

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS

MATHEUS CARDOSO

**INFLUÊNCIA DO TEOR DE AGREGADOS RECICLADOS DO TIPO
 $Al_2O_3 - ZrO_2 - SiO_2$ (AZS) NA ENERGIA DE FRATURA DE
CONCRETOS REFRAATÓRIOS**

SÃO CARLOS
2023

MATHEUS CARDOSO

**INFLUÊNCIA DO TEOR DE AGREGADOS RECICLADOS DO TIPO
 $Al_2O_3 - ZrO_2 - SiO_2$ (AZS) NA ENERGIA DE FRATURA DE
CONCRETOS REFRAATÓRIOS**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Universidade Federal de São Carlos, para obtenção do
título de Bacharel em Curso de Graduação em Engenharia
de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Vinicius Fiocco Sciuti

SÃO CARLOS
2023



ATA DE DEFESA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO (TCC)

NOME: Matheus William Parmezani Cardoso

RA: 770720

TÍTULO: Influência do teor de agregados reciclados do tipo Al₂O₃-ZrO₂-SiO₂ (AZS) na energia de fratura de concretos refratários

ORIENTADOR(A): Prof. Dr. Vinicius Fiocco Sciuti

CO-ORIENTADOR(A):

DATA/HORÁRIO: 25/08/2023, 14h30

BANCA – NOTAS:

	Monografia	Defesa
Prof. Dr. Vinicius Fiocco Sciuti	9	10
Profa. Dra. Danielle C. C. Magalhães	10	10
Média	9,5	10

BANCA – ASSINATURAS:

Prof. Dr. Vinicius Fiocco Sciuti

Documento assinado digitalmente
gov.br VINICIUS FIOCCO SCIUTI
Data: 25/08/2023 16:19:15-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Profa. Dra. Danielle C. C. Magalhães

Documento assinado digitalmente
gov.br DANIELLE CRISTINA CAMILO MAGALHAES
Data: 25/08/2023 18:06:35-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

DEDICATÓRIA

Dedico aos meus pais, Daniel Roberto Cardoso e Patricia Helena Parmezani, e meus irmãos, Luis Filipy Parmezani Cardoso e Maria Eduarda Parmezani Cardoso.

AGRADECIMENTOS

Agradeço em especial meus pais por me incentivarem e me apoiarem durante toda minha vida. Sigo agradecendo todos os moradores e ex-moradores da República do Cutucu por todo companheirismo durante o período da graduação. Por fim, agradeço os membros do MECM e parceiros do LSC por todo auxílio e momentos de descontração.

RESUMO

Concretos refratários são materiais de extrema relevância para a indústria de base devido à capacidade de manterem suas propriedades de interesse em níveis funcionais quando submetidos a altas temperaturas ou ambientes corrosivos. Embora esses materiais sejam resistentes, o surgimento de trincas é inevitável em condições extremas. Diante disso, o entendimento acerca da resistência à propagação de trincas e como incrementá-la através da atuação de mecanismos de tenacificação é fundamental, uma vez que esses defeitos podem comprometer a funcionalidade da estrutura. Nesse sentido, a energia de fratura é uma propriedade diretamente proporcional à resistência à propagação de trincas em materiais refratários, podendo, por exemplo, ser aumentada com a adição de agregados eutéticos em matriz aluminosa. O método da cunha permite a medição da energia de fratura, uma vez que é capaz de propagar trincas estavelmente em concretos refratários, além de propiciar extensa área de seção projetada pela trinca. Aliado ao método da cunha, a técnica de correlação de imagens digitais auxilia na medição da energia de fratura por permitir a obtenção do deslocamento de abertura na boca da trinca sem contato direto com o corpo de prova. Este trabalho visa a utilização destas técnicas para a identificação do efeito da adição de agregados eutéticos do tipo alumina-zircônia-sílica (AZS) em concreto refratário aluminoso.

Palavras-chave: Concreto refratário, energia de fratura, método da cunha, correlação de imagens digitais, AZS.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Microestrutura típica de concretos refratários.	11
Figura 2 – MEV de grãos de (a) alumina trabular e (b) fundida.	12
Figura 3 – Zona de processo de fratura com mecanismos de tenacificação.	13
Figura 4 – Diagrama de equilíbrio de fases do sistema $Al_2O_3 - ZrO_2 - SiO_2$	14
Figura 5 – Sistema de transferência da carga aplicada pelo atuador verticalmente de forma horizontal no CP e o equilíbrio de forças envolvidas.	15
Figura 6 – Geometria do corpo de prova e dimensões (em mm). (a) Vista frontal, (b) corte A-A da seção transversal e (c) perspectiva isométrica.	16
Figura 7 – Imagem de referência, f , da superfície de um CP submetido ao método da cunha e analisado via CID para medição do CMOD. Os quadrados em azul representam as regiões utilizadas para medição de campos de deslocamento para determinação do CMOD e os quadrados em amarelo as regiões utilizadas para determinação do NOD (deslocamento de abertura do entalhe, do inglês, <i>notch opening displacement</i>).	18
Figura 8 – Molde destinado à preparação dos CPs empregados no método da cunha (a) desmontado e (b) montado.	20
Figura 9 – (a) AZS00_01 a verde após ter ficado em estufa por 24 h a 40 °C e (b) AZS00_01 e AZS00_02 dentro da estufa antes de serem submetidos à 110 °C por mais 24 h.	21
Figura 10 – AZS00_01 sinterizado (a) sem e (b) com a pintura em aspecto de “ <i>mouchetis</i> ”.	21
Figura 11 – Imagens das faces capturadas pela Câmera 1 para o (a) AZS00_01, (b) AZS00_02, (c) AZS05_03, (d) AZS05_04, (e) AZS10_05 e (f) AZS10_06 com as regiões adotadas para medição dos CMODs em vermelho.	23
Figura 12 – Curvas de força vertical <i>versus</i> deslocamento vertical do atuador para os CPs (a) ASZ00_01 e ASZ00_02, (b) ASZ05_03 e ASZ05_04, (c) ASZ10_05 e ASZ10_06. Os círculos indicam os instantes em que as imagens foram capturadas.	25
Figura 13 – Curvas de força horizontal <i>versus</i> CMOD para os CPs (a) AZS00_01 e (b) AZS00_02, (c) AZS05_03 e (d) AZS05_04, (e) AZS10_05 e (f) AZS10_06.	26
Figura 14 – (a) Curvas de força vertical <i>versus</i> deslocamento vertical do atuador para todos CPs e (b) curvas de força horizontal <i>versus</i> a média do CMOD para os CPs AZS00_01, AZS00_02, AZS05_03, AZS05_04 e AZS10_05.	27

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Formulações dos CPs produzidos.	19
Tabela 2 – Força vertical e deslocamento vertical máximos atingidos pelos CPs submetidos ao método da cunha.	24
Tabela 3 – Energias de fratura calculadas para os CPs submetidos ao método da cunha.	28

SUMÁRIO

1 – INTRODUÇÃO	9
1.1 OBJETIVOS	9
2 – FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	11
2.1 CONCRETOS REFRACTÁRIOS	11
2.2 SISTEMA ALUMINA-ZIRCÔNIA-SÍLICA (AZS)	13
2.3 ENERGIA DE FRATURA	14
2.4 MÉTODO DA CUNHA	14
2.5 CORRELAÇÃO DE IMAGENS DIGITAIS	16
3 – METODOLOGIA	19
3.1 PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA	19
3.2 APLICAÇÃO DO MÉTODO DA CUNHA	21
3.3 CORRELAÇÃO DE IMAGENS DIGITAIS	22
4 – RESULTADOS	24
4.1 CURVAS DE FORÇA-DESLOCAMENTO VERTICAL	24
4.2 CURVAS DE FORÇA-DESLOCAMENTO HORIZONTAL (CMOD)	24
4.3 ENERGIA DE FRATURA	27
5 – CONSIDERAÇÕES FINAIS E CONCLUSÃO	29
REFERÊNCIAS	30

1 INTRODUÇÃO

Concretos refratários são substancialmente empregados na indústria de base (*e.g.*, produção de vidros, cimentos, siderurgias e petroquímicas) (LEE; MOORE, 1998) em decorrência da elevada resistência química e termomecânica que esses materiais possuem em temperaturas elevadas. São constituídos, primordialmente, por uma matriz composta por partículas finas, na ordem de nanômetros a micrômetros, a qual confere maior processabilidade ao concreto e interliga as partículas mais grosseiras, promovendo formação de ligações químicas a baixas temperaturas - pela formação de hidratos - e a altas temperaturas - desidratação e sinterização (RIBEIRO; RODRIGUES, 2010) - e agregados compostos de partículas mais grosseiras, que podem chegar a centímetros, responsável por tenacificar a matriz, *i.e.*, aumentar o consumo de energia durante o processo de fratura. Nesse sentido, a energia de fratura pode ser calculada dividindo o trabalho de fratura (área sob a curva força-deslocamento) pela área projetada pela trinca e mede a quantidade de energia consumida durante a formação de superfícies no processo de fratura, podendo ser considerada para se traçar um comparativo entre diferentes materiais. Entretanto, medir a energia de fratura de materiais refratários não é trivial, sendo necessária uma propagação estável da trinca para que a energia residual decorrente de propagação instável (catastrófica) não seja considerada na medida. O método da cunha é um ensaio que permite a propagação estável de trincas em concretos refratários (HARMUTH, 1995), propiciando maior área fraturada em relação ao tamanho de agregados de que o método de flexão em três pontos, por exemplo, que também é capaz de propagar trincas estavelmente nesse tipo de material. Neste trabalho, duas abordagens para o cálculo da energia de fratura serão adotados: considerando como trabalho de fratura a área da curva de força vertical *versus* deslocamento vertical impostos pelo atuador; e da curva de força horizontal transferida pelo aparato do método da cunha *versus* o CMOD (deslocamento de abertura da boca da trinca, do inglês, *crack mouth open displacement*) que pode ser obtido com a utilização de extensômetros eletrônicos ou de técnicas de medida de campo de deslocamento como a correlação de imagens digitais (CID) empregada aqui.

1.1 OBJETIVOS

O objetivo principal deste trabalho é o estudo de como a energia de fratura é influenciada pela adição de diferentes teores de agregados de alumina-zircônia-sílica (AZS) em concreto de alumina.

Como objetivo científico tem-se:

- Comparar a energia de fratura medida considerando a curva de força vertical *versus* deslocamento vertical do atuador e força horizontal *versus* CMOD.

Os objetivos tecnológicos são:

- Estudar a divergência de resultados entre duas faces de um mesmo corpo de prova (CP) submetido ao método da cunha;
- Avaliar a viabilidade da utilização de agregados de AZS reciclados em concreto refratário aluminoso para aumento da energia de fratura;
- Havendo viabilidade, definir o teor (5% ou 10% em massa) de agregados de AZS que melhor contribui para a tenacificação de concretos refratários aluminosos.

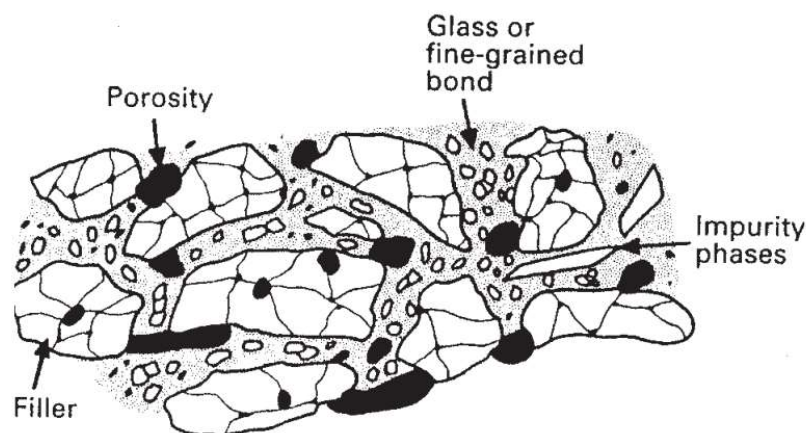
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Este capítulo é destinado ao discorrimento de uma revisão bibliográfica acerca de concretos refratários, com enfoque nos aluminosos, e as características que contribuem para a atuação de mecanismos de tenacificação nesses materiais. Ademais, é abordado o sistema ternário alumina-zircônia-sílica que foi empregado como agregado em concreto aluminoso com o intuito de contribuir para tenacificação através de incremento na energia de fratura. Por fim, a energia de fratura é definida e são apresentadas suas diferentes formas de medição (com base na força e deslocamento vertical do atuador e a partir do CMOD) através dos resultados obtidos com a aplicação do método da cunha e da técnica de correlação de imagens digitais que, nesse caso, foram utilizados para avaliar a influência de diferentes teores de agregados de AZS reciclados em concreto refratário aluminoso no que tange à energia de fratura.

2.1 CONCRETOS REFRAATÁRIOS

Os concretos refratários são cerâmicas monolíticas, *i.e.*, não carecem de processos de conformação, sendo uma classe de refratários vantajosos em comparação com os conformados por conta de sua disponibilidade, facilidade de instalação, menor custo e menor quantidade de juntas de revestimento, as quais são mais suscetíveis a ataques corrosivos (LEE *et al.*, 2001). Além dos agregados e a matriz, podem apresentar poros, cargas de enchimento, fases vítreas e impurezas em sua microestrutura após processados, como apresentado na Figura 1.

Figura 1 – Microestrutura típica de concretos refratários.



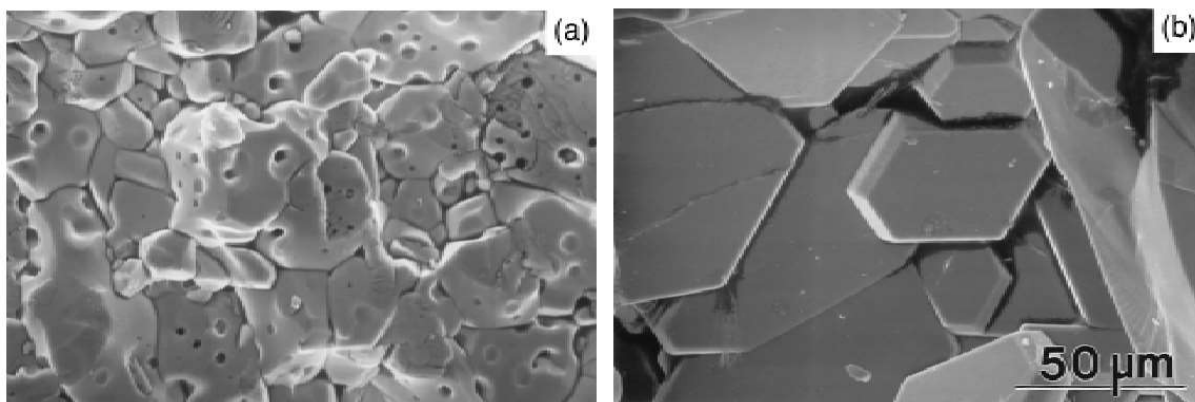
Fonte: Lee (2001).

Por conta da formação de fases com menores pontos de fusão devido à presença de cimento (CaO), concretos com menores teores de CaO se mostram mais interessantes

para aplicação em temperaturas mais elevadas. Além disso, quanto menor a quantidade de cimento, menor a quantidade de água necessária a ser adicionado ao concreto (para ocorrerem as reações de hidratação) contribuindo para aumento na resistência mecânica e diminuição da permeabilidade do material (que contribui para ataque químico), uma vez que diminui a quantidade de poros decorrentes da evaporação de água (LEE; MOORE, 1998).

A alumina tabular é um agregado denso, com elevado ponto de fusão (2.050 °C), elevada dureza, boa resistência a choque térmico, corrosão e abrasão (BÜCHEL *et al.*, 2007). Além disso, possui poros internos (Figura 2) em seus grãos após sinterização que podem contribuir para aumento da tenacidade do material.

Figura 2 – MEV de grãos de (a) alumina trabular e (b) fundida.

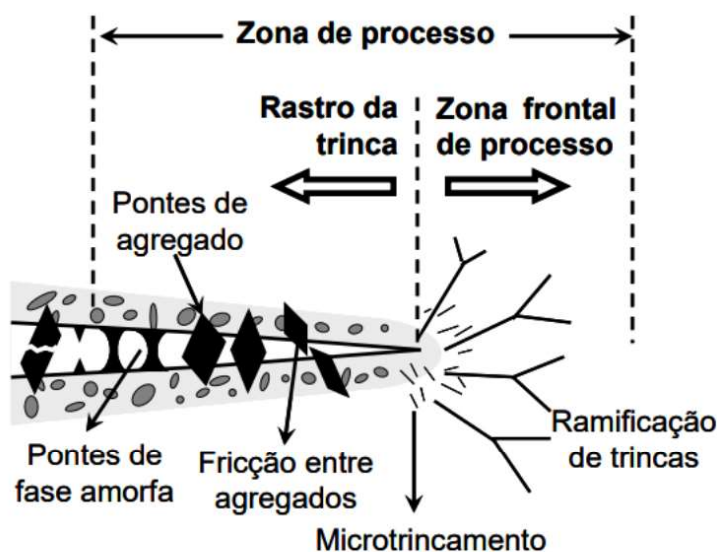


Fonte: Lee (1998).

Em decorrência das características microestruturais e solicitações termomecânicas e químicas a qual concretos refratários são submetidos, o surgimento de trincas ao longo do tempo de aplicação é inevitável. Nesse sentido, projetar a microestrutura de modo a dificultar que as trincas propaguem se torna relevante para o aumento da vida útil desses materiais. Na Figura 3, adaptada por Miyaji (2012) de Cunha-Ducan e Brandt (2003), é representada a zona de processo de fratura, onde estão indicados alguns dos possíveis mecanismos de tenacificação que podem ocorrer em concretos refratários. Esses mecanismos podem ser acionados com aumento no comprimento da trinca e, quando ativos, dissipam energia retardando o processo de fratura.

Dentre alguns mecanismos de tenacificação que podem ocorrer em concretos refratários temos: microtrincamento associado ao comportamento não-linear de fratura causado por múltiplas concentrações de tensões espalhas pelo material; ramificação de trincas por divisão da frente de propagação principal, geralmente resultado da coalescência de microtrincas; “pontes” (do inglês, *bridges*) referentes à resistência imposta a abertura - ocorrendo no rastro da trinca - que pode ser de agregados que consomem energia devido ao destacamento, escorregamento com atrito entre o agregado sendo arrancado e a matriz, ou rompimento do agregado; “pontes” de fase amorfa no caso de cerâmicas

Figura 3 – Zona de processo de fratura com mecanismos de tenacificação.



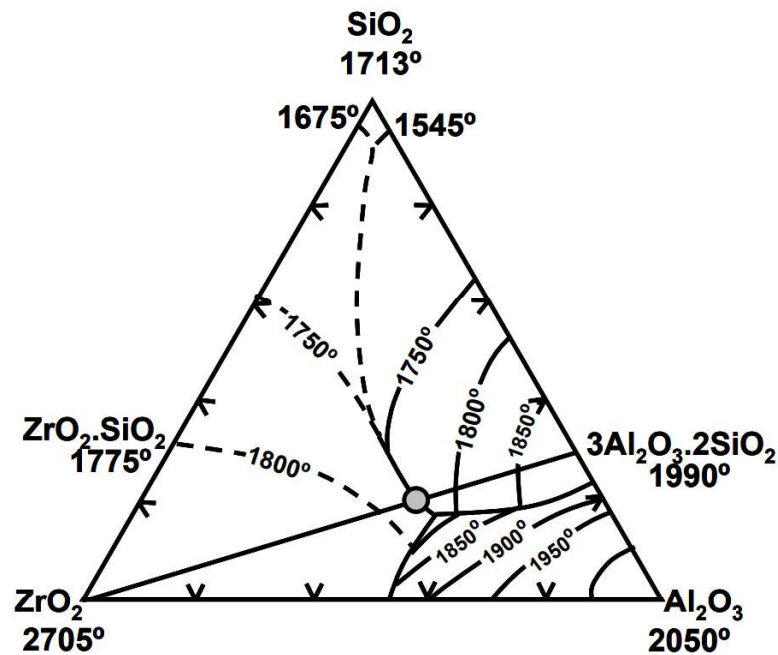
Fonte: Miyaji (2012).

com propensão a geração desse tipo de fase e em condições térmicas suficientes para a ocorrência desse mecanismo; e transformação martensítica (*i.e.*, sem difusão) de zircônia tetragonal metaestável para monoclinica (relevante em formulações com a presença de ZrO_2) com expansão volumétrica de aproximadamente 5% que solicita a trinca de forma compressiva, dificultando sua propagação.

2.2 SISTEMA ALUMINA-ZIRCÔNIA-SÍLICA (AZS)

AZS é a sigla destinada às cerâmicas eletrofundidas com microestrutura pertencente ao sistema ternário alumina-zircônia-sílica ($Al_2O_3 - ZrO_2 - SiO_2$), sendo uma classe de materiais geralmente empregada em revestimento de fornos, principalmente àqueles destinados à fusão de vidro, por conta da elevada resistência à corrosão por vidro fundido propiciada pela presença da zircônia que também promove a atuação de mecanismos de tenacificação, aliada à baixa porosidade e elevada densidade (OLIVEIRA *et al.*, 2022).

São materiais de microestrutura eutética, possuindo fases distribuídas, onde as interfaces contribuem para a deflexão de trincas no interior de agregados desse tipo. Na Figura 4 é observável o diagrama de equilíbrio do sistema ternário AZS onde a linha de Alkemade que une os compostos ZrO_2 e $3Al_2O_3.Si_2$ indica as composições em que, assumindo solubilidade zero, são previstas formação de fases eutéticas. Ademais, no círculo cinza a composição é totalmente eutética, sem fases primárias.

Figura 4 – Diagrama de equilíbrio de fases do sistema $Al_2O_3 - ZrO_2 - SiO_2$.

Fonte: Levin (1964).

2.3 ENERGIA DE FRATURA

A energia de fratura γ_{wof} é a quantidade de energia consumida durante a formação de superfícies de fratura, sendo a somatória de algumas energias como demonstrado na Equação 2.3 (SANTOS, 2005).

$$\gamma_{wof} = \gamma_0 + \gamma_p + \gamma_R + \gamma_{ir} \quad (1)$$

em que γ_0 é a energia de superfície resultante da quebra de ligações químicas, sendo intrínseca ao material, γ_p é a energia proveniente de microdeformações plásticas na ponta da trinca (geralmente mais significativa no caso de propagação de trincas em materiais metálicos, poliméricos e cerâmicos em temperaturas elevadas), γ_R é a energia média resultante da interação da trinca e da microestrutura do material e γ_{ir} representa, para refratários e compósitos, processos irreversíveis que consomem energia por fluxo viscoso, por exemplo. Cabe ressaltar que, embora seja possível medir a energia de fratura total a partir do método da cunha, as componentes (γ_0 , γ_p , γ_R e γ_{ir}) não são determinadas individualmente nesse trabalho.

2.4 MÉTODO DA CUNHA

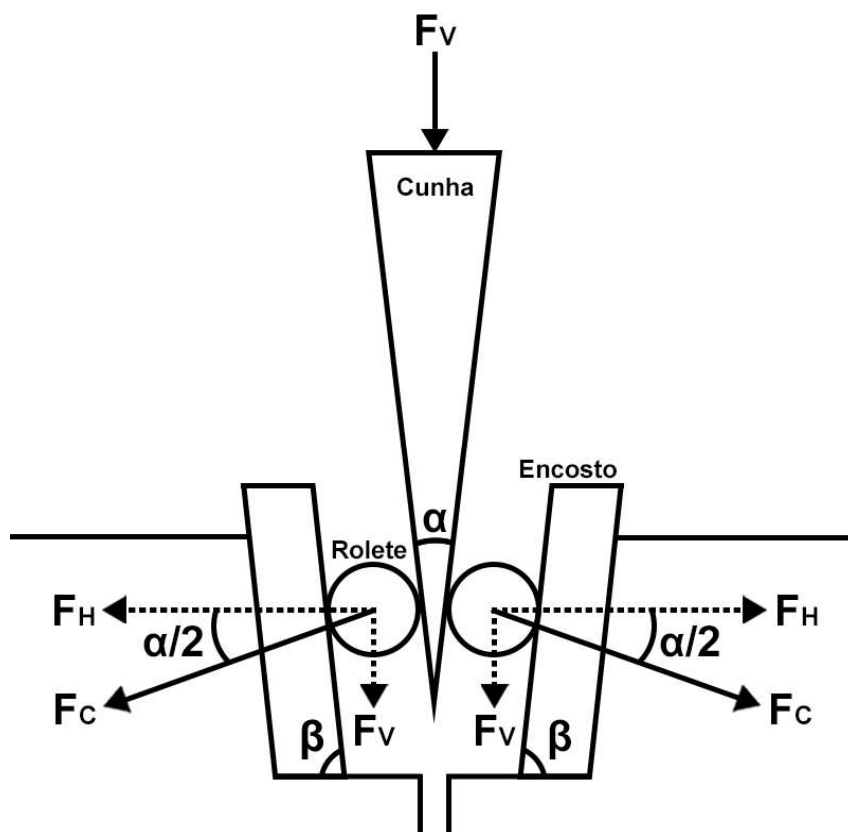
O método da cunha (WST, do inglês *Wedge Splitting Test*) (HARMUTH; TS-CHEGG, 1997) permite a iniciação e propagação de uma trinca de maneira estável em materiais cerâmicos, sendo frequentemente empregado para a obtenção da energia de

fratura. O ensaio consiste na aplicação de uma força vertical (F_V) utilizando uma cunha, transferida em forças horizontais (F_H) para o CP via roletes e encostos dispostos na região do entalhe, gerando uma sollicitação de abertura de trinca e sua subsequente propagação. A relação entre F_V e F_H pode ser analisada por meio do equilíbrio de forças esquematizado na Figura 5, a partir da Equação 2:

$$F_H = \frac{F_V \operatorname{sen}\left(\frac{\alpha}{2} + \beta\right) \operatorname{sen}\beta}{2 \tan\left(\frac{\alpha}{2}\right) \cos\left(\frac{\alpha}{2}\right)} \quad (2)$$

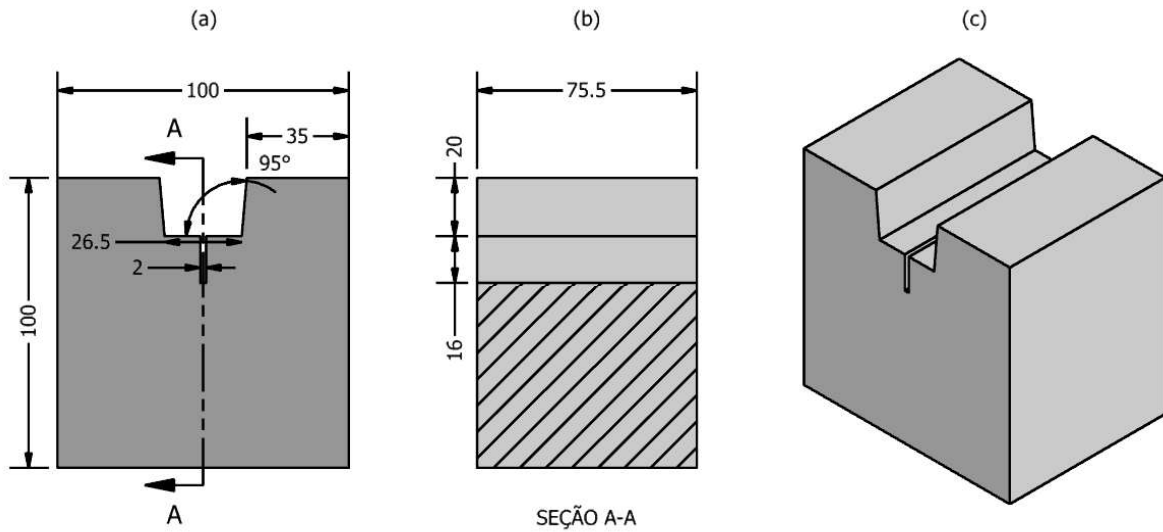
em que α representa o ângulo da cunha (10°) e β o dos encostos (85°). Desta forma, o CP sofre um carregamento ampliado ao mesmo tempo que menos energia elástica é armazenada na máquina de ensaios, reduzindo a probabilidade de instabilidade durante a propagação de fraturas devido a uma liberação repentina de energia. O aumento do ângulo da cunha e/ou diminuição do ângulo dos encostos diminui a ampliação da força horizontal e aumenta a instabilidade do ensaio, enquanto o contrário aumenta a ampliação de F_H e diminui a instabilidade, porém dificulta a acomodação do sistema de transferência de carga. Para a geometria da cunha e dos CPs (Figura 6) utilizados neste trabalho, a relação pode ser aproximada para $F_H \approx 5,715 F_V$.

Figura 5 – Sistema de transferência da carga aplicada pelo atuador verticalmente de forma horizontal no CP e o equilíbrio de forças envolvidas.



Fonte: Adaptado de Stafuzza (2012).

Figura 6 – Geometria do corpo de prova e dimensões (em mm). (a) Vista frontal, (b) corte A-A da seção transversal e (c) perspectiva isométrica.



Fonte: Autor.

Para o cálculo da energia de fratura através dos dados fornecidos pela aplicação do método da cunha, pode ser utilizada a Equação 3:

$$\gamma_{wof,V} = \frac{1}{2A} \int F_V d\delta_V \quad (3)$$

em que A (área hachurada na Figura 6 (b)) é a área projetada pela superfície de fratura, e $d\delta_V$ é o deslocamento do atuador. A integral $\int F_V d\delta_V$ é o trabalho de fratura, sendo medida pela área da curva de força-deslocamento. Outra maneira para medição da energia de fratura é utilizando a força horizontal F_H em função do CMOD, calculada pela Equação 4:

$$\gamma_{wof,H} = \frac{1}{2A} \int F_H d\delta_H \quad (4)$$

onde $d\delta_H$ é referente ao deslocamento de abertura da boca da trinca, CMOD. O motivo de se medir a energia de fratura em função do CMOD é a ocorrência de deslocamentos do atuador que não estão necessariamente relacionados com a imposição de força no CP, sendo resultado da acomodação do aparato experimental, por exemplo.

2.5 CORRELAÇÃO DE IMAGENS DIGITAIS

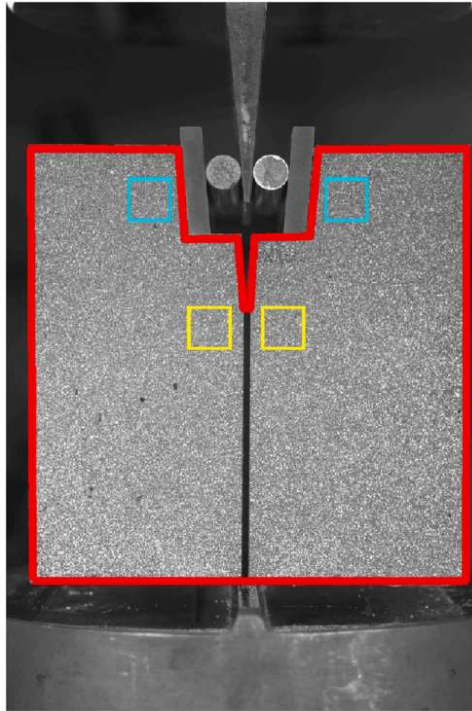
A técnica de CID (HILD; ROUX, 2006) combinada ao método da cunha fornece informações relevantes para o estudo do comportamento de refratários diante o surgimento e propagação de trincas (VARGAS *et al.*, 2016; DAI *et al.*, 2020; VARGAS *et al.*, 2019; KHLIFI *et al.*, 2019), sendo utilizada, dentre outras finalidades, para auxiliar na medição dos campos de deslocamento resultantes do processo de fratura. Essa técnica é fundamentada na

análise de imagens digitais sucessivas da superfície do CP durante solicitação mecânica. Por meio do rastreamento e comparação de conjuntos de pixels, é possível se obter os campos de deslocamento, medindo o grau de similaridade entre uma imagem correspondente a um estado carregado (usualmente denominada de g) e uma imagem de referência sem carregamento (f).

Os pixels das imagens digitais armazenam um valor de nível de cinza referente à interpretação da quantidade de luz refletida (ou absorvida) pela região representada e essa informação é usada no rastreamento deles durante a correlação. Por isso, para que a aplicação da técnica de CID seja satisfatória e não haja ambiguidades no processo de comparação, os CPs devem possuir uma superfície que reflita intensidades variadas de luz (SUTTON *et al.*, 2000), gerando um contraste entre os pixels que permita a análise e diferenciação de regiões distintas. Esse padrão pode ser adicionado artificialmente com a aplicação de um “*mouchetis*”, por exemplo - do termo “mosqueado”, em francês - ou pode-se utilizar o contraste natural do material em alguns casos.

O processamento das imagens é realizado por meio de *softwares* e geralmente pode ser dividido em três etapas: pré-processamento (entrada das imagens e geração da malha), processamento (obtenção dos campos de deslocamento) e pós-processamento (tratamento dos dados resultantes). A Figura 7 apresenta a superfície de uma face de um CP em que foi aplicada a técnica de CID para obtenção do CMOD com base nos deslocamentos medidos das regiões em azul próximas aos encostos.

Figura 7 – Imagem de referência, f , da superfície de um CP submetido ao método da cunha e analisado via CID para medição do CMOD. Os quadrados em azul representam as regiões utilizadas para medição de campos de deslocamento para determinação do CMOD e os quadrados em amarelo as regiões utilizadas para determinação do NOD (deslocamento de abertura do entalhe, do inglês, *notch opening displacement*).



Fonte: Vargas (2021).

3 METODOLOGIA

3.1 PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Foram produzidos seis CPs, com três formulações diferentes, sendo preparados dois para cada uma das formulações. Basicamente as matérias-primas são constituídas de alumina tabular (AT) de diferentes granulometrias indicadas na Tabela 1 (os valores a frente de “AT” se referem a faixa granulométrica e para o caso “AT < 45” ao tipo da malha - peneira - em que as partículas foram passadas), cimentos (CL370 e CT3000SG), agente dispersante (Secar 71) e agregados de AZS fabricados pela RHI Magnesita, reciclados e com tamanho de partículas menores que 0,5 mm, na faixa da AT 0,6-0,2, a qual foi substituída pelos agregados de AZS no caso das formulações com a presença dos mesmos. A Tabela 1 apresenta as formulações dos CPs estudados, sendo a primeira de referência sem agregados de AZS (denominados de “AZS00_01” e “AZS00_02”), a segunda com 5 % (“AZS05_03” e “AZS05_04”) e a terceira com 10 % de teor de agregados de AZS em massa (“AZS10_05” e “AZS10_06”). A nomenclatura das formulações foi definida com base no teor mássico de agregado de AZS (dois dígitos em sequência à sigla “AZS”) e dos CPs foi definida como a nomenclatura da respectiva formulação separada por um subtraço (“_”) com o a sequência de processamento do CP (dois dígitos de “01” a “06”).

Tabela 1 – Formulações dos CPs produzidos.

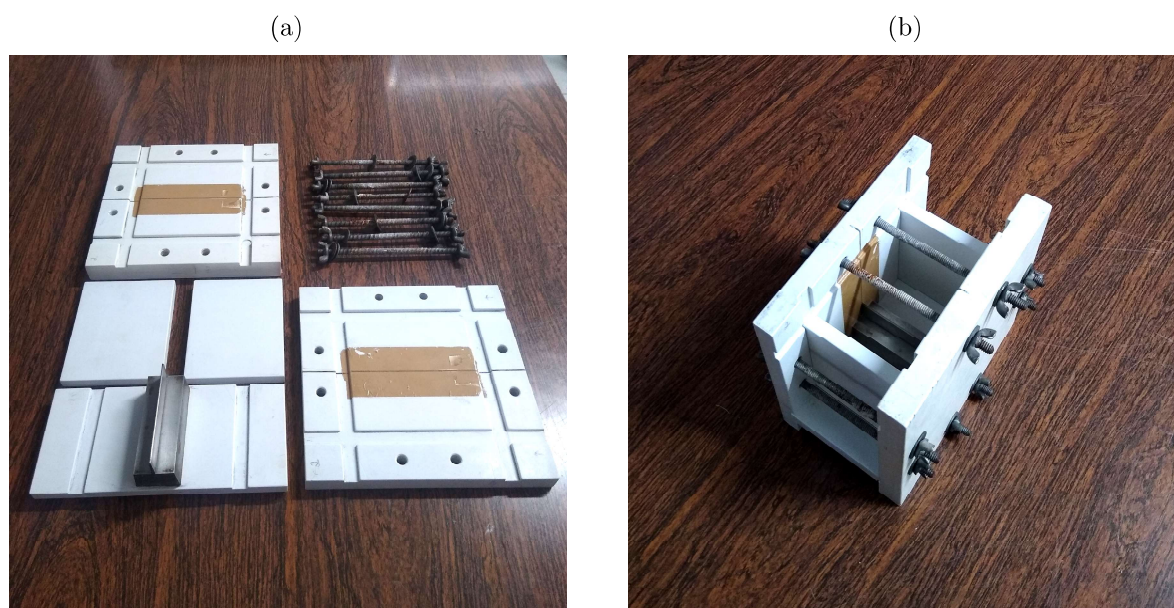
	AZS00	AZS05	AZS10
Matérias-primas	Percentual em massa		
AT 6-3 mm		26	
AT 3-1 mm		10	
AT 1-0,5 mm		20	
AT 0,6-0,2 mm	11	6	1
AT 0,2-0 mm		14	
AT < 45 (malha)		8	
CL370		5	
CT3000SG		2	
Secar 71		4	
AZS	0	5	10

Para a preparação dos CPs AZS00_01 e AZS00_02 referentes à composição de referência, foram pesados, no total, 4 kg de matéria-prima seguindo a formulação correspondente. Como 4 kg de material não foi suficiente para total preenchimento dos dois moldes, para os CPs AZS05_03, AZS05_04, AZS10_05 e AZS10_06, empregou-se 4,5 kg de matéria-prima para cada par de CP.

Após pesadas, as matérias-primas foram adicionadas em um saco plástico e manualmente misturadas através da rotação dos mesmo. Posteriormente, elas foram

misturadas com o auxílio de uma batedeira orbital. Durante a etapa de mistura, foi adicionado 4,4% de água destilada em massa (176 g para os AZS00_01 e AZS00_02 e 198 g no caso dos AZS05_03, AZS05_04, AZS10_05 e AZS10_06). Após o concreto ter atingido homogeneidade e consistência adequada decorrente da mistura, ele foi despejado em moldes de PVC rígido como o apresentado na Figura 8, besuntados com desmoldante para facilitar a desmoldagem, enquanto estavam sob uma mesa vibratória com o intuito de contribuir para a remoção de bolhas presentes no interior da massa.

Figura 8 – Molde destinado à preparação dos CPs empregados no método da cunha (a) desmontado e (b) montado.

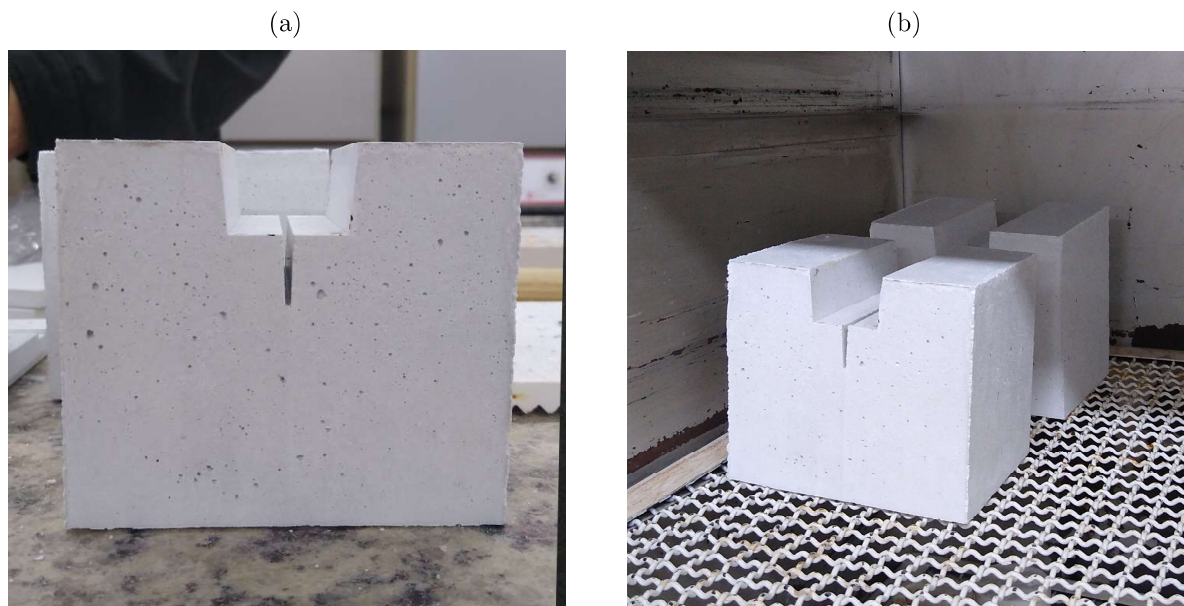


Fonte: Autor.

Uma vez terminado o processo de mistura e preenchimento dos moldes, eles foram colocados em um saco plástico juntamente com um becker de vidro com água, para manter a umidade, e deixado em uma estufa a 40 °C pelo período de 24 h. Posteriormente, os CPs foram desmoldados e deixados em estufa a 110 °C por mais 24 h (Figura 9 (b)). Por fim, os CPs à verde foram secos à 600 (taxa de aquecimento de 1 °C/min e patamar de 2 h) e queimados à temperatura de 1400 (taxa de aquecimento de 5 °C/min e patamar de 2 h).

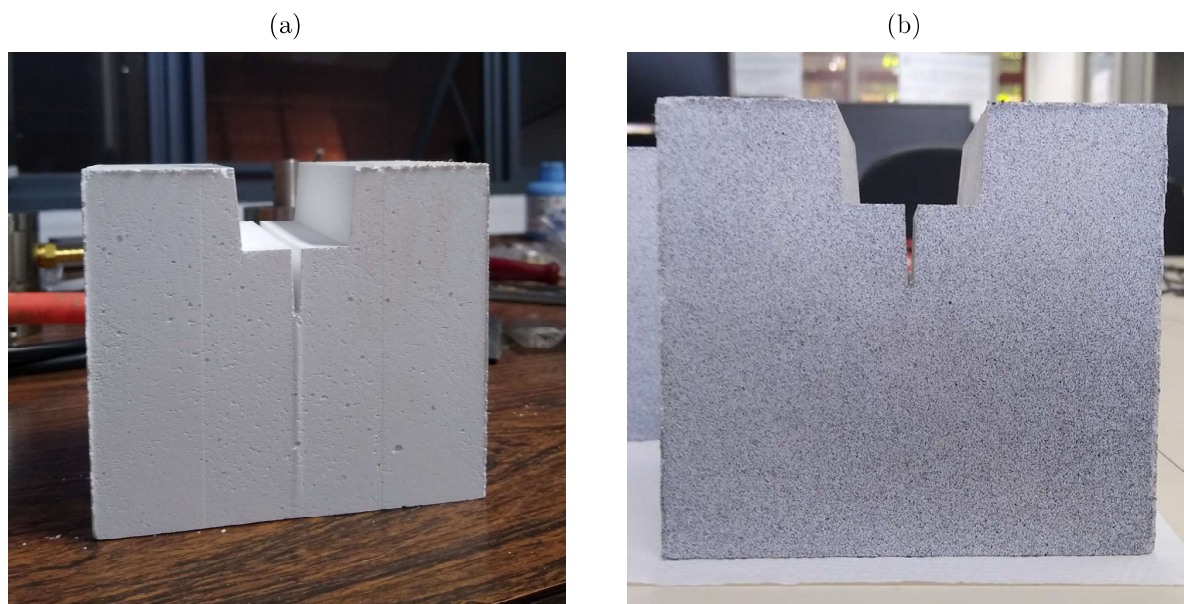
Os CPs sinterizados foram pintados com tinta preta em *spray* pois o material apresenta tonalidade clara, de modo que as duas superfícies de interesse ficassem com aspecto de “*mouchetis*”. Na Figura 10 pode ser visto o AZS00_01 sinterizado antes e após a aplicação da pintura.

Figura 9 – (a) AZS00_01 a verde após ter ficado em estufa por 24 h a 40 °C e (b) AZS00_01 e AZS00_02 dentro da estufa antes de serem submetidos à 110 °C por mais 24 h.



Fonte: Autor.

Figura 10 – AZS00_01 sinterizado (a) sem e (b) com a pintura em aspecto de “mouchetis”.



Fonte: Autor.

3.2 APLICAÇÃO DO MÉTODO DA CUNHA

Para realização dos ensaios pelo método da cunha foi utilizada uma máquina de ensaios mecânicos MTS modelo EXCEED E44.304 e foram realizados ensaios monotônicos.

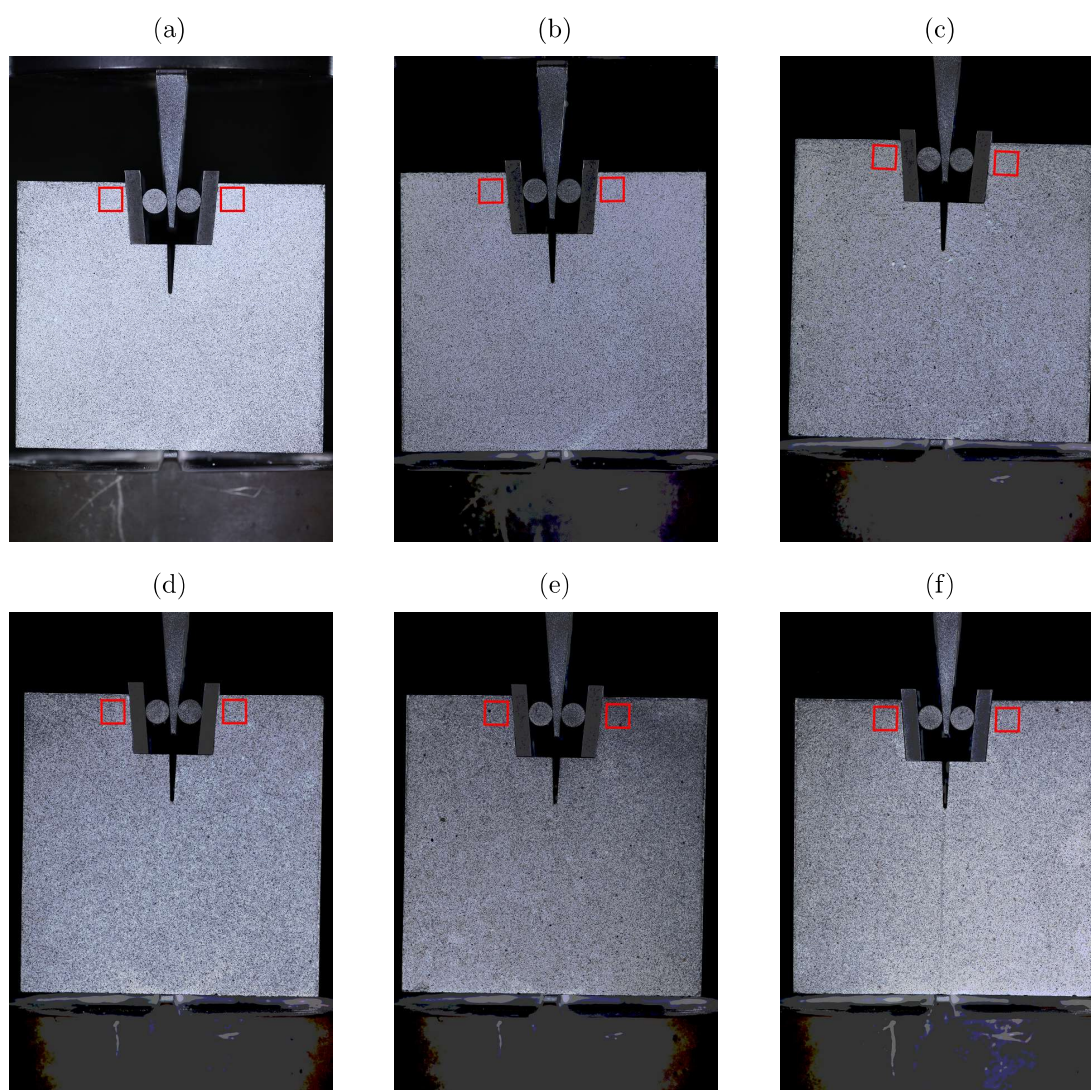
As condições de ensaio definidas foram a imposição de uma pré-carga de 50 N, seguido de carregamento até 15% da carga máxima atingida, o qual foi controlado pelo deslocamento do atuador de 10^{-3} mm/s. No que tange a área de seção projetada, A das equações 3 e 4, por conta dos CPs AZS00_01 e AZS00_02 possuírem 12 mm de altura a menos que os outros, a área considerada nos cálculos para esses casos foi de 52 mm x 75,5 mm, enquanto para os CPs com formulações AZS05 e AZS10 foi de 64 mm x 75,5 mm.

3.3 CORRELAÇÃO DE IMAGENS DIGITAIS

Foram utilizadas duas câmeras fotográficas da marca Canon modelo 5DS para a aquisição de fotos de ambas as faces dos CPs. As câmeras foram posicionadas de modo a ser possível capturar toda a superfície dos CPs aproveitando ao máximo a área das imagens, além da região utilizada para medição dos CMODs. Foram capturadas 170, 197, 147, 159 e 144 e 170 imagens de 8736 por 5856 pixels para as faces dos CPs AZS00_01, AZS00_02, AZS05_03, AZS05_04, AZS10_05 e AZS10_06, respectivamente. Por problemas técnicos no computador que controlava o *software* de aquisição de uma das câmeras, não foram aquistadas todas as imagens de uma das faces do CP AZS10_06, tendo sido capturadas apenas 94 imagens para uma das faces desse caso que foram descartadas.

As imagens foram capturadas automaticamente por pulsos emitidos pela câmera configuradas para aquistar 10 imagens de referência durante a pré-carga, depois a cada 10 segundos durante o carregamento. Na Figura 11 estão dispostas as primeiras imagens com as regiões aquistadas pela câmera chamada de “Câmera 1” e as regiões (quadrados vermelhos) onde foram medidos os deslocamentos para cálculo dos CMODs. Foram aquistadas 10 imagens de referência, pois oscilações nos valores de nível de cinza entre as imagens, mesmo que preveamente ao descarregamento, podem ocorrer devido a variações no brilho e contraste por fatores como variação na iluminação. Neste trabalho, a primeira das 10 imagens de referência capturadas foi considerada como de referência, f , para medição dos CMODs através da CID. Os CMODs foram obtidos através da diferença da média dos deslocamentos no eixo x (horizontal) da região quadrada da direita pela da esquerda.

Figura 11 – Imagens das faces capturadas pela Câmera 1 para o (a) AZS00_01, (b) AZS00_02, (c) AZS05_03, (d) AZS05_04, (e) AZS10_05 e (f) AZS10_06 com as regiões adotadas para medição dos CMODs em vermelho.



Fonte: Autor.

4 RESULTADOS

4.1 CURVAS DE FORÇA-DESLOCAMENTO VERTICAL

A Figura 12 apresenta as curvas de força-deslocamento do atuador para os seis CPs estudados e na Tabela 2 estão dispostos os valores de força vertical máxima ($F_{V,max}$) e deslocamento vertical máximo do atuador ($d\delta_{V,max}$) atingidos com a aplicação do método da cunha nos CPs envolvidos. Percebe-se que os CPs AZS00_01 e AZS00_02 atingiram maior nível de deslocamento vertical, com o último alcançando 1,97 mm de $d\delta_{V,max}$. Entretanto, a força vertical máxima suportada pelos CPs da formulação de referência foi consideravelmente inferior (pelo menos 1000 N) aos CPs com a presença de agregados de AZS, apesar desses possuírem menores valores de deslocamento vertical máximo. Destaque se dá aos CPs AZS05_03 e AZS10_05 que atingiram 2488 N e 2456 N de força vertical máxima suportada, respectivamente.

Tabela 2 – Força vertical e deslocamento vertical máximos atingidos pelos CPs submetidos ao método da cunha.

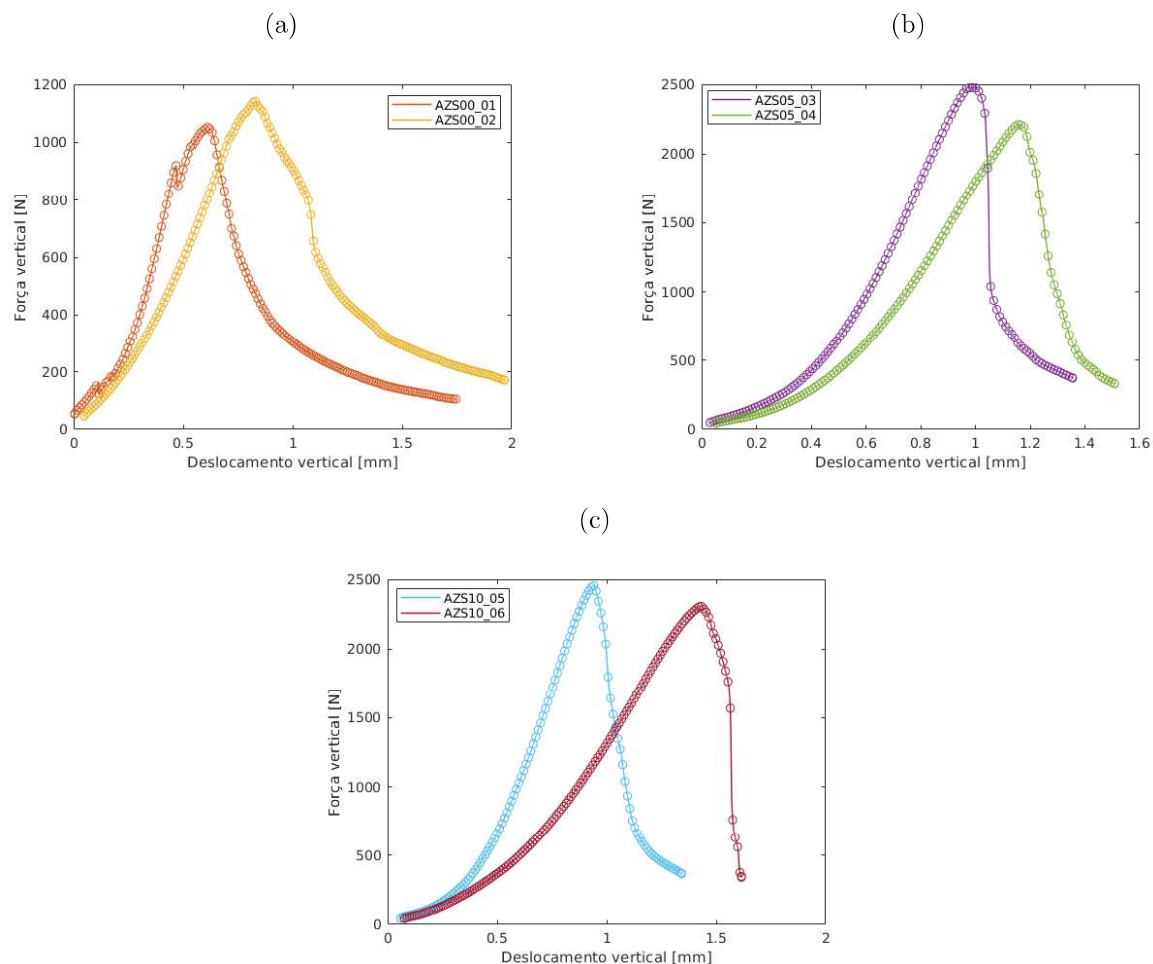
CP	$F_{V,max}$ [N]	$d\delta_{V,max}$ [mm]
AZS00_01	1053	1,75
AZS00_02	1144	1,97
AZS05_03	2488	1,36
AZS05_04	2214	1,51
AZS10_05	2456	1,34
AZS10_06	2308	1,62

Com base nas curvas de força vertical *versus* deslocamento vertical do atuador é possível concluir que a $F_{V,max}$ suportada pelos CPs com AZS é significativamente superior aos CPs da formulação de referência (AZS00) e, comparando os CPs das formulações AZS05 e AZS10, percebe-se que a média da $F_{V,max}$ suportada pelos CPs AZS10_05 e AZS10_06 (2382 N) é maior que para os CPs AZS05_03 e AZS05_04 (2351 N), apesar de que o CP que atingiu maior $F_{V,max}$ tenha sido o AZS05_03. As inclinações até o pico das curvas de diferentes CPs com mesma formulação são significativamente distintas e nas curvas das formulações AZS05 e AZS10 são perceptíveis quedas aceleradas da força após atingir o pico, indicadas pelo distanciamento de círculos que marcam os instantes em que as imagens foram capturadas.

4.2 CURVAS DE FORÇA-DESLOCAMENTO HORIZONTAL (CMOD)

A Figura 13 apresenta as curvas de força-deslocamento horizontais, *i.e.*, F_H calculado através da Equação 2 indicada na Seção 2.4 em função do CMOD para as duas faces fotografadas (“CAM1” referente à Câmera 1 e “CAM2” à Câmera 2 após “_” a frente

Figura 12 – Curvas de força vertical *versus* deslocamento vertical do atuador para os CPs (a) ASZ00_01 e ASZ00_02, (b) ASZ05_03 e ASZ05_04, (c) ASZ10_05 e ASZ10_06. Os círculos indicam os instantes em que as imagens foram capturadas.



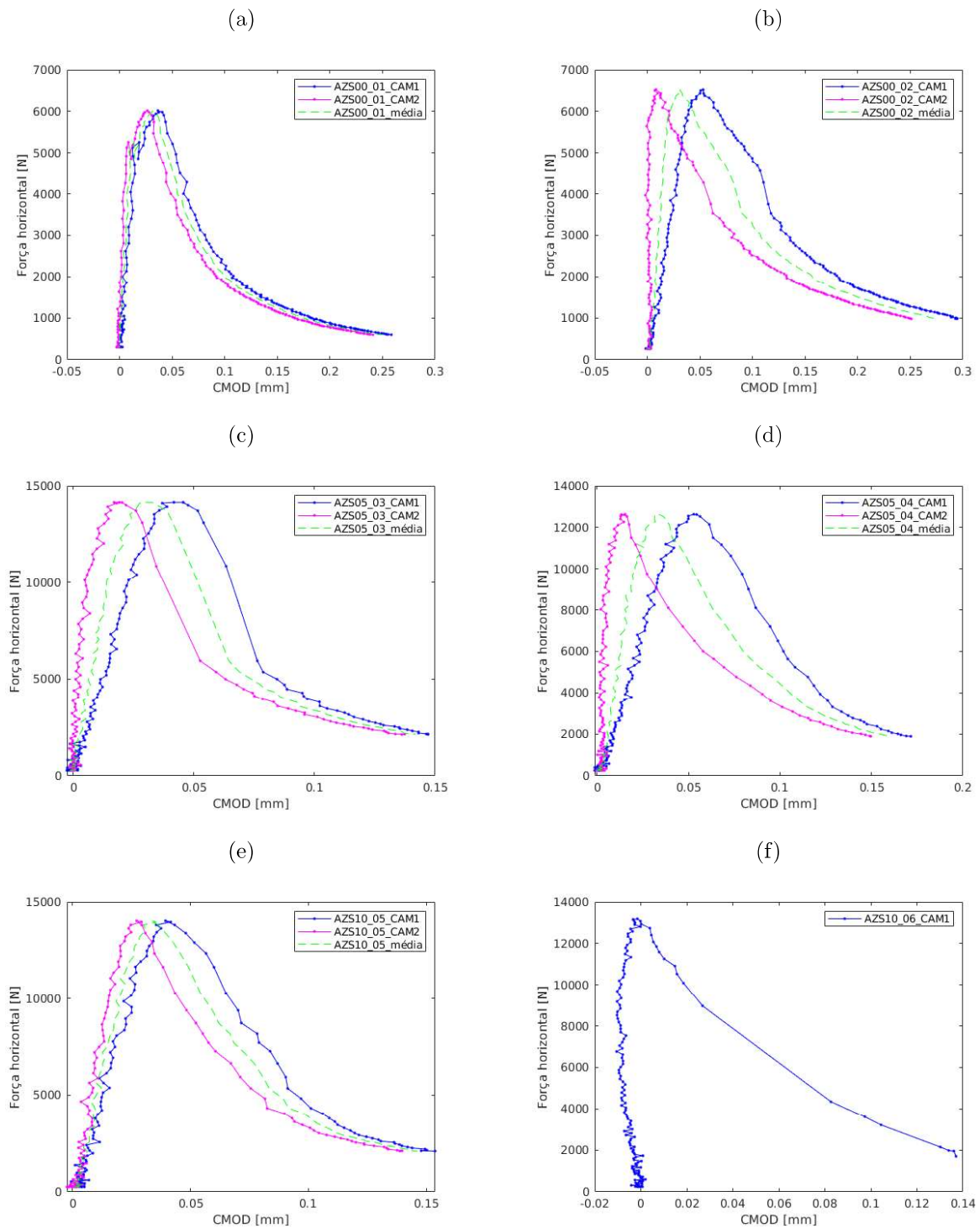
Fonte: Autor.

do nome do CP) e para a média do CMOD entre as faces. No caso do AZS10_06 estão os resultados apenas da face que foi capturada durante todo o ensaio.

É possível perceber que o CMOD calculado para cada face variou significativamente, indicando que a trinca abriu mais para as faces fotografadas pela Câmera 1 do que pela Câmera 2 em todos os CPs. Por conta de concretos refratários possuírem microestrutura heterogênea, é de se esperar que o processo de fratura possa ocorrer de maneira distinta entre as duas faces do CP. Ademais, as bases dos CPs não foram retificadas para planificação, de modo que a rugosidade das bases também pode ter contribuído para disparidade entre os CMODs das diferentes faces.

Observando a Figura 14 (b), pode-se notar que as curvas força horizontal pelo CMOD médio das faces tende a um comportamento mais linear até atingir o pico do que as curvas de força vertical pelo deslocamento vertical observadas na Figura 14 (a). Além disso, a inclinação das curvas até atingir a força máxima entre os diferentes CPs de mesma

Figura 13 – Curvas de força horizontal *versus* CMOD para os CPs (a) AZS00_01 e (b) AZS00_02, (c) AZS05_03 e (d) AZS05_04, (e) AZS10_05 e (f) AZS10_06.

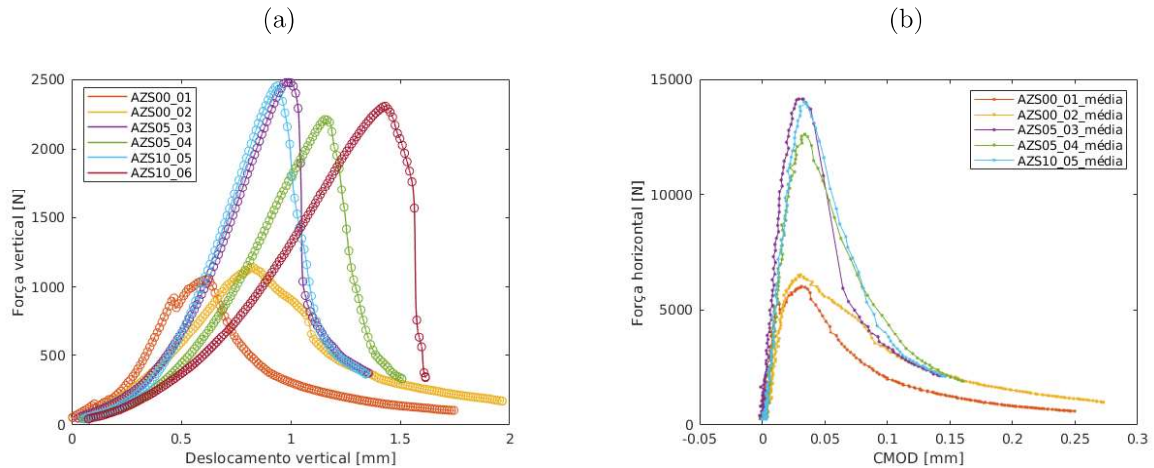


Fonte: Autor.

formulação é similar quando considerado o CMOD, enquanto varia significativamente para os resultados do atuador. A não-linearidade e discrepância entre as inclinações das curvas dos CPs de mesma formulação, quando não é considerado o CMOD, são possivelmente resultados de deslocamentos medidos do aparato experimental que, não necessariamente,

geraram deslocamento nos CPs. Por fim, percebem-se oscilações nas curvas de força horizontal em função do CMOD, possivelmente decorrentes dos níveis baixíssimos de deslocamento, que são mais sensíveis às incertezas inerentes da CID do que deslocamentos maiores.

Figura 14 – (a) Curvas de força vertical *versus* deslocamento vertical do atuador para todos CPs e (b) curvas de força horizontal *versus* a média do CMOD para os CPs AZS00_01, AZS00_02, AZS05_03, AZS05_04 e AZS10_05.



Fonte: Autor.

4.3 ENERGIA DE FRATURA

Na Tabela 3 são apresentados os valores calculados da energia de fratura com base nas curvas de força vertical *versus* deslocamento vertical do atuador ($\gamma_{wof,V}$), força horizontal *versus* CMOD para a face fotografada com a Câmera 1 ($\gamma_{wof,H,CAM1}$) e 2 ($\gamma_{wof,H,CAM2}$) e média dos CMODs das faces ($\gamma_{wof,H}$). Nota-se que os valores de $\gamma_{wof,V}$ são superiores aos de $\gamma_{wof,H}$ por considerar deslocamentos no trabalho de fratura que não estão necessariamente relacionados com trabalho para fraturar o material, mas para deslocar/deformar o aparato experimental. Cabe ressaltar que as forças para os dois casos são com base nas impostas pelo atuador, havendo variação apenas nos deslocamentos (vertical do atuador e CMOD). Levando em consideração as diferenças entre os valores de $\gamma_{wof,V}$ para os diferentes CPs de mesmo formulação tem-se 37, 6 e 39 J/m^2 para as formulações AZS00, AZS05 e AZS10, respectivamente. Em relação às diferenças dos valores de $\gamma_{wof,H}$ para as diferentes faces analisadas tem-se 7, 25, 14, 26 e 27 J/m^2 para os CPs AZS00_01, AZS00_0, AZS05_03, AZS05_04 e AZS10_05, respectivamente. Por fim, no que tange a diferença entre os valores de $\gamma_{wof,H}$ para os diferentes CPs de mesma formulação tem-se 17 e 3 J/m^2 para as formulações AZS00 e AZS05, respectivamente.

Tabela 3 – Energias de fratura calculadas para os CPs submetidos ao método da cunha.

CP	$\gamma_{wof,V}[J.m^{-2}]$	$\gamma_{wof,H,CAM1}[J.m^{-2}]$	$\gamma_{wof,H,CAM2}[J.m^{-2}]$	$\gamma_{wof,H}[J.m^{-2}]$
AZS00_01	84	75	68	71
AZS00_02	121	111	86	98
AZS05_03	126	102	88	95
AZS05_04	132	111	85	98
AZS10_05	124	107	90	99
AZS10_06	163	94	-	-

Apesar do CP AZS10_06 ter apresentado maior valor de $\gamma_{wof,V}$, a diferença entre os valores para a formulação AZS10 é muito elevado se comparado à variação de $\gamma_{wof,V}$ da formulação AZS05 (mais que 6 vezes). Para o $\gamma_{wof,H}$, a diferença entre os valores da formulação AZS05 também foi o menor entre os resultados obtidos.

Como média das energias de fratura entre CPs de mesma formulação tem-se:

- média do $\gamma_{wof,V}$ entre o AZS00_01 e AZS00_02: $102,5 J/m^2$;
- média da $\gamma_{wof,H}$ entre o AZS00_01 e AZS00_02: $84,5 J/m^2$;
- média da $\gamma_{wof,V}$ entre o AZS05_03 e AZS05_04: $129 J/m^2$;
- média da $\gamma_{wof,H}$ entre o AZS00_03 e AZS00_04: $96,5 J/m^2$;
- média da $\gamma_{wof,V}$ entre o AZS10_05 e AZS10_06: $143,5 J/m^2$;
- média da $\gamma_{wof,H}$ entre o AZS10_05 e AZS10_06: $99 J/m^2$ (a média considerada foi o $\gamma_{wof,H}$ do AZS10_05).

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS E CONCLUSÃO

A partir da aplicação do método da cunha aliado à técnica de correlação de imagens digitais foi possível determinar a energia de fratura com base nas curvas de força vertical *versus* deslocamento vertical do atuador e a partir de curvas de força horizontal *versus* CMOD medido pela CID. Foi possível perceber que os valores variam a depender das curvas consideradas no cálculo da energia de fratura, no qual os valores de $\gamma_{wof,V}$ medidos são superiores aos valores de $\gamma_{wof,H}$ devido a deslocamentos do aparato experimental considerados no deslocamento vertical e não no CMOD.

A importância de adquirir imagens das duas faces de interesse no método da cunha também é ressaltada com os resultados desse trabalho. Variações significativas nos valores dos CMODs entre diferentes faces de um mesmo CP são observadas, possivelmente decorrentes das heterogeneidades dos concretos refratários e a falta de retífica das bases dos CPs que causaram desalinhamento da base, podendo ter influência na variação dos resultados entre diferentes faces de um mesmo CP e diferentes CPs de mesmas formulações.

Apesar da discrepância entre os valores das energias de fratura para CPs com mesma formulação dificultar uma determinação precisa da influência da variação do teor de agregado de AZS, é notório que a adição de agregados de AZS reciclados em concretos refratários contribui para aumentar a energia de fratura ao se comparar os valores médios de $\gamma_{wof,V}$ e $\gamma_{wof,H}$ entre CPs de mesma formulação, onde o maior teor de agregados (10 m.%) implicou em maior aumento das energias de fratura. Assim, existem evidências de que aumento nos teores de agregados de AZS contribui para aumentos da energia de fratura de concretos aluminosos.

REFERÊNCIAS

- BÜCHEL, G.; LIU, X.; BUHR, A.; DUTTON, J. Review of tabular alumina as high performance refractory material. **Interceram Refractories Manual**, p. 6–12, 2007.
- CUNHA-DUNCAN, F. N.; BRADT, R. C. Fratura de refratários. **Cerâmica**, Associação Brasileira de Cerâmica, v. 49, n. 312, p. 199–215, Oct 2003. ISSN 0366-6913.
- DAI, Y.; HARMUTH, H.; JIN, S.; GRUBER, D.; LI, Y. R-curves determination of ordinary refractory ceramics assisted by digital image correlation method. **Journal of the European Ceramic Society**, Elsevier, 2020.
- HARMUTH, H. Stability of crack propagation associated with fracture energy determined by wedge splitting specimen. **Theoretical and Applied Fracture Mechanics**, Elsevier, v. 23, p. 103–108, 1995.
- HARMUTH, H.; TSCHEGG, E. K. A fracture mechanics approach for the development of refractory materials with reduced brittleness. **Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures**, Wiley Online Library, v. 20, n. 11, p. 1585–1603, 1997.
- HILD, F.; ROUX, S. Digital image correlation: from displacement measurement to identification of elastic properties - a review. **Strain**, v. 42, p. 69–80, 2006.
- KHLIFI, I.; POP, O.; DUPRÉ, J.-C.; DOUMALIN, P.; HUGER, M. Investigation of microstructure-property relationships of magnesia-hercynite refractory composites by a refined digital image correlation technique. **Journal of the European Ceramic Society**, Elsevier, v. 39, n. 13, p. 3893–3902, 2019.
- LEE, W. E.; MOORE, R. E. Evolution of in situ refractories in the 20th century. **Journal of the American Ceramic Society**, Wiley Online Library, v. 81, n. 6, p. 1385–1410, 1998.
- LEE, W. E.; VIEIRA, W.; ZHANG, S.; AHARI, K. G.; SARPOOLAKY, H.; PARR, C. Castable refractory concretes. **International Materials Reviews**, v. 46, n. 3, p. 145–167, 2001.
- LEVIN, E. M.; MCMURDIE, H. F.; ROBBINS, C. R. **Phase diagrams for ceramists.**[Vol. 1]. [S.l.]: American ceramic society, 1964.
- MIYAJI, D. Y. **Concretos refratários contendo agregados eutéticos eletrofundidos: Energia de fratura e resistência ao dano por choque térmico.** Tese (Doutorado) — Universidade Federal de São Carlos - Brasil, 2012.
- OLIVEIRA, T.; SANTOS, M.; ANGELICO, R.; PANDOLFELLI, V. Thermo-mechanical finite element analysis of a fused cast AZS block applied to a glass melting furnace during the heating step. **Ceramics International**, v. 48, n. 14, p. 20534–20545, 2022. ISSN 0272-8842.
- RIBEIRO, S.; RODRIGUES, J. A. The influence of microstructure on the maximum load and fracture energy of refractory castables. **Ceramics International**, Elsevier, v. 36, n. 1, p. 263–274, 2010.

SANTOS, S. F. d. **Determinação da energia de fratura em materiais cerâmicos em altas temperaturas.** Tese (Doutorado) — Universidade Federal de São Carlos, 2005.

STAFUZZA, D. B. D.; RODRIGUES, J. A.; MIYAJI, D.; CANTO, R. B. Aplicação da técnica de correlação de imagens digitais ao método da cunha de energia de fratura em concretos refratários. In: **Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais - 20° CBECiMat.** Joinville: [s.n.], 2012. p. 2300–2307. In Portuguese.

SUTTON, M. A.; MCNEILL, S. R.; HELM, J. D.; CHAO, Y. J. Advances in two-dimensional and three-dimensional computer vision. In: **Photomechanics.** [S.l.: s.n.], 2000, (Topics in Applied Physics, v. 77). p. 323–372.

VARGAS, R.; NEGGERS, J.; CANTO, R. B.; RODRIGUES, J. A.; HILD, F. Analysis of wedge splitting test on refractory castable via integrated DIC. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 36, n. 16, p. 4309–4317, 2016. ISSN 0955-2219.

VARGAS, R.; NEGGERS, J.; CANTO, R. B.; RODRIGUES, J. A.; HILD, F. Analysis of a castable refractory using the wedge splitting test and cohesive zone model. **Journal of the European Ceramic Society**, Elsevier, v. 39, n. 13, p. 3903–3914, 2019.

VARGAS, R.; PINELLI, X.; SMANIOTTO, B.; HILD, F.; CANTO, R. B. On the effect of sintering temperature on fracture energy of Alumina-Mullite-Zirconia castable at 600°C. **Journal of the European Ceramics Society**, v. 41, n. 7, p. 4406–4418, 2021.