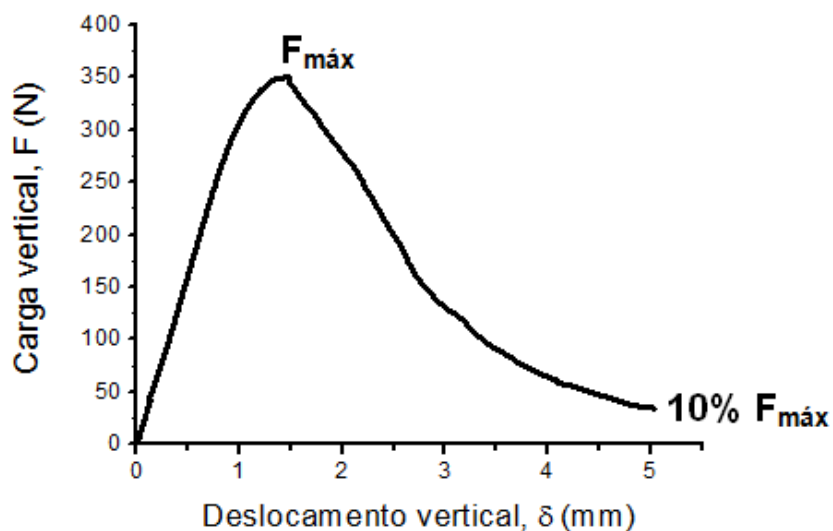
Primeiramente, houve a realização de um ensaio de carregamento mecânico monotônico com o objetivo de verificar o comportamento global do corpo de prova desde o início do carregamento até o final (decaimento até 10% da carga máxima).

Posteriormente, foi realizado um ensaio com sucessivos ciclos de carregamento/descarregamento em um mesmo corpo de prova, de forma que à medida que o número de ciclos aumentava, a trinca se propagava. Em cada carregamento foi atingida a tensão máxima suportada pelo material no referido estágio de fratura. A partir dessa carga máxima foi calculada noventa por cento da mesma para interrupção do carregamento. De maneira análoga ao estudo citado (Figura 2), os resultados gerados neste item foram utilizados para construção de curvas carga-deslocamento.

Para complementar o estudo, análises por microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizadas com o objetivo de caracterizar a microestrutura do concreto estudado, como distribuição dos agregados, interface agregado/matriz, entre outros aspectos.

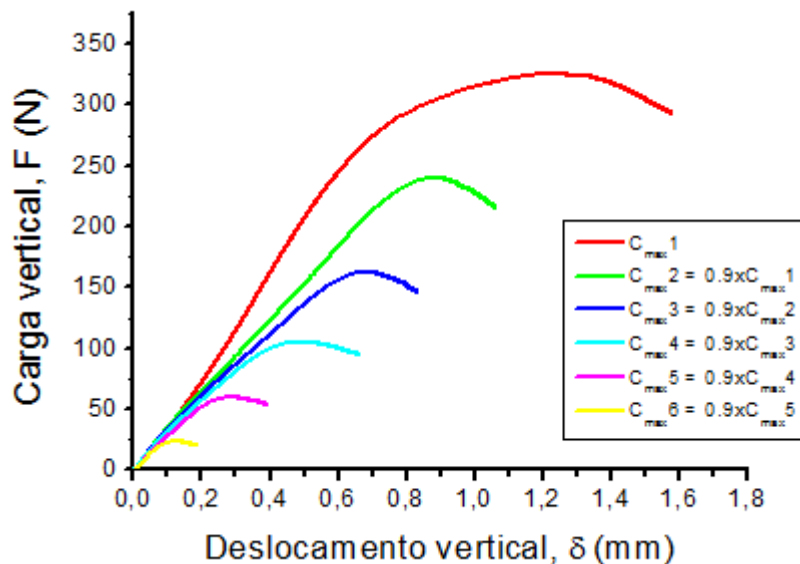
## RESULTADOS

O primeiro teste pelo método da cunha consistiu na realização de um ensaio de carregamento mecânico monotônico, terminando quando o decaimento da carga atingiu 10% da carga máxima suportada pelo material. Os dados produzidos pela máquina de ensaios permitiram a construção da curva carga-deslocamento, conforme Figura 6:



**Figura 6** – Curva carga-deslocamento.

O segundo ensaio consistiu na realização de sucessivos ciclos de carregamento/descarregamento em um mesmo corpo de prova, de forma que à medida que o número de ciclos aumentava, a trinca se propagava. Os dados produzidos pela máquina de ensaios permitiram a construção das curvas carga-deslocamento, conforme Figura 7.



**Figura 7** – Ciclos sucessivos de carregamento/descarregamento.

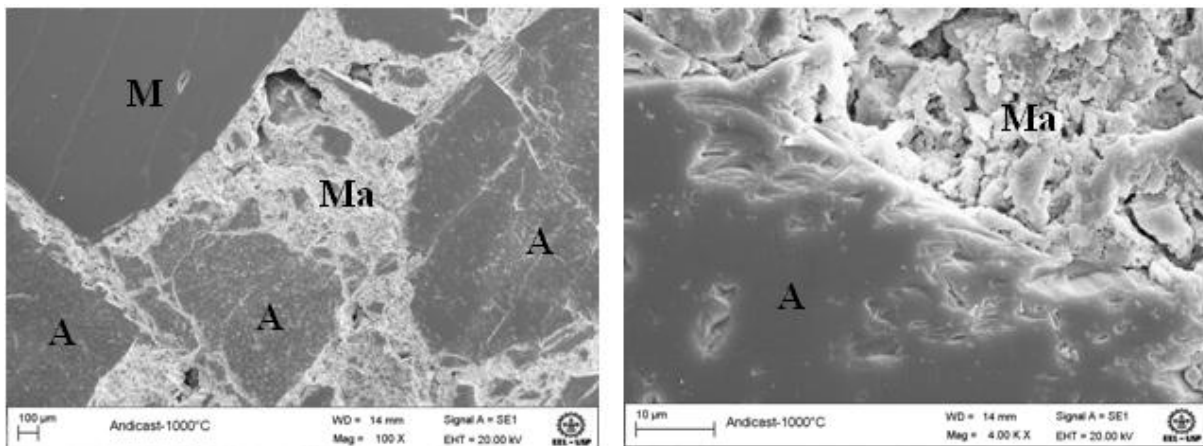
A partir da análise da Figura 7, pode-se perceber que no primeiro ciclo foi atingida a carga máxima suportada pelo material,  $C_{máx1}$ . O primeiro ciclo terminou quando a  $C_{máx1}$  decaiu 10%, interrompendo-se o ensaio e fazendo o descarregando da máquina. Então, deu-se início ao segundo ciclo, no qual uma segunda carga máxima foi atingida ( $C_{máx2}$ ) e assim sucessivamente. Os ciclos seguintes foram realizados com a mesma metodologia, a qual permite verificar o dano provocado a cada ciclo <sup>(15)</sup>.

Com base nos pontos já discutidos na introdução e analisando a Figura 7, pode-se perceber que a curva referente ao primeiro ciclo é a que possui o maior coeficiente angular, portanto, a maior inclinação. É a partir de  $C_{máx1}$  que a trinca abre e começa a se propagar pelo entalhe. Nos ciclos seguintes, as cargas máximas necessárias ao crescimento da trinca vão se tornando menores e suas respectivas curvas apresentam menores inclinações, o que indica uma diminuição na rigidez do material, ou seja, uma queda do módulo de Young a cada ciclo, até que a trinca se propague por todo o material. A grande diferença entre as inclinações da primeira e



da segunda curva evidenciam a grande perda de rigidez que o material sofre do primeiro para o segundo ciclo. Ao longo dos próximos ciclos, essa diferença entre as inclinações vai se tornando mais suave, indicando estabilização.

Em se tratando da análise microestrutural, a Figura 8 apresenta imagens obtidas por MEV (microscopia eletrônica de varredura) no modo elétrons secundários, da microestrutura do concreto refratário com agregados de andaluzita sinterizado a 1000°C/5h. A partir de dados encontrados na literatura <sup>(11)</sup> foi possível a identificação das fases em cada imagem. Nos agregados de andaluzita verifica-se a presença de microtrincas enquanto que, os agregados de mulita apresentam uma estrutura mais lisa e homogênea.



**Figura 8** – Imagens obtidas por MEV do concreto refratário com agregados de andaluzita sinterizado a 1000°C.

## CONCLUSÕES

No atual estudo, verificou-se uma variação na inclinação das curvas carga/deslocamento, que corresponde ao decaimento do módulo de Young ao longo dos sucessivos ciclos de carregamento/descarregamento, ou seja, diminuição da rigidez do material. Nos primeiros ciclos de carregamento/descarregamento, verificou-se maior variação do módulo de Young, sendo que, no decorrer dos ciclos, essa variação tornou-se mais suave.

Portanto, pode-se chegar à conclusão de que tanto no dano provocado pela ciclagem térmica quanto no dano provocado pelos ciclos de carregamentos/descarregamentos mecânicos, o Módulo de Young sofreu uma diminuição mais brusca nos primeiros ciclos, mas posteriormente tendeu a

estabilizar-se. Isto significa que, uma vez que as trincas cresceram, foram se tornando mais resistentes à propagação das mesmas.

## **AGRADECIMENTOS**

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico Tecnológico (CNPq) pela bolsa de Iniciação Científica; ao Departamento de Engenharia de Materiais da EEL/USP; à FAPESP, processo 2007/55964-3; ao CNPq, processo 304.706/2010-2; e ao orientador Sebastião Ribeiro pela oportunidade de desenvolver esse projeto de iniciação científica no Grupo de Materiais Cerâmicos.

## **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

1. LEE, W. E.; VIEIRA, W.; ZHANG, S.; AHARI, K. G.; SARPOOLAKY, H.; PARR, C. Castable refractory concretes. *International Materials Reviews*, v.3, n. 46, p. 145-167, 2001.
2. RIBEIRO, S.; RODRIGUES, J. A.: The influence of microstructure on the maximum load and fracture energy of refractory castables. *Ceramics International*, v. 36, p. 263-274, 2010.
3. DUBREUIL, P.; FILARI, É.; SOBOLEV, V. M. Use of andalusite refractories in ferrous metallurgy. *Refractories and Industrial Ceramics*, v.40, p.252-259, 1999.
4. SCHNEIDER, H.; MADJIC, A. Kinetics and mechanism of the solid-state high-temperature transformation of andalusite ( $\text{Al}_2\text{SiO}_5$ ) into 3/2-mullite ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) and Silica ( $\text{SiO}_2$ ). *Ceramurgia International*, v.5, n.1, p.31-36, 1979.
5. TAYLOR, W. H. Structure of sillimanite and related materials. *Journal Society Glass Technology*, v.16, n.62, p.112-120, 1932.
6. MARENOVIC, S.; DIMITRIJEVIC, M.; HUSOVIC, T. V.; MATOVIC, B. Thermal shock damage characterization of refractory composites. *Ceramics International*, v.34, p. 1925-1929, 2008.
7. POSARAC, M.; DIMITRIJEVIC, M.; VOLKOV-HUSOVIC, T.; DEVECERSKI, A.; MATOVIC, B. Determination of thermal shock resistance of silicon carbide/cordierite composite material using nondestructive methods. *Journal of the European Ceramic Society*, v.28, p.1275-1278, 2008.

8. NONNET, E.; LEQUEAUX, N.; BOCH, P. Elastic properties of high alumina cement castables from room temperature to 1600°C. *Journal of the European Ceramic Society*, v.19, p.1575, 1999.
9. BOCCACCINI, D. N., ROMAGNOLI, M., KAMSEU, E., VERONESI, P., LEONELLI, C., PELLACANI, G. C., Determination of Thermal Shock Resistance in Refractory Materials by Ultrasonic Pulse Velocity Measurement. *Journal of the European Ceramic Society*, v.27, p.1859, 2007.
10. BOCCACCINI, D. N.; CANNIO, M.; VOLKOV-HUSOVIAE, T. D.; DLOUHY, I.; ROMAGNOLI, M.; VERONESI, P.; LEONELLI, C. Assessment of viscoelastic crack bridging toughening in refractory materials. *Journal of the European Ceramic Society*, v.28, p.1941-1951, 2008.
11. GARCIA, G. C. R. Estudo do comportamento ao dano por choque térmico de um concreto refratário, contendo agregados de andaluzita, sinterizado em diferentes temperaturas. 2010, 103p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) – Universidade de São Paulo – Lorena, SP.
12. ZANOTTO, E. D., MIGLIORY Jr., A. R. Propriedades Mecânicas de Materiais Cerâmicos: Uma Introdução. *Cerâmica*, v.37, n.247, p.7-16, 1991.
13. HAYDEN, W., MOFFATT, W. G., WULFF, J. *Mechanical Behavior*, New York, EUA: John Wiley & Sons, 1965. v.3, p. 61-96.
14. ALMEIDA, S. F.; HANAI, J. B.; Análise dinâmica experimental da rigidez de elementos de concreto submetidos à danificação progressiva até a ruptura. *Cadernos de Engenharia de Estruturas*, São Carlos, v. 10, n. 44, p. 49-66, 2008.
15. GARCIA, G. C. L.; RESENDE, W. S.; RIBEIRO, S.; Avaliação da energia de fratura total e do comportamento a propagação estável da trinca de um concreto refratário aluminoso autoescoante. In: 57º Congresso Brasileiro de Cerâmicas, Natal, RN, 2013. Em fase de publicação nos Anais do 57º Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2013.
16. NETO, B.B.P. Efeitos do tipo, tamanho e teor de agregado graúdo na resistência e energia de fratura do concreto. 2004, 234p. Tese (Pós-graduação em Engenharia Mecânica) – Universidade Estadual de Campinas - Campinas, SP.
17. HOMENY, J.; BRADT, R. C.; "Aggregate Distribution Effects on the Mechanical Properties and Thermal Shock Behavior of Model Monolithic Refractory Systems", pp. 110-130 in *Adv. in Ceramics*, Vol. 13, "New Developments in Monolithic Refractories", R.E. Fisher editor, Am.. Ceram. Soc., Westerville, OH, 1985.

18. ASTM: E 1875 – 00, Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Sonic Resonance, 2002.
19. 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.
20. PAIVA, A. E. M.; RODRIGUES, J. A.; Projeto e Construção de um Equipamento Para a Determinação do Módulo Elástico pelo Método de Ressonância de Barras. In: 45º CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 45., 2001, Florianópolis-SC, Anais do 45ºCBC. São Paulo, ABC, 2001. p.301-313.

## **EXPERIMENTAL STUDY OF STIFFNESS OF CASTABLE FIRED TO 1000 ° C SUBMITTED TO PROGRESSIVE MECHANIC DAMAGE**

### **ABSTRACT**

In the current study it was used a castable with aggregates of andalusite fired at 1000 °C. The main objective was to find a correlation between the damage caused by thermal shock cycling and damage caused by mechanical cycles of loading/unloading, by analyzing the behavior of Young's modulus in two different situations. Results of resistance to thermal shock damage study and results from the testing that consisted of successive cycles of loading/unloading in the same sample were used. In both cases there were no differences corresponding to the decay of the stiffness of the material over successive cycles, thus, Young's modulus decay.

Key-words: castable, progressive damage, Young's modulus