

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**DETERMINAÇÃO DA ENERGIA DE FRATURA EM MATERIAIS CERÂMICOS
EM ALTAS TEMPERATURAS**

Sérgio Francisco dos Santos

São Carlos - SP

2005

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**DETERMINAÇÃO DA ENERGIA DE FRATURA EM MATERIAIS CERÂMICOS
EM ALTAS TEMPERATURAS**

Sérgio Francisco dos Santos

**Tese apresentada ao Programa de Pós-
Graduação em Ciência e Engenharia de
Materiais como requisito parcial à
obtenção do título de DOUTOR EM
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS.**

Orientador: Prof. Dr. José de Anchieta Rodrigues

Agência Financiadora: CNPq

São Carlos - SP

(2005)

**Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da
Biblioteca Comunitária/UFSCar**

S237de

Santos, Sérgio Francisco dos.

Determinação da energia de fratura em materiais
cerâmicos em altas temperaturas / Sérgio Francisco dos
Santos. -- São Carlos : UFSCar, 2005.

189 p.

Tese (Doutorado) -- Universidade Federal de São Carlos,
2005.

1. Materiais refratários. 2. Cerâmica. 3. Choque térmico.
4. Energia total de fratura. 5. Fluência. I. Título.

CDD: 620.143 (20^a)

Dedicatória

Aos meus pais: João e Elza.

VITAE DO CANDIDATO

Mestre em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos (1999), Bacharel em Física, pela Universidade de São Paulo, Instituto de Física de São Carlos (1995).

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA TESE DE DOUTORADO DE**SÉRGIO FRANCISCO DOS SANTOS**

APRESENTADA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS, UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS, EM 11 DE MARÇO DE 2005.

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. José de Anchieta Rodrigues
Orientador
PPG-CEM/UFSCar

Prof. Dr. Dirceu Spinelli
EESC/USP

Prof. Dr. José Carlos Bressiani
CNEN/IPEN

Prof. Dr. Walter Libardi
PPG-CEM/UFSCar

Prof. Dr. Anselmo Ortega
Boschi
PPG-CEM/UFSCar

AGRADECIMENTOS

À minha família (pais, irmãos, cunhados e sobrinhos) pelo encorajamento, entusiasmo e confiança nestes anos todos.

Ao Prof. Dr. José de Anchieta Rodrigues pelo constante incentivo, capacidade de sua orientação e apoio sempre que foi necessário.

Aos colegas do GEMM (Grupo de Engenharia de Microestrutura de Materiais) pelo espírito profissional, cooperação e ambiente agradável de trabalho.

Ao Programa de Pós-Graduação de Ciência e Engenharia de Materiais e ao Departamento de Engenharia de Materiais pela oportunidade de desenvolver o doutorado e o apoio recebido de seus colaboradores.

Ao CNPq e à FAPESP pelo suporte financeiro.

À Alcoa alumínio S/A, à Magnesita S/A, à Cerâmica Saffran S/A, à Owens Corning e à Petrobras (em especial ao Eng. Flávio A. S. Serra) pelo apoio conferido.

Ao Dr. Eduardo Bellini Ferreira pelas discussões e sugestões que contribuíram significativamente para o trabalho.

Ao Dr. Carlos Triveño Rios pela colaboração na caracterização microestrutural em microscópio eletrônico de varredura.

Aos amigos Mario Massayuki Akiyoshi, Juscileide Nascimento dos Santos, Jandira Ferreira de Jesus Rossi, Cláudio Geraldo Schön, Mauricio Gomes da Silva, Arturo Rodrigo Ferreira Pardo, Amélia Severino F. E. Santos, Regina Helena Granja, Cassiane Desiderá, Zeno Pereira, Marcelo Massayoshi Ueki e Rosana Bruschini pelo próspero e virtuoso convívio.

RESUMO

Neste trabalho, o objetivo principal foi determinar a energia de fratura em materiais cerâmicos, em particular refratários, em temperaturas elevadas e averiguar a interferência da fluência sobre esta medida. Para tanto, foram projetados e preparados compósitos contendo aluminas eletrofundidas e calcinadas, alumina hidratável como ligante e, com e sem, fibras moídas de um vidro de $\text{SiO}_2\text{-CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-MgO}$. Com este material, colocando teores conhecidos de vidro, foi simulado um concreto refratário à base de alumina contendo fase vítrea que na prática são formulações contendo cimento de aluminato de cálcio, microssílica e impurezas típicas dessas matérias-primas. Além destes compósitos foram avaliados dois refratários comerciais. Foram realizadas caracterizações físicas e mecânicas, a saber, refratariedade-sob-carga, módulo de ruptura, módulo de Young e coeficiente de dilatação térmica linear. A energia de fratura foi obtida através de ensaios de flexão a três pontos com propagação estável de trinca. As curvas de fluência foram obtidas sob carregamento de compressão e de flexão a três pontos. Foi utilizado o conceito de taxa de energia de deformação de fluência tanto para avaliar semi-quantitativamente a fluência quanto para propor uma descrição analítica para a energia de fratura em temperaturas elevadas. Os resultados indicam que a energia de fratura passa por um máximo na faixa de temperatura em que ocorre uma transição de comportamento mecânico frágil-dúctil de materiais cerâmicos que contêm fase vítrea na microestrutura. Nesta transição pontes de fase vítrea contribuem para o aumento da energia média dissipada para a propagação de uma trinca e a geração de duas superfícies de fratura. Por conseqüência, estes resultados influenciam fortemente os parâmetros de resistência ao dano por choque térmico.

EVALUATION OF THE ENERGY OF FRACTURE IN CERAMIC MATERIALS AT HIGH TEMPERATURES

ABSTRACT

In this work, the main objective was to determine the energy of fracture in ceramic materials, focused on refractories, at high temperatures and to inquire the interference of the creep on this measurement. Therefore, castable containing white fused and calcined aluminas, hydrated alumina as a binder, with and without, a glass of $\text{SiO}_2\text{-CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-MgO}$ was designed. This material can simulate the real situation of refractory castables that present possible glassy phase formation due to the presence of cement, silica fume and impurities of raw materials. In addition to this material two commercial refractories were also characterized. Physical characterizations, refractoriness under load, modulus of rupture, Young's modulus and coefficient of linear thermal expansion were evaluated. The energy of fracture was measured through stable crack propagation in three-point bending tests. The creep curves were obtained in three-point bending and compression tests. The concept of rate of energy of creep deformation was used to evaluate creep semi-quantitatively as well as to consider a description for the energy of fracture at high temperatures. The results indicate that a maximum in the energy of fracture measured through stable crack propagation under three-point bending tests occurs as a function of temperature. For this case it will exist a range of temperature at which the material will suffer a transition from brittle to ductile behaviour due to the presence of glassy phase in the microstructure. In the transition, bridges of glassy phase contribute for the increase of the average energy for crack propagation. Consequently, these results have strong influence on the thermal shock damage resistance parameters.

PUBLICAÇÕES

SANTOS, Sérgio Francisco; RODRIGUES, José de Anchieta. Contribuição da fluência sobre a energia total de fratura de refratários em altas temperaturas.. In: ENCONTRO DE REFRATARISTAS E USUÁRIOS DE REFRATÁRIOS: REFRATÁRIOS PARA ACIARIA, 3º, 2003, Belo Horizonte, MG, **Anais...**Belo Horizonte: Associação Brasileira de Cerâmica, 2003, p. 1-9.

SANTOS, Sérgio Francisco; RODRIGUES, José de Anchieta. Parâmetros de resistência ao dano por choque térmico em altas temperaturas de refratário de $Al_2O_3-SiO_2$.. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 48º, 2004, Curitiba, PR, **Anais...**Curitiba: Associação Brasileira de Cerâmica, 2004. p. 80801-80812.

RODRIGUES, José de Anchieta; SANTOS, Sérgio Francisco; PANDOLFELLI, Victor Carlos. Brittle-ductile transition of an $Al_2O_3-SiO_2$ refractory material. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON ADVANCES IN REFRACTORIES FOR METALLURGICAL INDUSTRIES, 4th, 2004, Hamilton, Ontario, Canada. **Proceedings...**Hamilton: Edited by M. Rigaud and C. Allaire, Canadian Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum, Montreal, Canada, 2004, p. 617-630.

RODRIGUES, José de Anchieta; SANTOS, Sérgio Francisco. Brittle-ductile transition of alumina-glass castables.. In: INTERNATIONAL COLLOQUIUM ON REFRACTORIES: REFRACTORIES FOR METALLURGY, 47th, 2004, Aachen, Germany. **Proceedings...**Düsseldorf: Verlag Stahleisen GmbH, 2004. p. 81-84.

SANTOS, Sérgio Francisco; RODRIGUES, José de Anchieta. Fluência sob flexão a três pontos em refratários. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 49º, 2005, São Pedro, SP. **Anais...** “Submetido”.

SUMÁRIO

BANCA EXAMINADORA	I
AGRADECIMENTOS	III
ABSTRACT	VII
PUBLICAÇÕES	IX
SUMÁRIO	XI
ÍNDICE DE TABELAS	XV
ÍNDICE DE FIGURAS	XVII
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS	XXIX
1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO DA LITERATURA	3
2.1 Conceito e medida da energia de fratura	3
2.2 Energia de fratura em altas temperaturas	8
2.3 Parâmetros de resistência ao dano por choque térmico	18
2.4 Conceito e medida da fluência	22
2.4.1 Mecanismos de fluência em cerâmicas	25
2.4.2 Aspectos gerais dos mecanismos de fluência em materiais cerâmicos	31
2.4.3 Crescimento de trinca por danos de fluência	32
3 OBJETIVO DO TRABALHO	39
4 MATERIAIS E MÉTODOS	41
4.1 Materiais	41
4.1.1 Compósito alumina-vidro	41
4.1.1.1 Preparação do compósito alumina-vidro	42
4.1.2 Refratários sílico-aluminoso e aluminoso	48
4.2 Caracterizações físicas	49
4.2.1 Porosidade e densidades pelo método de Arquimedes	49

4.2.2	Distribuição de tamanho de poros	50
4.2.3	Difração de raios X	50
4.2.4	Ceramografia e fratografia	51
4.2.5	Análise térmica diferencial e termogravimétrica	51
4.2.6	Calorimetria diferencial de varredura	52
4.3	Caracterizações termomecânicas	52
4.3.1	Módulo de ruptura a quente	52
4.3.2	Refratariedade-sob-carga	53
4.3.3	Coeficiente de dilatação térmica linear	55
4.3.4	Módulo de Young em função da temperatura	55
4.3.5	Ensaio de fluência sob compressão	56
4.3.6	Ensaio de fluência sob flexão a três pontos	57
4.3.7	Ensaio de energia de fratura em altas temperaturas	58
4.4	Análise de tensões pelo método dos elementos finitos	61
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	64
5.1	Compósitos alumina-vidro	64
5.1.1	Compósitos alumina-vidro: Caracterizações físicas	64
5.1.2	Compósitos alumina-vidro: Caracterizações termomecânicas	81
5.1.2.1	Compósitos alumina-vidro: Refratariedade-sob-carga	81
5.1.2.2	Compósitos alumina-vidro: Módulo de ruptura	83
5.1.2.3	Compósitos alumina-vidro: Módulo de Young	85
5.2	Refratário sílico-aluminoso	87
5.2.1	Refratário sílico-aluminoso: Caracterizações físicas	87
5.2.2	Refratário sílico-aluminoso: Caracterizações termomecânicas	91
5.2.2.1	Refratário sílico-aluminoso: Refratariedade-sob-carga	91
5.2.2.2	Refratário sílico-aluminoso: Módulo de ruptura	92
5.2.2.3	Refratário sílico-aluminoso: Módulo de Young	94
5.3	Refratário aluminoso	95
5.3.1	Refratário aluminoso: Caracterizações físicas	95
5.3.2	Refratário aluminoso: Caracterizações termomecânicas	99
5.3.2.1	Refratariedade-sob-carga: refratário aluminoso	99

5.3.2.2 Refratário aluminoso: Módulo de ruptura	100
5.3.2.3 Refratário aluminoso: Módulo de Young	102
5.4 Aspectos gerais das caracterizações físicas e termomecânicas dos materiais estudados	103
5.5 Fluência sob compressão e sob flexão a três pontos	104
5.5.1 Taxa de energia de fluência	110
5.5.2 Medida da taxa média da energia de fluência	113
5.6 Energia de fratura em altas temperaturas	122
5.6.1 Compósitos alumina-vidro: Energia de fratura	123
5.6.2 Refratário sílico-aluminoso: Energia de fratura	128
5.6.3 Refratário aluminoso: Energia de fratura	134
5.6.4 Considerações gerais sobre a medida da energia de fratura em altas temperaturas	138
5.7 Parâmetros R''' e R_{st}	143
5.7.1 Compósitos alumina-vidro: Parâmetros R''' e R_{st}	144
5.7.2 Refratário aluminoso: Parâmetros R''' e R_{st}	147
6 CONCLUSÕES	150
7 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS	152
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	154
APÊNDICE A: Aspectos gerais sobre o equipamento de módulo de ruptura a quente, HBST 422, para se medir energia de fratura e fluência sob flexão a três pontos.....	163
APÊNDICE B: Tabelas dos valores de frequências, flexional e torcional, obtidos no ensaio de módulos elásticos pelo método de ressonância de barra.....	173
APÊNDICE C: Fluência sob compressão.....	177
APÊNDICE D: Fluência sob flexão a três pontos.....	181

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1 Composição química dos refratários comerciais para alto forno, em %-peso [21].	14
Tabela 2.2 Composição química dos refratários comerciais empregados no trabalho de Alapin et al., em %-peso, e as suas respectivas fases [14].....	17
Tabela 4.1 Formulação dos compósitos alumina-vidro.	45
Tabela 4.2 Formulação das matrizes dos compósitos alumina-vidro.....	46
Tabela 4.3. Composição química das fibras de vidro TEM-14 da Owens Corning Brasil.	46
Tabela 4.4 Composição química dos refratários sílico-aluminoso e aluminoso.....	48
Tabela 4.5 Dimensões nominais dos corpos-de-prova utilizadas para o ensaio de propagação estável de trinca.....	59
Tabela 5.1 Porosidade aparente, P.A., massa específica aparente da parte sólida, M.E.A.S., e massa específica aparente, M.E.A., dos compósitos alumina-vidro.	65
Tabela 5.2 Módulo de ruptura, σ_f , e os correspondentes desvios padrões, em função da temperatura dos materiais C0, C10 e C20.....	84
Tabela 5.3 Módulo de Young, E, e os correspondentes desvios padrões, medido por ressonância de barra em função da temperatura dos materiais C0, C10 e C20.	86
Tabela 5.4 Porosidade aparente, P.A., massa específica aparente da parte sólida, M.E.A.S., e massa específica aparente, M.E.A., do refratário sílico-aluminoso.	88
Tabela 5.5 Módulo de ruptura, σ_f , e os correspondentes desvios padrões, em função da temperatura do refratário sílico-aluminoso.....	93
Tabela 5.6 Módulo de Young, E, e os correspondentes desvios padrões, em função da temperatura do refratário sílico-aluminoso.....	95
Tabela 5.7 Porosidade aparente, P.A., massa específica aparente da parte sólida, M.E.A.S., e massa específica aparente, M.E.A., do refratário aluminoso.	96

Tabela 5.8 Módulo de ruptura, σ_f , e os correspondentes desvios padrões, em função da temperatura do refratário aluminoso.....	101
Tabela 5.9 Módulo de Young, E , e os correspondentes desvios padrões, em função da temperatura do refratário aluminoso.....	103
Tabela 5.10 Energia de fratura, γ_{Wof} , em função da temperatura dos compósitos alumina-vidro.....	125
Tabela 5.11 Valores do trabalho realizado até a carga máxima atingida no teste de propagação estável de trinca do refratário sílico-aluminoso. O trabalho relativo tem como referência aquele realizado em temperatura ambiente.	132
Tabela 5.12 Energia de fratura, γ_{Wof} , em função da temperatura do refratário aluminoso.....	136
Tabela 5.13 Valores dos parâmetros de resistência ao dano por choque térmico e do coeficiente de dilatação térmica linear dos compósitos alumina-vidro.....	146
Tabela 5.14 Valores dos parâmetros de resistência ao dano por choque térmico e do coeficiente dilatação térmica linear do refratário aluminoso.....	149

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Esquema de um sistema de flexão a três pontos com um corpo de prova com entalhe Chevron. C_M e $C_s(\alpha')$ são as flexibilidades da máquina de ensaio e do corpo de prova, respectivamente. α' é a razão entre a' e d e V_M é a velocidade de deslocamento do atuador da máquina.	5
Figura 2.2 Esquema de um ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha. Adaptada da referência [13].	6
Figura 2.3 Vista frontal e lateral de um corpo-de-prova para o ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha, com destaque para a área de ligação que é definida pela largura b e altura h	7
Figura 2.4 Dependência da energia de fratura com a temperatura para refratários comerciais. Dentro da mesma classe os materiais apresentam diferentes composições químicas. (a) e (b) adaptadas da referência [20].	10
Figura 2.5 Dependência da energia de fratura com a temperatura para refratários com 95% de teor de MgO. Os compostos J e N contêm diferentes composições químicas. Adaptada da referência [20].	11
Figura 2.6 Dependência da energia de fratura com a temperatura para refratários sílico-aluminosos. Cada composto contém diferentes composições químicas. Adaptada da referência [20].	11
Figura 2.7 Comportamento do trabalho de fratura em função da temperatura para materiais contendo 78% de Al_2O_3 com e sem 3% de Cr_2O_3 , respectivamente, C80CR e C80. Adaptada da referência [2].	12
Figura 2.8 Dependência do trabalho de fratura com a temperatura para refratários formulados com matérias-primas naturais e sintéticas, D70 e K80, respectivamente [3].	14
Figura 2.9 Dependência do trabalho de fratura com a temperatura para vários tipos de refratários. Os ensaios foram realizados nas mesmas temperaturas de sinterização dos materiais. Adaptada da referência [21].	15

Figura 2.10	Curvas, carga em função do deslocamento, obtidas em várias temperaturas de ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha. Adaptada da referência [14].	16
Figura 2.11	Dependência da tensão máxima com a temperatura para todos os refratários ensaiados pelo método da cunha. Adaptada da referência [14].	16
Figura 2.12	Dependência do valor da energia de fratura com a temperatura, obtido pelo método da cunha. Adaptada da referência [14].	17
Figura 2.13	Parâmetro de resistência ao dano por choque térmico, R_{st} , em função da temperatura dos refratários D70 e K80. Adaptada da referência [3].	20
Figura 2.14	Parâmetro de resistência ao dano por choque térmico, R_{st} , em função da temperatura dos refratários C80 e C80CR. Adaptada da referência [2].	21
Figura 2.15	Parâmetro de resistência ao dano por choque térmico, R'' , em função da temperatura dos refratários C80 e C80CR. Adaptada da referência [2].	21
Figura 2.16	Diagrama da deformação em função do tempo mostrando a variação do comportamento de fluência em função da temperatura e da tensão [28].	23
Figura 2.17	Esquema mostrando a transferência de soluto da fase vítrea da interface A-A' para a interface B-B'. δ_v é a espessura da fase vítrea e d_g é o diâmetro do grão. Adaptado da referência [43].	29
Figura 2.18	Esquema de uma microestrutura idealizada com fase vítrea no contorno de grão. l é o lado do hexágono e δ_v é a espessura do contorno de grão.	29
Figura 2.19	Ilustração esquemática dos diferentes estágios de fluência, primário, secundário e terciário, na ponta da trinca, em função da distribuição da tensão, σ_1 , σ_2 e σ_3 ao longo de uma amostra. Adaptada da referência [55].	33
Figura 2.20	Esquema do crescimento da trinca por difusão. Adaptado da referência [56].	34

Figura 2.21 Ilustração da extensão de trinca devido à presença de uma fase de baixa viscosidade. A energia interfacial está representada por γ_s . Adaptado da referência [56].	35
Figura 2.22 Propagação da trinca pelo rompimento de pontes viscoelásticas. Adaptada da referência [56].	35
Figura 2.23: (a) Esquema mostrando o avanço da trinca através de uma região que sofreu danos por fluência. (b) gráfico esquemático que mostra a expansão da trinca em função do tempo de fluência. Adaptado da referência [56].	36
Figura 2.24 Esquema da tensão aplicada em função do tempo até a ruptura em fluência, indicando as faixas de tensão em que ocorre a expansão e o arredondamento da ponta da trinca e/ou os danos por fluência [17].	37
Figura 4.1 Distribuição discreta de tamanho de partículas das matérias-primas usadas na formulação dos compósitos alumina-vidro.	44
Figura 4.2 As distribuições acumuladas das formulações dos compósitos alumina-vidro e a curva alvo com o coeficiente de distribuição de Andreassen igual a 0,21, formuladas no programa PSDesigner 2.0.	44
Figura 4.3 Micrografia eletrônica de varredura das fibras moídas de vidro de TEM-14, como recebidas.	47
Figura 4.4 Foto do equipamento de módulo de ruptura a quente, modelo HBST 422, da Netzsch.	53
Figura 4.5 Foto do equipamento de refratariedade-sob-carga, modelo RUL 421E, da Netzsch.	54
Figura 4.6 Esquema da parte interna do forno do equipamento de refratariedade-sob-carga da Figura 4.5.	54
Figura 4.7 Esquema da curva carga, P, em função do deslocamento, Δ , de um ensaio de propagação estável de trinca, indicando a região integrada sob a curva e o deslocamento final, Δ_f , correspondente à carga com valor de 10% da carga máxima atingida no ensaio.	60
Figura 4.8 Esquema de um corpo-de-prova sendo ensaiado sob flexão a três pontos, realizado em uma temperatura elevada.	61

Figura 5.1 Distribuição discreta de tamanhos de poros dos materiais C0, C10 e C20 determinada pelo método de porosimetria de mercúrio.....	66
Figura 5.2 Porcentagem acumulada de poros em função do diâmetro equivalente de poros dos materiais C0, C10 e C20.	66
Figura 5.3 Micrografia eletrônica de varredura de uma fibra de vidro utilizada nos compósitos C10 e C20.	67
Figura 5.4 Micrografia da microestrutura do material C0. Em destaque as falhas e a porosidade na interface matriz-agregado.....	67
Figura 5.5 Micrografia da microestrutura do compósito C10 mostrando os poros formados pelas fibras de vidro.	68
Figura 5.6 Micrografia da microestrutura do compósito C20 mostrando os poros oriundos das fibras de vidro. Em destaque um resto de fibra de vidro em um poro.	68
Figura 5.7 Difratoograma da matriz M0, tratada termicamente a 1400 °C por 1 hora.....	70
Figura 5.8 Difratoograma da matriz M10, tratada termicamente a 1400 °C por 1 hora.....	70
Figura 5.9 Difratoograma da matriz M20, tratada termicamente a 1400 °C por 1 hora.....	71
Figura 5.10 Diagrama de fase ternário do sistema $Al_2O_3-SiO_2-CaO$. Em destaque o ponto que corresponde a formulação baseado nos principais componentes químicos do vidro e o triângulo de compatibilidade Cristobalita-Pseudowollastonita-Anortita [68].	71
Figura 5.11 Diagrama de fase do sistema quartenário $Na_2O-CaO-Al_2O_3-SiO_2$; sendo que as abreviaturas P, W, Me, Ne, Liq. significam, respectivamente, pseudowollastonita, wollastonita, melilita, nefelina e líquido [69].....	72
Figura 5.12 Espectroscopia de dispersão de energia da microestrutura do compósito C10. Mapeamentos dos elementos: Al, Si, e Ca.	72
Figura 5.13 Espectroscopia de dispersão de energia da microestrutura do compósito C20. Mapeamentos dos elementos: Al, Si, e Ca.	73

Figura 5.14 Calorimetria diferencial de varredura, DSC, das fibras de vidro TEM 14 com taxa de aquecimento de 5 °C/min.	74
Figura 5.15 Difractogramas de raios-X das fibras de vidro TEM-14, em três situações distintas.	75
Figura 5.16 Micrografia da microestrutura do material C0. Destaca-se a interface matriz-agregado com falhas e porosidade.	77
Figura 5.17 Micrografia da microestrutura do compósito C10.	78
Figura 5.18 Micrografia da microestrutura do compósito C20.	78
Figura 5.19 Análise térmica diferencial, ATD, e termogravimetria da matriz M0.	79
Figura 5.20 Análise térmica diferencial, ATD, e termogravimetria da matriz M10.	80
Figura 5.21 Análise térmica diferencial, ATD, e termogravimetria da matriz M20.	80
Figura 5.22 Refratariedade-sob-carga das matrizes M0, M10 e M20. As curvas foram corrigidas subtraindo-se a dilatação térmica sofrida pelos corpos-de-prova durante o aquecimento.	82
Figura 5.23 Refratariedade-sob-carga dos materiais completos C0, C10 e C20. As curvas foram corrigidas subtraindo-se a dilatação térmica sofrida pelos corpos-de-prova durante o aquecimento.	83
Figura 5.24 Módulo de ruptura em função da temperatura dos materiais C0, C10 e C20.	84
Figura 5.25 Módulo de Young medido por ressonância de barra em função da temperatura dos materiais C0, C10 e C20.	86
Figura 5.26 Distribuição de tamanho e a porcentagem acumulada de poros obtidas pela porosimetria de mercúrio do refratário sílico-aluminoso.	88
Figura 5.27 Difractograma de raios-X do refratário sílico-aluminoso.	89
Figura 5.28 Micrografia eletrônica de varredura da microestrutura do refratário sílico-aluminoso indicando o quartzo e uma partícula de TiO ₂	89
Figura 5.29 Micrografia eletrônica de varredura da microestrutura do refratário sílico-aluminoso destacando a mulita.	90
Figura 5.30 Análise térmica diferencial e termogravimetria do refratário sílico-aluminoso.	91

Figura 5.31 Curva de refratariedade-sob-carga do refratário sílico-aluminoso corrigida subtraindo-se a dilatação térmica sofrida pelo corpo de prova durante o aquecimento.....	92
Figura 5.32 Módulo de ruptura em função da temperatura do refratário sílico-aluminoso.....	93
Figura 5.33 Módulo de Young em função da temperatura do refratário sílico-aluminoso.....	94
Figura 5.34 Distribuição de tamanho e porcentagem acumulada de poros do refratário aluminoso.	96
Figura 5.35 Difratoograma de raios-X do refratário aluminoso.....	97
Figura 5.36 Micrografia eletrônica de varredura por espalhamento de elétrons da microestrutura do refratário aluminoso. As flechas indicam as microtrincas nos agregados.	98
Figura 5.37 Micrografia eletrônica de varredura por espalhamento de elétrons da microestrutura do refratário aluminoso. Destaca-se a fraca interface entre agregado e matriz, além dos poros em um agregado.....	98
Figura 5.38: Análise térmica diferencial e termogravimetria do refratário aluminoso.....	99
Figura 5.39 Curva de refratariedade-sob-carga do refratário aluminoso corrigida subtraindo-se a dilatação térmica sofrida pelo corpo de prova durante o aquecimento.	100
Figura 5.40 Módulo de ruptura em função da temperatura do refratário aluminoso.....	101
Figura 5.41 Módulo de Young em função da temperatura do refratário aluminoso.....	102
Figura 5.42 Curvas de fluência sob flexão a três pontos, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C0.	105
Figura 5.43 Taxas de fluência sob flexão a três pontos em função da deformação, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C0.	106

- Figura 5.44 Curvas de fluência sob flexão a três pontos, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C10..... 106
- Figura 5.45 Taxas de fluência sob flexão a três pontos em função da deformação, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C10..... 107
- Figura 5.46 Curvas de fluência sob flexão a três pontos, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C20..... 107
- Figura 5.47 Taxas de fluência sob flexão a três pontos em função da deformação, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C20..... 108
- Figura 5.48 Corpos-de-prova do refratário sílico-aluminoso, sem entalhe, deformados por fluência sob flexão em três pontos. (a) Face inferior tracionada, a 1150 °C, com uma tensão de 2,5 MPa e com 935 minutos de ensaio e (b) a lateral do mesmo corpo da parte (a). A foto (c) mostra a face tracionada a 1000 °C e com uma tensão de 18 MPa e com 820 minutos de ensaio e (d) lateral do mesmo corpo da parte (c). 109
- Figura 5.49 Corpo-de-prova do refratário aluminoso, sem entalhe, deformado por fluência sob flexão em três pontos. Foto (a): a lateral do corpo ensaiado, a 1250°C, com uma tensão aplicada de 2,7 MPa na parte inferior e com 375 minutos de ensaio. A foto (b) mostra a face inferior do mesmo corpo. 110
- Figura 5.50 Modelos de elementos finitos de um corpo-de-prova cilíndrico para ensaio de fluência sob compressão. (a) Mostra o carregamento estático uniaxial de 835 N na face superior e os vínculos na face inferior. (b) Apresenta o perfil da distribuição de tensão ao longo do corpo-de-prova, na direção y..... 111
- Figura 5.51 Modelos de elementos finitos de um corpo-de-prova prismático sob flexão a três pontos. (a) Carregamento estático uniaxial de 150 N na face superior e os vínculos nos apoios. (b) Distribuição de tensão ao longo do corpo-de-prova na direção x..... 112

Figura 5.52 Modelo de elementos finitos de um corpo-de-prova prismático com um entalhe inferior e central.....	113
Figura 5.53 Taxas médias de energia de deformação de fluência, Ω_m , em função da temperatura, obtidas dos ensaios de fluência sob compressão, dos compósitos alumina-vidro.	117
Figura 5.54 Taxas de fluência médias em função da temperatura obtidas dos ensaios de fluência sob compressão, dos compósitos alumina-vidro.	117
Figura 5.55 Taxas médias de energia de deformação por fluência, Ω_m , em função da temperatura, obtidas dos ensaios de fluência sob flexão dos compósitos alumina-vidro.....	118
Figura 5.56 Taxas de fluência médias em função da temperatura, obtidas dos ensaios de fluência sob flexão dos compósitos alumina-vidro.	118
Figura 5.57 Taxas médias de energia de deformação por fluência, Ω_m , em função da tensão aplicada, obtidas dos ensaios de fluência sob flexão a três pontos, dos compósitos alumina-vidro.....	119
Figura 5.58 Taxas de fluência médias em função da tensão aplicada, obtidas dos ensaios de fluência sob flexão dos compósitos alumina-vidro. ...	119
Figura 5.59 Taxas médias de energia de deformação de fluência, Ω_m , e taxas de fluência médias, em função da temperatura, obtidas dos ensaios de fluência sob compressão, do refratário sílico-aluminoso.	120
Figura 5.60 Taxas médias de energia de deformação de fluência, Ω_m , e taxas de fluência médias em função da temperatura, obtidas dos ensaios de fluência sob flexão do refratário sílico-aluminoso.....	120
Figura 5.61 Taxas médias de energia de deformação de fluência, Ω_m , e taxas de fluência médias em função da tensão aplicada, obtidas dos ensaios de fluência sob flexão a três pontos para o refratário sílico-aluminoso.....	121
Figura 5.62 Taxas médias de energia de deformação de fluência, Ω_m , e taxas de fluência médias em função da temperatura, obtidas dos ensaios de fluência sob compressão do refratário aluminoso.	121

- Figura 5.63 Taxas médias de energia de deformação de fluência, Ω_m , e taxas de fluência médias em função da temperatura, obtidas dos ensaios de fluência sob flexão a três pontos do refratário aluminoso..... 122
- Figura 5.64 Curvas carga em função do deslocamento obtidas dos ensaios de propagação estável de trinca do material de referência C0..... 123
- Figura 5.65 Curvas carga em função do deslocamento obtidas dos ensaios de propagação estável de trinca do compósito alumina-vidro C10..... 124
- Figura 5.66 Curvas carga em função do deslocamento obtidas dos ensaios de propagação estável de trinca do compósito alumina-vidro C20..... 124
- Figura 5.67 Energia de fratura em função da temperatura dos compósitos alumina-vidro. 125
- Figura 5.68 Micrografias das superfícies de fratura dos corpos-de-prova submetidos ao ensaio de propagação estável de trinca, do material C0, (a) em temperatura ambiente e (b) a 1200 °C..... 126
- Figura 5.69 Micrografias das superfícies de fratura de corpos-de-prova dos compósitos alumina-vidro: (a) C10 ensaiado em temperatura ambiente e (b) a 1200 °C. (c) C20 ensaiado em temperatura ambiente e (d) a 1200 °C..... 127
- Figura 5.70 Micrografia mostrando pontes de fase vítrea em uma superfície de fratura de um corpo-de-prova do compósito C20 de um ensaio de propagação estável de trinca a 1200 °C..... 128
- Figura 5.71 Curvas carga em função do deslocamento obtidas do ensaio de propagação estável de trinca do refratário sílico-aluminoso. (a) Curvas de ensaios realizados de ambiente a 950 °C. (b) Curvas de ensaios realizados de 975 °C a 1100 °C. 129
- Figura 5.72 Superfícies de fratura de corpos-de-prova com entalhe Chevron ensaiados (a) e (b) em temperatura ambiente e (c) e (d) a 1000 °C. (a) e (c) mostram todo o entalhe Chevron (fotografia ótica) e (b) e (d) são imagens ampliadas dentro da região da fratura (MEV). 130
- Figura 5.73 (a) Micrografia mostrando detalhe de uma superfície de fratura de um corpo-de-prova do refratário sílico-aluminoso submetido a um ensaio de propagação estável de trinca a 1000 °C. (b) micrografia

mostra uma ampliação da região indicada na micrografia ao lado. A flecha indica uma microtrinca.....	131
Figura 5.74 Trabalho total realizado pela máquina de ensaio até a carga máxima atingida para o caso do refratário sílico-aluminoso.....	132
Figura 5.75 Micrografia mostrando o detalhe da ponta do entalhe ilustrando as pontes de fase vítrea formadas durante o ensaio de propagação estável de trinca a 1000 °C de um refratário sílico-aluminoso.....	133
Figura 5.76 Curvas carga em função do deslocamento obtidas do ensaio de propagação estável de trincas do refratário aluminoso. (a) Curvas dos ensaios na temperatura ambiente a 900 °C. (b) ensaios realizados de 900 °C a 1200 °C.	135
Figura 5.77 Energia de fratura em função da temperatura do refratário aluminoso.....	136
Figura 5.78 Micrografias de (a) a (d) são da superfície de fratura de um corpo-de-prova submetido a um ensaio de propagação estável de trinca a 1200 °C do refratário aluminoso.....	138
Figura 5.79 Esquema das curvas carga em função do deslocamento do ensaio de propagação estável de trinca afetadas pela temperatura. T_g simboliza a temperatura de transição vítrea de uma fase vítrea.	139
Figura 5.80 (a) Fotografia de um corpo-de-prova do refratário sílico-aluminoso mostrando o entalhe Chevron após o ensaio de energia de fratura a 1000 °C. (b) Vista frontal da ponta do entalhe. (c) Vista lateral do entalhe. (d) Micrografia de um detalhe da ponta do entalhe do mesmo corpo.	141
Figura 5.81 Modelos de elementos finitos de corpos-de-prova, com entalhe Chevron, submetidos a uma carga de 150 N, simulando diferentes estágios de propagação de uma trinca (entalhe Chevron) seguindo a seqüência de (a) para (d). Mostra-se a secção do corpo que passa ao longo do entalhe Chevron.....	142
Figura 5.82 Parâmetro de estabilidade da trinca, R_{st} , dos compósitos alumina-vidro, em função da temperatura.	145

Figura 5.83 Parâmetro de resistência ao dano por choque térmico, R'''' , dos compósitos alumina-vidro, em função da temperatura.	146
Figura 5.84 Parâmetro de estabilidade da trinca, R_{st} , do refratário aluminoso em função da temperatura.....	148
Figura 5.85 Parâmetro de resistência ao dano por choque térmico, R'''' , do refratário aluminoso em função da temperatura.	148

SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

Símbolos Latinos:

a	comprimento da trinca	[L]
a'	profundidade do entalhe	[L]
A	área projetada da superfície de fratura	[L ²]
b	largura da área de ligação do corpo-de-prova	[L]
B	constante que depende da microestrutura do material	[M ⁻ⁿ .L ⁿ .t ⁿ]
C	constante que depende da microestrutura do material	[M ⁻ⁿ .t ⁻ⁿ .L ^{n+p}]
C^*	integral para calcular a energia de deformação por fluência no estágio secundário	[M.t ²]
C_M	flexibilidade da máquina	[M ⁻¹ .L.t ²]
$C_S(\alpha)$	flexibilidade do corpo-de-prova	[M ⁻¹ .L.t ²]
d	altura do corpo-de-prova	[L]
d_g	tamanho de grão	[L]
ds	incremento ao longo do contorno Γ	[L]
dt	incremento do tempo	[t]
dy	incremento na direção y	[L]
$d\delta$	incremento do deslocamento	[L]
dl/l_0	deformação por fluência sob compressão	[ad.]
E	módulo de Young	[M.L ⁻¹ .t ⁻²]
f_d	flecha devido ao deslocamento do atuador	[L]
\dot{f}_d	velocidade de variação do tamanho da flecha devido ao deslocamento do atuador	[L.t ⁻¹]
F_M	força aplicada pela máquina	[M.L.t ⁻²]
F_H	força horizontal	[M.L.t ⁻²]
$G(a)$	taxa de liberação de energia elástica armazenada	[M.t ²]
G_F	energia de fratura pelo método da cunha (wedge splitting test)	[M.L.t ⁻²]
K_I	fator de intensidade de tensão na ponta da trinca	[M.t ⁻² .L ^{-1/2}]

xxx

h	altura da área ligada do corpo-de-prova	[L]
L	distância entre os apoios	[L]
m_i	massa imersa	[M]
m_s	massa seca	[M]
m_u	massa úmida	[M]
M.E.A.	massa específica aparente	[M.L ⁻³]
M.E.A.S.	massa específica aparente da parte sólida	[M.L ⁻³]
n	expoente da tensão	[ad.]
n_j	são componentes do vetor unitário normal ao contorno Γ	[ad.]
p	expoente do inverso do tamanho de grão	[ad.]
P	carga	[M.L.t ⁻²]
P.A.	porosidade aparente	[ad.]
P_{const}	carga constante	[M.L.t ⁻²]
P_{max}	carga máxima	[M.L.t ⁻²]
q	coeficiente de distribuição de partículas	[%]
Q	energia de ativação experimental de fluência	[M.L ² .t ⁻² .mol ⁻¹]
R	constante universal dos gases	[M.L ² .t ⁻² .T ⁻¹ .mol ⁻¹]
R(a)	resistência à propagação da trinca	[M.t ⁻²]
R''''	parâmetro de resistência ao dano por choque térmico para refratários com trincas curtas	[L]
R _{st}	parâmetro de resistência ao dano por choque térmico para refratários com trincas longas	[L ^{1/2} .T]
t	tempo	[t]
t_f	tempo final	[t]
T	temperatura absoluta	[T]
T_m	temperatura de fusão	[T]
\dot{u}_i	são os componentes do vetor velocidade de deslocamento da ponta da trinca	[L.t ⁻¹]
V	volume	[L ³]
V_m	volume médio	[L ³]

V_M	velocidade de deslocamento do atuador	$[L.t^{-1}]$
x	comprimento da trinca	$[L]$
\dot{w}	densidade da taxa de trabalho	$[M.L^{-1}.t^{-3}]$

Símbolos gregos:

α	coeficiente de dilatação térmica linear	$[T^{-1}]$
α'	comprimento relativo da trinca	[ad.]
β	ângulo da cunha	[ad.]
δ	deslocamento horizontal da abertura da trinca	$[L]$
δ_v	espessura da fase vítrea	$[L]$
δ_{max}	deslocamento máximo do atuador	$[L]$
Δ	deslocamento do ponto de aplicação de carga	$[L]$
Δ_f	deslocamento final do ponto de aplicação de carga	$[L]$
ε	deformação por fluência	[ad.]
$\dot{\varepsilon}$	taxa de fluência	$[t^{-1}]$
$\dot{\varepsilon}_j$	componentes da taxa de deformação por fluência	$[t^{-1}]$
$\dot{\varepsilon}_{ij}$	tensor da taxa de deformação por fluência	$[t^{-1}]$
$\dot{\varepsilon}_{kl}$	tensor da taxa de deformação por fluência	$[t^{-1}]$
$\dot{\varepsilon}_s$	taxa de fluência no estágio secundário	$[t^{-1}]$
$\dot{\varepsilon}_m$	taxa de fluência média	$[t^{-1}]$
η	constante que depende do material	[ad.]
γ_{WoF}	energia de fratura	$[M.t^{-2}]$
γ_0	energia de superfície intrínseca	$[M.t^{-2}]$
γ_p	energia de deformação microplástica	$[M.t^{-2}]$
γ_R	energia média devido à interação da trinca com a microestrutura do material	$[M.t^{-2}]$
γ_{ir}	energia de processos irreversíveis	$[M.t^{-2}]$
Γ	contorno de uma curva fechada	$[L]$

Ω_f	taxa de energia de deformação por fluência	$[M.L^2.t^{-3}]$
Ω_m	taxa média de energia de deformação por fluência	$[M.L^2.t^{-3}]$
ρ_L	densidade do líquido	$[M.L^{-3}]$
σ	tensão normal aplicada	$[M.t^{-2}.L^{-1}]$
σ_A	tensão inicial aplicada	$[M.t^{-2}.L^{-1}]$
σ_f	módulo de ruptura	$[M.t^{-2}.L^{-1}]$
σ_{ij}	tensor da tensão	$[M.t^{-2}.L^{-1}]$
σ_0	tensão inicial aplicada	$[M.t^{-2}.L^{-1}]$

[M]: massa; [L]: comprimento; [t]: tempo; [T]: temperatura; [mol]: $6,02 \times 10^{23}$ partículas.

Abreviaturas:

ATD	análise térmica diferencial	
CPFT	porcentagem acumulada de partículas menores que um determinado diâmetro	[%]
DSC	calorimetria diferencial de varredura	
GEMM	Grupo de Engenharia de Microestruturas de Materiais	
MEV	microscopia eletrônica de varredura	

1 INTRODUÇÃO

Os materiais refratários são estratégicos para a sociedade, visto que sem eles não seriam possíveis processos de alta temperatura responsáveis pelo grau de desenvolvimento tecnológico da civilização. Posto isto, do ponto de vista econômico estes materiais são geradores de riquezas.

Normalmente, refratários são utilizados em revestimentos de equipamentos e em estruturas, principalmente em indústrias siderúrgicas, em altas temperaturas e por longos períodos, nos quais estão sujeitos a tensões pelo próprio peso (0,2 a 1,4 MPa). Esses materiais também estão sujeitos a altas tensões temporárias causadas pela variação térmica das suas dimensões durante o aquecimento ou resfriamento (4 a 22 MPa) [1]. Devido às características microestruturais desses materiais as tensões de natureza térmica promovem danos por choque térmico que podem causar trincas e diminuir a resistência mecânica. Como consequência, o material fica submetido a um maior desgaste por corrosão. Sob estas condições térmicas severas torna-se complexa a tarefa de atender a todos os requisitos desejáveis para que não ocorra dano por choque térmico.

Dependendo da temperatura e do tempo de residência na mesma, da taxa de carregamento, da microestrutura e da composição química do refratário, este material pode apresentar um comportamento mecânico frágil ou dúctil. Destaca-se, a mudança de comportamento de frágil para dúctil dos refratários porque esta mudança pode interferir fortemente na avaliação dos parâmetros de resistência ao dano por choque térmico como discutem alguns pesquisadores [2]-[3].

Em temperaturas acima da transição vítrea de uma fase amorfa presente em um refratário pode-se observar um comportamento dúctil, ou seja, a ocorrência de deformação plástica antes da fratura do material. Essa deformação plástica ocorrerá devido a mecanismos de fluência, dentre os quais, o principal será o de fluxo viscoso devido ao amolecimento da fase vítrea e/ou pelo aparecimento de uma fase líquida devido a uma reação eutética.

A avaliação mecânica de refratários é realizada, usualmente, através do módulo de ruptura a quente, da refratariedade-sob-carga e da energia de fratura em temperatura ambiente, devido a dificuldades experimentais e custos elevados. Os resultados desses ensaios são suficientes para que se façam comparações entre diferentes materiais, porém a medida da energia de fratura em altas temperaturas é necessária para se avaliar os mecanismos da transição frágil-dúctil e resistência ao dano por choque térmico, em temperaturas típicas de trabalho.

A energia de fratura, γ_{WOF} , medida em temperatura ambiente não prevê a variação de comportamento mecânico do refratário durante a transferência de calor, no aquecimento ou resfriamento abrupto, e tampouco prevê os fenômenos que ocorrem no material quando este está sujeito a uma alta temperatura, tal como a fluência e/ou eventuais transformações de fase.

O objetivo principal deste trabalho foi medir a energia de fratura em temperaturas elevadas, uma vez que é um importante parâmetro para a resistência ao dano por choque térmico, e verificar a interferência da fluência sobre esta medida.

No capítulo seguinte é feita uma revisão bibliográfica visando apresentar o conceito e medida da energia de fratura, os trabalhos que tratam esta propriedade em altas temperaturas, conceito e medida de fluência e os seus mecanismos, bem como a influência da fluência sobre os parâmetros de resistência ao dano por choque térmico.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Conceito e medida da energia de fratura

Conceitualmente, o trabalho de fratura médio por unidade de área, denominado como energia de fratura, γ_{W_oF} , pode ser definido pela expressão abaixo:

$$\gamma_{W_oF} = \gamma_0 + \gamma_p + \gamma_R + \gamma_{ir}, \quad (2.1)$$

onde γ_0 é a energia de superfície intrínseca (resultante da quebra de ligações químicas), γ_p é energia proveniente de microdeformações plásticas na ponta da trinca e γ_R é a energia média resultante da interação da trinca com a microestrutura do material, principalmente no rastro da trinca. No caso de refratários e de compósitos, γ_{ir} representa processos particulares que consomem energia, tais como atuações de pontes de grãos e/ou de agregados e outros processos irreversíveis[4]-[7]. Deste modo, γ_{W_oF} se apresenta como a medida mais adequada para se avaliar materiais com microestrutura complexa, como os refratários.

Para se obter experimentalmente γ_{W_oF} , necessita-se que a trinca se propague quasi-estaticamente durante o processo de fratura. Para isto, é necessário satisfazer duas condições fundamentais: a primeira é que a taxa de liberação de energia elástica armazenada ou força motriz por unidade de comprimento, $G(a)$, seja igual à resistência à propagação da trinca, $R(a)$, dada pela seguinte equação[8]:

$$G(a) = \frac{K_I^2}{E} = R(a), \quad (2.2)$$

onde, a é o comprimento da trinca, K_I é o fator de intensidade de tensão na ponta da trinca e E é o módulo de Young. A segunda condição é que a taxa de variação de $G(a)$ em relação ao tamanho da trinca, deve ser menor ou igual à taxa de variação de $R(a)$, conforme a expressão 2.3 [8]:

$$\frac{\partial G(a)}{\partial a} \leq \frac{\partial R(a)}{\partial a}. \quad (2.3)$$

As condições apresentadas pelas equações 2.2 e 2.3 garantem a propagação estável somente quando $a \leq a_c$, onde a_c é o tamanho da trinca crítico. Para $a > a_c$ a condição da equação 2.3 não é obedecida, assim, para se ter propagação estável de trinca também é necessário controle do deslocamento do atuador dentre outros parâmetros de ensaio.

Baseando-se na configuração do ensaio de flexão a três pontos, Nakayama [9] propôs e, paralelamente, Tattersal e Taupin [10] propuseram, um ensaio de flexão a três pontos para propagação estável de trinca em um corpo de prova prismático com entalhe tipo Chevron, como mostra a Figura 2.1. Este entalhe foi proposto porque com uma pequena carga aplicada sobre o corpo-de-prova atinge-se um fator de intensidade de tensão na ponta da trinca suficiente para propagá-la. Dessa forma, pode-se conseguir maior estabilidade de propagação da trinca, evitando-se um armazenamento excessivo de energia elástica no sistema.

O esquema da Figura 2.1 ilustra, adicionalmente, os principais parâmetros que devem ser observados para se obter a estabilidade do sistema máquina e corpo-de-prova: flexibilidade da máquina, C_M , e velocidade de deslocamento do atuador, v_M , dimensões do corpo de prova e sua flexibilidade, $C_S(\alpha)$, bem como a profundidade do entalhe [11]-[12]. Para outras configurações de ensaios, tais como dupla torção e método da cunha para propagação estável de trinca (*wedge splitting test*), outros parâmetros devem ser conhecidos.

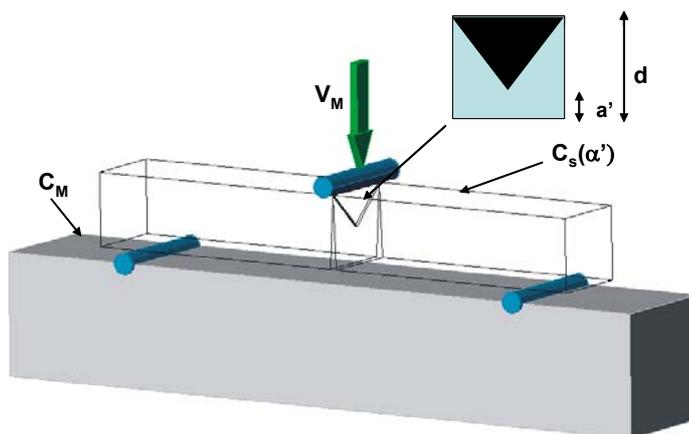


Figura 2.1 Esquema de um sistema de flexão a três pontos com um corpo de prova com entalhe Chevron. C_M e $C_s(\alpha')$ são as flexibilidades da máquina de ensaio e do corpo de prova, respectivamente. α' é a razão entre a' e d e V_M é a velocidade de deslocamento do atuador da máquina.

Nakayama [9] também propôs que a energia de fratura, γ_{WoF} , fosse calculada a partir do trabalho total realizado pela máquina para fraturar completamente o corpo de prova, sob condição de propagação estável, integrando a área sob a curva do gráfico da carga, P , em função do deslocamento do ponto de aplicação de carga, Δ , e dividido-a pela área projetada da superfície de fratura, A , multiplicada por dois, conforme a seguinte expressão:

$$\gamma_{WoF} = \frac{1}{2A} \int_0^{\Delta_f} P d\Delta, \quad (2.4)$$

onde Δ_f é o deslocamento final, quando o corpo é fraturado em duas partes.

Outra metodologia utilizada para se medir a energia de fratura denomina-se método da cunha para propagação estável da trinca, desenvolvido por Tschegg, conforme descrevem Harmuth e Tschegg [13]. Este método consiste em montar em uma máquina universal de ensaios mecânicos um conjunto mecânico composto de uma cunha, dois encostos, dois roletes, uma base prismática e um corpo-de-prova (100 mm x 100 mm x 75 mm) com entalhe e

ranhuras para direcionar a propagação da trinca, conforme ilustra a Figura 2.2. As vantagens deste método são a estabilidade e a grande velocidade de deslocamento do atuador, em torno de 500 $\mu\text{m}/\text{min}$ [13]-[14].

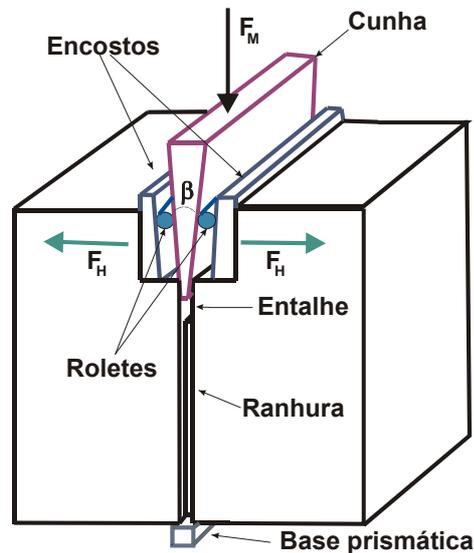


Figura 2.2 Esquema de um ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha. Adaptada da referência [13].

O atuador da máquina de ensaio aplica uma força, F_M , sobre a cunha, que desliza verticalmente guiada pelos roletes gerando, assim, nos encostos, uma força horizontal, F_H , calculada a partir da expressão abaixo:

$$F_H = \frac{F_M}{2 \tan\left(\frac{\beta}{2}\right)}, \quad (2.5)$$

onde β é o ângulo da cunha, em torno de 10° . Com a aplicação da força surge uma componente de força horizontal, F_H , tem-se, assim, a abertura e propagação estável da trinca e, por consequência, geram-se duas superfícies de fratura.

O cálculo da energia de fratura pelo método da cunha, G_F , é dado pela seguinte equação:

$$G_F = \frac{1}{bh} \int_0^{\delta_{\max}} F_H \cdot d\delta \quad (2.6)$$

onde b e h são, respectivamente, a largura e a altura da área de ligação do corpo-de-prova, como mostra a Figura 2.3, δ_{\max} é o deslocamento horizontal máximo e a integração está relacionada com a área sob a curva força horizontal em função do deslocamento horizontal, δ .

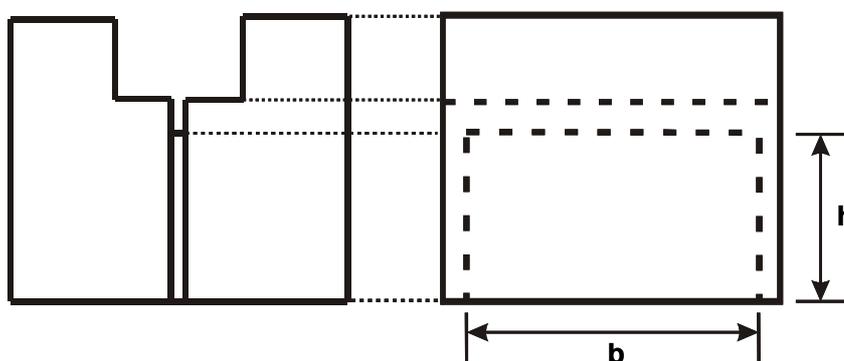


Figura 2.3 Vista frontal e lateral de um corpo-de-prova para o ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha, com destaque para a área de ligação que é definida pela largura b e altura h .

Comumente, a energia de fratura é determinada em temperatura ambiente, devido a custos e dificuldades experimentais para a sua obtenção a altas temperaturas. Porém, inúmeros esforços estão sendo realizados para medir essa grandeza em altas temperaturas, em condições reais que os refratários são requisitados para atuar.

Na próxima seção serão discutidos alguns exemplos, obtidos da literatura técnica, de medida de energia de fratura em temperaturas elevadas, com a finalidade de mostrar que quando se mede a energia de fratura em temperaturas elevadas a interpretação dessa propriedade como característica intrínseca do material se torna mais complexa, já que nessas temperaturas ocorrem fenômenos, tais como fluência e modificações nas características físicas e químicas em materiais com microestruturas fora de equilíbrio.

2.2 Energia de fratura em altas temperaturas

Na literatura fica evidente a intensa busca pela compreensão do comportamento mecânico em altas temperaturas dos materiais cerâmicos, particularmente dos refratários, visto que esses materiais são aplicados em situações extremas de temperatura e de variações dela. Nota-se que tal busca tem como objetivo desenvolver projetos de microestrutura que atendam às condições reais de operação a fim de se aumentar o desempenho termomecânico desses materiais.

Neste contexto, para concretos e tijolos refratários, que são submetidos a severas solicitações térmicas, busca-se o desenvolvimento de avaliações mais apropriadas para se fazer uma correlação entre propriedades mecânicas em temperaturas elevadas e microestrutura. Dentre essas propriedades, a energia de fratura destaca-se cada vez mais, frente às outras propriedades termomecânicas por ser um parâmetro importante para se avaliar a resistência média à propagação da trinca.

A medida de energia de fratura em temperaturas elevadas depende da microestrutura que, por sua vez, depende da matéria-prima, da temperatura e do tempo de sinterização do material. Há diversos trabalhos com cerâmicas técnicas que mostram que os processos de dissipação de energia durante a fratura podem mudar com a temperatura, principalmente, na transição de regime frágil-dúctil [15]-[19]. Esta transição frágil-dúctil foi observada em materiais refratários em geral. Ainsworth e Herron [20] mediram a energia de fratura em altas temperaturas de três classes de refratários comerciais, utilizados na indústria siderúrgica: 60%-MgO/40%-Cr₂O₃, (direta e quimicamente ligado), 95% de teor de MgO e sílico-aluminoso, como parte de um estudo para averiguar o desempenho termomecânico desses materiais. A Figura 2.4 mostra a dependência da energia de fratura com a temperatura de duas classes de materiais. Complementarmente, apresenta a diferença de comportamento mecânico entre os refratários da mesma classe, porém com composição química diferentes.

A Figura 2.4(a) mostra que há diferença significativa entre os refratários diretamente ligado somente a 2700 °F. Segundo Ainsworth e Herron [20], isto pode ser atribuído à quantidade de ligação direta preservada da microestrutura do refratário B que foi suficiente para manter o material coeso mesmo depois da formação de uma fase líquida. Quanto aos refratários de MgO-Cr₂O₃, quimicamente ligados, com ligação fosfórica, o composto H apresentou um maior valor de energia de fratura em toda extensão de temperatura de ensaio, como apresenta a Figura 2.4(b), frente ao composto I. No entanto, estes pesquisadores não discutem o motivo desta diferença no desempenho termomecânico.

A Figura 2.5 mostra a energia de fratura, em função da temperatura, dos refratário com 95% de teor de MgO. Ainsworth e Herron [20] sugerem que o comportamento mostrado na Figura 2.5 se deve à razão de CaO/SiO₂ e o teor de boro. O composto J apresenta uma maior razão do que o composto N. Adicionalmente, o composto N contém um teor de boro maior do que o composto J. Segundo estes pesquisadores, o efeito combinado da baixa razão de CaO/SiO₂ e do alto teor de boro do composto N facilita a formação de um líquido de baixa viscosidade que penetra e molha a interface entre os grãos de MgO. Por conseguinte, este líquido enfraquece as ligações dos contornos de grãos do composto N. O composto J com baixo teor de boro e com alta razão de CaO/SiO₂ contribui para a formação de líquido de alta viscosidade que não consegue molhar os contornos de grão. Com isso, a combinação da preservação da ligação entre os grãos de MgO e a alta viscosidade do líquido contribui para aumentar o valor da energia de fratura, em função da temperatura, do composto J.

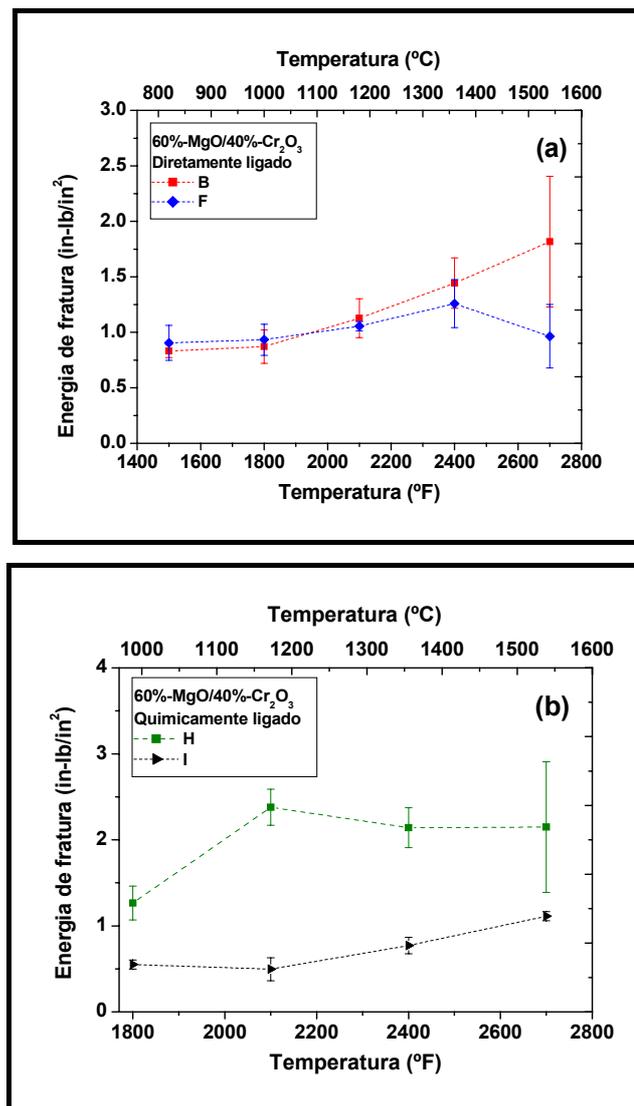


Figura 2.4 Dependência da energia de fratura com a temperatura para refratários comerciais. Dentro da mesma classe os materiais apresentam diferentes composições químicas. (a) e (b) adaptadas da referência [20].

A Figura 2.6 mostra a energia de fratura em função da temperatura de refratários sílico-aluminosos. Nota-se que a energia de fratura dos compostos P e S passa por um máximo a 2100 °F ($\cong 1175$ °C). Destaca-se ainda os altos valores da energia de fratura, a 2100 °F e a 2400 °F, do composto P em relação ao composto S. Todavia, Ainsworth e Herron [20] não investigaram as causas para este comportamento termomecânico dos refratários sílico-aluminosos.

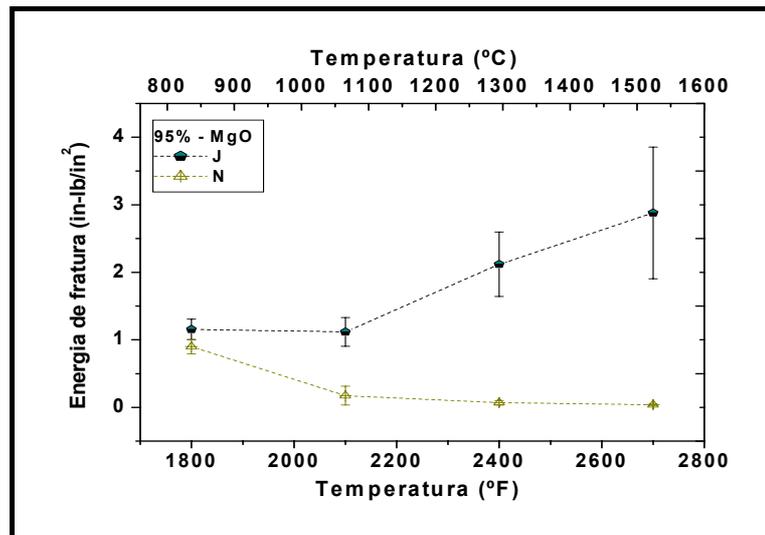


Figura 2.5 Dependência da energia de fratura com a temperatura para refratários com 95% de teor de MgO. Os compostos J e N contêm diferentes composições químicas. Adaptada da referência [20].

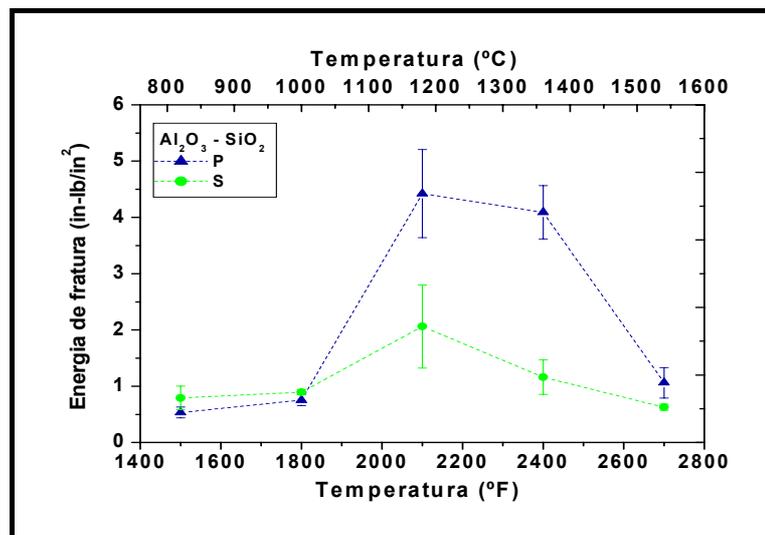


Figura 2.6 Dependência da energia de fratura com a temperatura para refratários sílico-aluminosos. Cada composto contém diferentes composições químicas. Adaptada da referência [20].

Chien e Ko [2], mediram a energia de fratura em altas temperaturas, com o objetivo de avaliar os parâmetros de resistência ao dano por choque térmico, R''' e R_{st} , em função da temperatura, de refratários contendo 78% de Al_2O_3 com e sem 3% de Cr_2O_3 , respectivamente denominados como, C80CR e

C80. Os resultados podem ser visto na Figura 2.7. De acordo com esses pesquisadores, a presença de fase vítrea na microestrutura destes materiais deve ter influenciado no valor da energia de fratura em altas temperaturas, visto que ambos C80 e C80CR continham uma grande quantidade de SiO_2 , em torno de 16,9% e 13,4%, respectivamente.

Sabe-se que o óxido de cromo e a alumina têm a mesma estrutura cristalina e ambos são modificadores ou formadores de fase vítrea. Além disso, sabe-se ainda que a viscosidade da fase vítrea pode aumentar com a presença de Cr_2O_3 . Posto isto, Chien e Ko [2] sugerem que a presença de Cr_2O_3 no refratário C80CR aumentou a viscosidade da fase vítrea, que por sua vez, contribuiu para aumentar a energia de fratura em torno de 1200 °C em relação ao C80, conforme mostra a Figura 2.7. Adiciona-se também o fato que a energia de fratura de ambos os refratários passa por um máximo, porém em temperaturas diferentes, na faixa de 800 °C a 1200 °C.

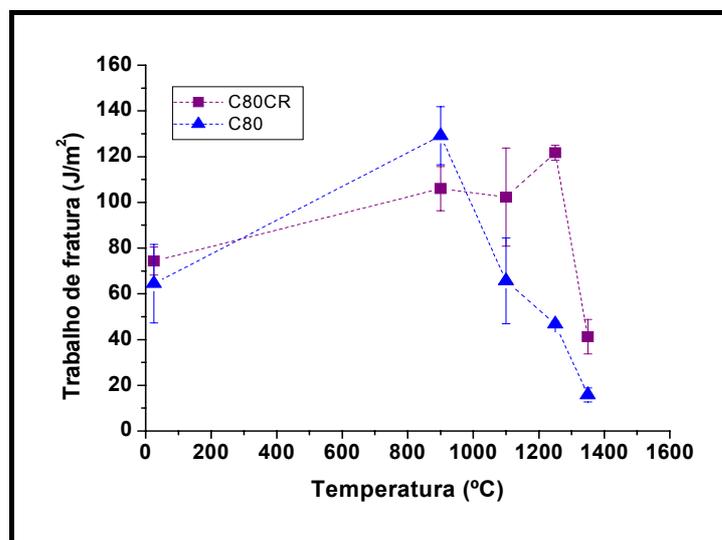


Figura 2.7 Comportamento do trabalho de fratura em função da temperatura para materiais contendo 78% de Al_2O_3 com e sem 3% de Cr_2O_3 , respectivamente, C80CR e C80. Adaptada da referência [2].

Observa-se, na literatura que o tipo de matéria-prima influencia fortemente as características finais da microestrutura e, conseqüentemente, o desempenho termomecânico, assim como na medida da energia de fratura em

altas temperaturas. O fato de a matéria-prima ser natural ou sintética interfere em vários aspectos da microestrutura, tais como refratariedade, dureza, coeficiente de expansão térmica linear, condutividade térmica e reações químicas. É importante ressaltar que as matérias-primas naturais, normalmente, contêm mais impurezas do que as sintéticas.

A Figura 2.8 mostra a dependência do trabalho de fratura com a temperatura e a diferença relativa de valores dessa propriedade entre aqueles refratários formulados com matérias-primas naturais e sintéticas, preparados sob as mesmas condições [3]. O refratário D70 foi formulado com andalusita e silimanita, naturais, sendo que os principais componentes químicos deste refratário são: 70% de Al_2O_3 e 24,8% de SiO_2 . O refratário K80 foi formulado com alumina sintética e seus principais componentes químicos são: 78% de Al_2O_3 e 19,6% de SiO_2 . Estes refratários são utilizados em revestimento de carros-torpedos.

Chou e colaboradores [3], observaram que em ambos os refratários, D70 e K80, na faixa de temperatura de ambiente até 600 °C, os mecanismos de dissipação de energia foram, predominantemente, o microtrincamento e a deflexão de trincas. Notaram ainda que o refratário D70, por ter grãos em forma de agulhas, apresentou uma fratura mais transgranular do que a fratura do refratário K80. Acima de 600 °C o aumento acentuado do trabalho de fratura, para ambos os refratários, esses pesquisadores atribuem aos efeitos da fase vítrea, sobretudo no refratário D70.

Um ponto importante que deve ser observado é que a dependência da medida de energia de fratura em função da temperatura depende sobremaneira da temperatura de sinterização na qual o material foi submetido. Isto porque, uma microestrutura fora de equilíbrio pode se modificar ao longo de um ensaio na mesma temperatura de tratamento térmico do material ensaiado. Nesse caso, a medida estará afetada por todas as alterações microestruturais que ocorrem à medida que o material é ensaiado.

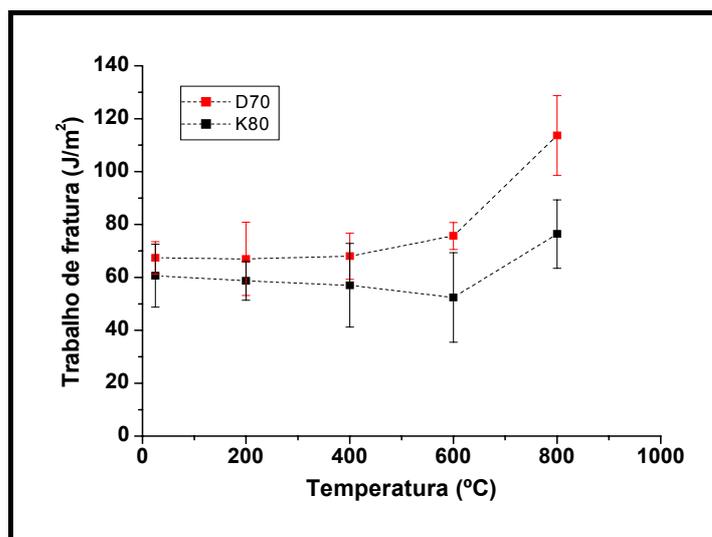


Figura 2.8 Dependência do trabalho de fratura com a temperatura para refratários formulados com matérias-primas naturais e sintéticas, D70 e K80, respectivamente [3].

Skrovaneck e Herron [21] trataram termicamente por 5 horas quatro tipos de refratários comerciais, para alto forno, na respectiva temperatura de ensaio. A composição química destes refratários pode ser vista na Tabela 2.1. De acordo com estes pesquisadores, os resultados apresentados na Figura 2.9 se devem ao amolecimento de uma fase vítrea nos contornos de grãos.

Tabela 2.1 Composição química dos refratários comerciais para alto forno, em %-peso [21].

Refratários	Componentes (%-peso)						
	Al ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	MgO	Álcalis
A	51,3	38,7	4,42	0,83	1,73	0,25	0,46
B	53,2	37,4	4,13	1,15	1,24	0,23	0,58
C	53,1	37,2	3,64	0,71	1,39	0,09	0,27
D	53,8	43,4	2,70	1,03	1,41	0,08	<0,10

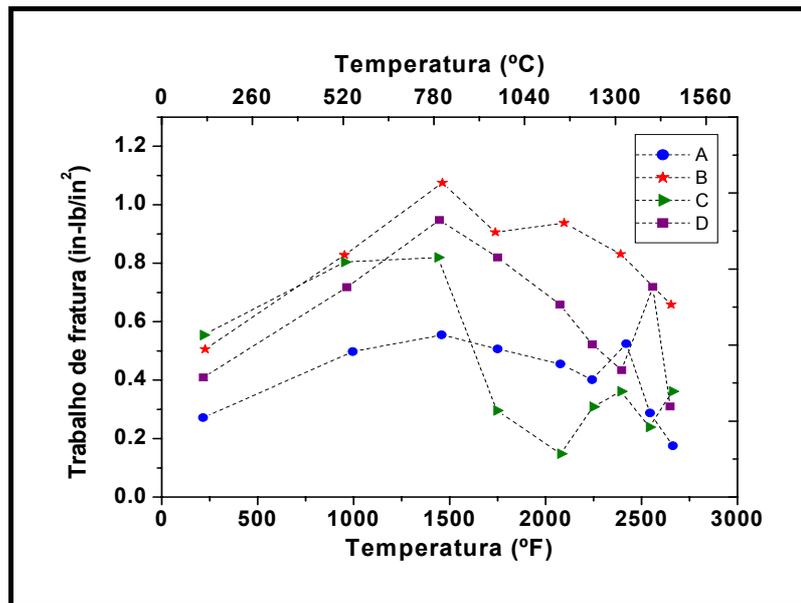


Figura 2.9 Dependência do trabalho de fratura com a temperatura para vários tipos de refratários. Os ensaios foram realizados nas mesmas temperaturas de sinterização dos materiais. Adaptada da referência [21].

Alapin e colaboradores [14], utilizando o método da cunha para a propagação estável de trinca (*wedge splitting test*), também mediram a energia de fratura em altas temperaturas de refratários comerciais. A Figura 2.10 mostra algumas curvas, força horizontal (carga) em função do deslocamento horizontal. Nota-se que as áreas sob as curvas $F_H \times \delta$ aumentam com o aumento da temperatura, mas quando a temperatura se torna muito elevada decrescem abruptamente. Esse fenômeno ocorreu com todos os refratários ensaiados, de acordo com esses pesquisadores. Adicionalmente, eles determinaram as tensões máximas atingidas em função da temperatura, para todos os refratários ensaiados, como mostra a Figura 2.11. Como visto, este resultado corroborou as observações desses pesquisadores mencionadas anteriormente em relação às áreas sob as curvas.

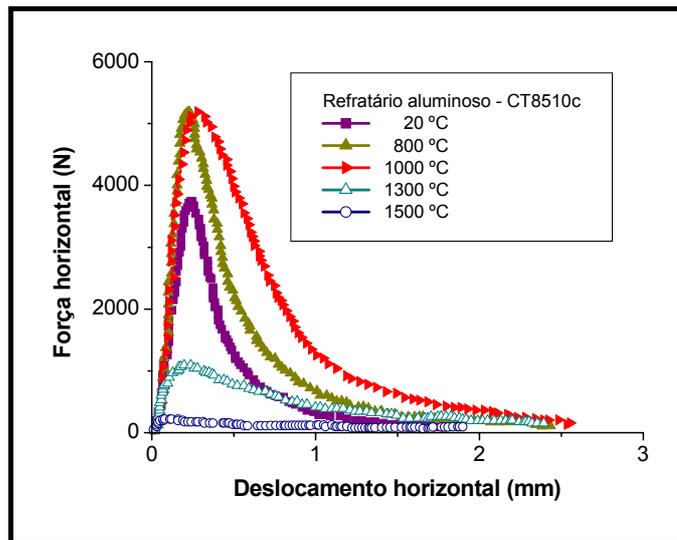


Figura 2.10 Curvas, carga em função do deslocamento, obtidas em várias temperaturas de ensaio de propagação estável de trinca pelo método da cunha. Adaptada da referência [14].

Desse modo, Alapin e colaboradores [14] observaram que o valor da energia de fratura passa por um máximo a 1000 °C, conforme mostra a Figura 2.12. Estes resultados, conforme estes pesquisadores, indicam a presença de pequenas quantidades de fase vítrea de alta viscosidade, já que todos refratários contém SiO_2 , como mostra a Tabela 2.2.

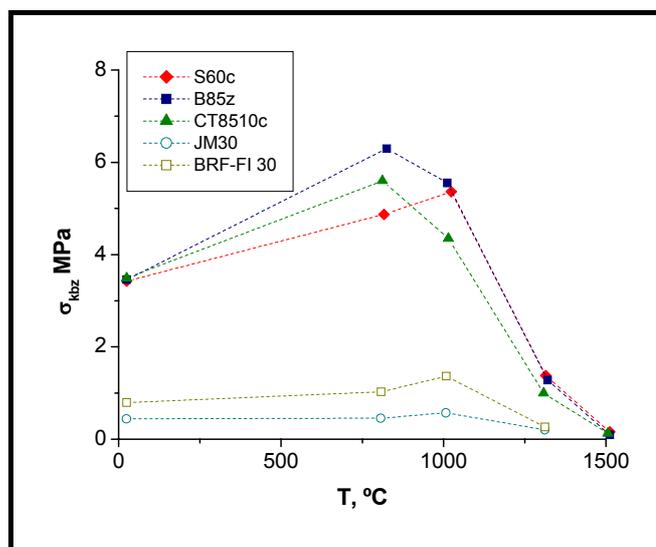


Figura 2.11 Dependência da tensão máxima com a temperatura para todos os refratários ensaiados pelo método da cunha. Adaptada da referência [14].

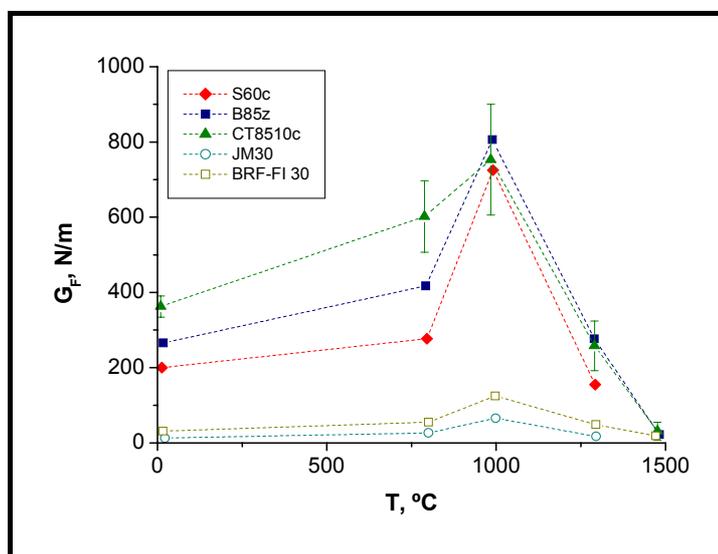


Figura 2.12 Dependência do valor da energia de fratura com a temperatura, obtido pelo método da cunha. Adaptada da referência [14].

Tabela 2.2 Composição química dos refratários comerciais empregados no trabalho de Alapin et al., em %-peso, e as suas respectivas fases [14].

Componentes (%-peso)	Refratários				
	S60c	B85z	CT8510c	JM30	BRF-FI 30
Al ₂ O ₃	62,75	83,87	85,77	73,62	77,43
SiO ₂	33,83	10,54	4,39	24,47	20,80
Fe ₂ O ₃	0,87	1,72	0,15	0,45	0,50
TiO ₂	0,46	2,90	0,23	0,51	0,66
CaO	0,18	0,22	0,02	0,13	0,13
MgO	0,05	0,14	<0,01	0,07	0,03
K ₂ O	0,37	0,29	0,05	0,59	0,25
Na ₂ O	0,04	0,10	0,29	0,12	0,15
Mn ₃ O ₄	<0,01	<0,01	0,02	<0,01	<0,01
Cr ₂ O ₃	0,02	<0,01	7,43	<0,01	0,01
P ₂ O ₅	1,40	0,18	1,65	0,02	0,01
ZrO ₂	0,03	<0,01	<0,01	0,03	0,03
Fases principais	Mulita, Andalusita	Corindon, Mulita	Corindon	Corindon, Mulita	Corindon, Mulita
Fases secundárias	Corindon		Cr ₂ O ₃ -Al ₂ O ₃ -SS		Cristobalita
Traços	Quartzo,		Andalusita	Quartzo	

	Cristobalita				
--	--------------	--	--	--	--

Os refratários JM30 e BRF-FI 30 são isolantes, contêm alta porosidade aparente, em torno de 67,1% e de 64%, respectivamente, por conseguinte, apresentaram um baixo valor de energia de fratura. O refratário CT8510c foi aquele que relativamente apresentou o melhor desempenho, em relação à energia de fratura, entre os refratários testados. Vale a pena ressaltar que esse material contém uma grande quantidade de óxido de cromo, conforme mostra a Tabela 2.2, que por sua vez, contribuiu para o aumentar a viscosidade da fase vítrea deste material em altas temperaturas.

Frente às inúmeras variáveis que influenciam a medida da energia de fratura em temperaturas elevadas, destacadas nesta revisão bibliográfica, ressalta-se a necessidade de um estudo mais detalhado sobre os processos irreversíveis em altas temperaturas que ocorrem durante a fratura, especialmente a fluência, visto que a maioria dos pesquisadores atribui ao amolecimento de uma fase vítrea a interferência na medida desta grandeza. Como a medida da energia de fratura está relacionada diretamente com os parâmetros de resistência ao dano por choque térmico, na próxima seção serão discutidos quais as influências das propriedades mecânicas em temperaturas elevadas sobre R''' e R_{st} .

2.3 Parâmetros de resistência ao dano por choque térmico

O parâmetro de resistência ao dano por choque térmico R''' é utilizado para materiais refratários com alta resistência mecânica e indica o grau de dificuldade que as trincas têm para se propagar após o choque térmico. Já o parâmetro de estabilidade da trinca, R_{st} , está relacionado com materiais com baixa resistência mecânica. Esse parâmetro representa o grau de estabilidade das trincas longas sob severas condições de tensão térmica [22]. Esses dois parâmetros podem ser calculados conforme as equações abaixo:

$$R''' = \frac{E \cdot \gamma_{Wof}}{\sigma_f^2} \quad (2.7)$$

e

$$R_{st} = \sqrt{\frac{\gamma_{Wof}}{E \cdot \alpha^2}} \quad (2.8)$$

onde σ_f é o módulo de ruptura e α é o coeficiente de dilatação térmica linear. É oportuno ressaltar que originalmente as equações levavam em consideração apenas a energia necessária para o início da propagação da trinca e as propriedades mecânicas medidas em temperatura ambiente [22].

Os parâmetros R''' e R_{st} , obtidos a partir de propriedades mecânicas em temperatura ambiente não podem descrever, com precisão, o comportamento termomecânico do material em altas temperaturas. Esse fato reforça a tese de que a medida das propriedades mecânicas em temperaturas elevadas são mais conveniente para se inferir sobre um refratário sob severo choque térmico em condições reais de operação. Rodrigues et. al. [23] e Rodrigues e Pandolfelli [24] discutem os efeitos da temperatura sobre a energia de fratura de refratários e de concretos refratários com alto teor de alumina e, complementarmente, sobre os parâmetros de resistência ao dano por choque térmico. Esses pesquisadores, também, conferem à presença de fase vítrea a passagem do valor da energia de fratura por um máximo numa determinada faixa de temperatura, que por sua vez, interfere fortemente nos parâmetros R''' e R_{st} . Com isso, eles concluem que se os valores de R''' e de R_{st} aumentam em função da temperatura para um determinado refratário, então, nesse caso, pode ser mais econômico avaliar as suas propriedades mecânicas em temperatura ambiente.

Chou et. al. [3] investigaram os efeitos combinados das propriedades mecânicas em altas temperaturas sobre o parâmetro de resistência ao dano por choque térmico dos refratários D70 e K80, como mostra a Figura 2.13. Como mencionado na seção anterior, estes pesquisadores atribuem o aumento de R_{st} a 800 °C ao amolecimento de fase vítrea da microestrutura de ambos os

refratários. Observa-se que o refratário D70 apresenta valores superiores em relação ao K80.

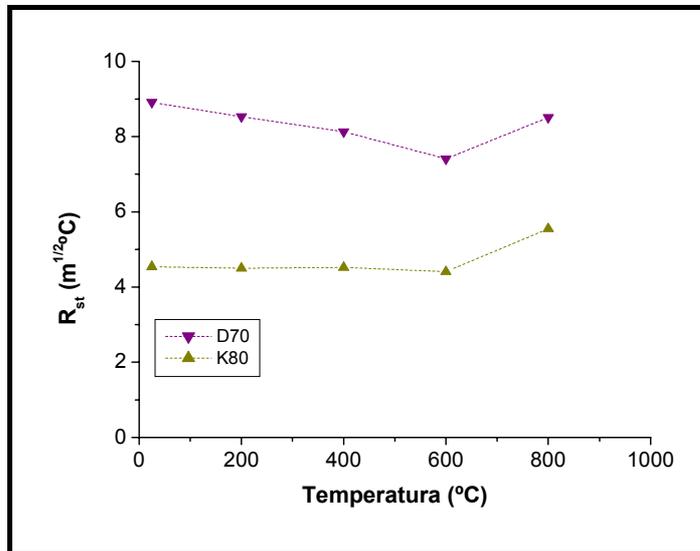


Figura 2.13 Parâmetro de resistência ao dano por choque térmico, R_{st} , em função da temperatura dos refratários D70 e K80. Adaptada da referência [3].

Chien e Ko [2], averiguaram que os parâmetros de resistência ao dano por choque térmico são resultantes da combinação de propriedades mecânicas em função da temperatura, módulo de Young, E , módulo de ruptura a quente e coeficiente de dilatação térmica linear, além da energia de fratura, conforme mostram as Figura 2.14 e Figura 2.15. Este resultado sugere que estas propriedades foram afetadas pela presença de fase vítrea da microestrutura dos refratários. No entanto, segundo estes pesquisadores, o refratário C80CR apresenta um melhor desempenho termomecânico a partir de 1100 °C devido à presença de Cr_2O_3 .

Em situações onde o início de fratura não pode ser evitado por causa da severa solicitação térmica, os parâmetros de resistência ao dano por choque térmico devem ser direcionados para minimizar a extensão da propagação de trincas, reduzindo, assim, a degradação das propriedades físicas e termomecânicas do material [25]. Para isto, Hasselman [26] e Soboyejo et. al. [27] sugerem a utilização de uma fase vítrea de alta viscosidade que alivie as tensões térmicas internas a altas temperaturas, reduzindo o dano por choque térmico. Esta fase viscoelástica diminuiria a extensão do dano quando estas

cerâmicas fossem submetidas a variações de temperatura acima da temperatura de transição vítrea.

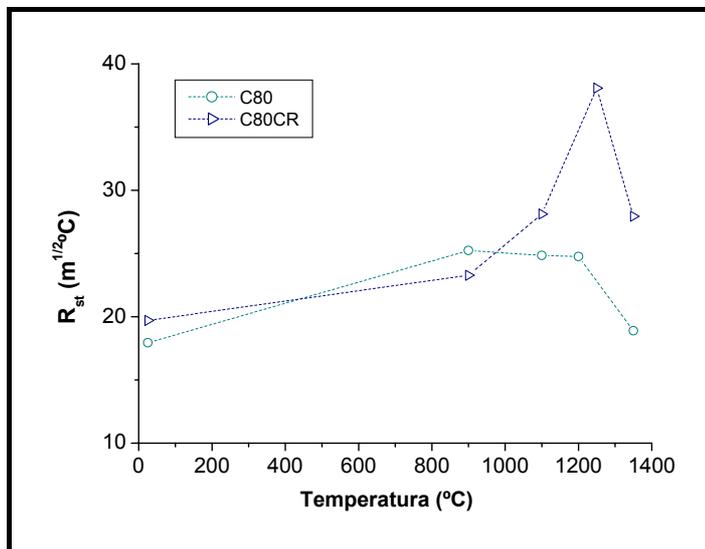


Figura 2.14 Parâmetro de resistência ao dano por choque térmico, R_{st} , em função da temperatura dos refratários C80 e C80CR. Adaptada da referência [2].

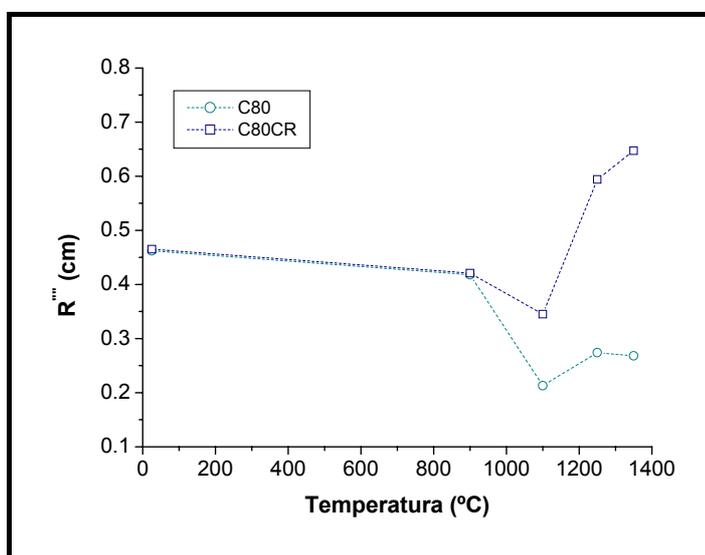


Figura 2.15 Parâmetro de resistência ao dano por choque térmico, R''' , em função da temperatura dos refratários C80 e C80CR. Adaptada da referência [2].

As considerações referentes à interferência do amolecimento da fase vítrea na medida das propriedades mecânicas em temperaturas elevadas, sobretudo na medida da energia de fratura, realizadas por diversos pesquisadores, indicam a importância de se estudar os efeitos da fluência sobre estas propriedades. Assim, na próxima seção será discutida a fluência em materiais cerâmicos em geral.

2.4 Conceito e medida da fluência

Sob condições de tensão abaixo da tensão de escoamento ou de fratura, ou ainda, sob carga constante, principalmente, em temperaturas acima da de transição vítrea e/ou de temperaturas eutéticas, os materiais cerâmicos sofrem deformação progressiva com o tempo que pode levar eventualmente o material à fratura. Essa deformação dependente do tempo, chamada de fluência, ocorre em todas as cerâmicas, sobretudo naquelas que contêm alguma fase vítrea, daí a importância de se conhecer esse comportamento quando estes materiais são solicitados a altas temperaturas [28].

Sabe-se ainda que a tensão e a temperatura são variáveis importantes no comportamento de fluência, conforme ilustra o esquema da Figura 2.16 [28].

As inúmeras pesquisas sobre o comportamento de fluência em materiais cerâmicos policristalinos indicam que depende muito das características da microestrutura, tais como densidade e porosidade aparentes, quantidade relativa, composição e distribuição de fase vítrea, distribuição de tamanho de poros, tamanho e razão de aspecto dos grãos, dentre outras. Assim, existem muitos fatores contribuindo para que o comportamento de fluência em materiais cerâmicos seja complexo [29]-[30].

Normalmente, na engenharia, o fenômeno de fluência é estudado pelas curvas que consistem de um gráfico de deformação em função do tempo compostas tipicamente por três estágios distintos depois de uma deformação elástica instantânea devido ao carregamento [28]-[29]:

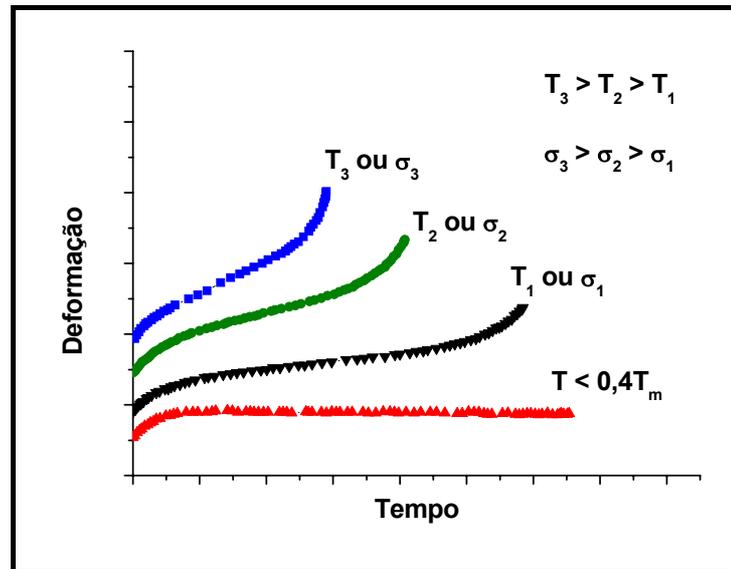


Figura 2.16 Diagrama da deformação em função do tempo mostrando a variação do comportamento de fluência em função da temperatura e da tensão [28].

(a) estágio primário: consiste no primeiro estágio ou período transiente, após a deformação inicial, que pode ser totalmente elástica ou já incluir uma componente plástica, e se caracteriza pelo decréscimo contínuo da taxa de deformação;

(b) estágio secundário: nesse estágio, conhecido como estágio estacionário de fluência, a taxa de deformação se mantém aproximadamente constante devido ao balanceamento dos processos simultâneos de deformação e de recuperação do material. Muitas situações de interesse da engenharia estão inseridas nesta região;

(c) estágio terciário: esse estágio se caracteriza pelo aumento contínuo e progressivo da taxa de deformação até a ruptura do material.

Algumas vezes, dependendo das condições de ensaio e das propriedades do material, não é observada a deformação no estado estacionário. Pode ainda acontecer de não ser observado o primeiro estágio [31].

Para uma determinada especificação de tensão e temperatura constantes pode-se estimar o principal mecanismo de fluência calculando-se a

taxa de fluência no estado estacionário, previsto por um equacionamento teórico apropriado. Muitos modelos de fluência foram desenvolvidos para o estágio secundário, nos quais são utilizados taxa de fluência uniaxial, $\dot{\epsilon}_s$, ou seja, com os modos básicos de carregamento de tração ou de compressão uniaxiais.

Experimentalmente, pode-se estimar também o mecanismo de fluência do material determinando-se a energia experimental de ativação de fluência, Q , e o expoente da tensão, n , usando-se a seguinte equação no estágio secundário[29]:

$$\dot{\epsilon}_s = C \cdot \left(\frac{1}{d_g} \right)^p \cdot \sigma^n \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT} \right), \quad (2.9)$$

onde σ é a tensão normal aplicada, C é uma constante que depende da microestrutura, R é a constante universal dos gases, T é a temperatura absoluta, d_g é o tamanho de grão e p é o expoente do inverso do tamanho de grão, ressaltando-se que os expoentes, p e n , são teoricamente inteiros, mas experimentalmente são fracionários.

Para se determinar Q , vários ensaios são realizados, cada um com uma isoterma diferente, mantendo-se o mesmo valor de tensão constante, com o modo de carregamento sob tração ou compressão. Desses ensaios retira-se uma taxa de fluência do estágio secundário, $\dot{\epsilon}_s$, para cada isoterma. A partir da inclinação do gráfico logaritmo da taxa de fluência no estado estacionário em função do recíproco da temperatura, $1/T$, estima-se Q . Essa energia pode ser a soma de várias energias de ativação de cada mecanismo que estiver agindo naquela faixa de temperatura e para aquela tensão.

Para a determinação do expoente de tensão, n , realizam-se ensaios com mudanças abruptas de tensão, mantendo a temperatura fixa. Com o coeficiente angular do gráfico logaritmo da taxa de fluência do estágio secundário em função do logaritmo da tensão, determina-se o valor de n .

A identificação do mecanismo de fluência, portanto, pode ser feita pela comparação direta das taxas de fluência experimental e teórica, comparando os parâmetros Q , n e p obtidos experimentalmente com aqueles obtidos por modelos teóricos e examinando-se a microestrutura do corpo-de-prova após o ensaio de fluência. Ainda que o exame da microestrutura não indique diretamente os aspectos cinéticos do mecanismo este é o único meio que proporciona evidências diretas sobre o mecanismo predominante que operou durante a fluência.

Para a engenharia, determina-se também o comportamento de fluência de um material cerâmico sem buscar a identificação de mecanismos, com o intuito de se determinar apenas a deformação em função do tempo. Para isto, obtêm-se curvas de fluência em equipamentos desenvolvidos especialmente para aplicação de temperatura combinada com carga constante, definindo-se a configuração de ensaio (tração, compressão ou flexão a três ou quatro pontos). A escolha das condições de ensaio está vinculada à aplicação do material cerâmico. O modo de carregamento do ensaio influencia sobremaneira a taxa de fluência, pois para cada tipo de configuração se estabelece uma distribuição de tensão ao longo do corpo de prova. A taxa é maior nos ensaios de tração do que nos de compressão. Especificamente nos ensaios de fluência sob flexão, a interpretação dos resultados torna-se complexa, porque não existe uma simetria na composição das distribuições de tensões de tração e de compressão no corpo-de-prova, devido ao deslocamento da linha neutra em função do tempo [32]-[40]. Por isso observa-se, pela literatura, que os ensaios de fluência em materiais cerâmicos, especialmente refratários, são, usualmente, sob compressão, eventualmente, sob tração e, raramente sob flexão a três ou a quatro pontos.

2.4.1 Mecanismos de fluência em cerâmicas

Um grande número de modelos tem sido desenvolvido para explicar o comportamento de fluência e podem ser divididos em dois grupos. O primeiro

grupo é dos modelos micro-mecânicos e o segundo grupo é dos modelos fenomenológicos [31].

Os modelos do primeiro grupo tentam calcular e interpretar toda a cinética da fluência levando em conta os detalhes microscópicos e propriedades fundamentais do material. Além disso, esses modelos são desenvolvidos usando um procedimento comum, que consiste em focar uma pequena unidade da microestrutura, tais como um monocristal ou arranjo de grãos e, então, estende-se o estudo para todo o material policristalino. Nos modelos micro-mecânicos as microestruturas são idealizadas para possibilitar uma geometria simples de modelar, usando-se arranjos de quadrados, círculos, retângulos e hexágonos. Adicionalmente, para materiais policristalinos, devido à complexidade da sua microestrutura, a maioria dos modelos é bidimensional [31].

O segundo grupo é dos modelos fenomenológicos que são especialmente úteis para descrever sistemas complexos cujo comportamento de fluência, na engenharia, precisa ser prontamente previsto. Convenientemente, esses modelos não necessariamente requerem dados sobre características fundamentais do material, as quais podem não estar disponíveis ou não se conhecê-las bem. Modelos fenomenológicos são criados pelo desenvolvimento de equações que descrevem a curva de fluência, observando apenas o comportamento macroscópico. No entanto, esses modelos não são abrangentes, por causa da falta de generalidade, assim, normalmente, um modelo fenomenológico desenvolvido para um sistema normalmente não atende a um outro [31].

Historicamente, a maioria dos modelos de mecanismos de fluência desenvolvidos pelos ceramistas tem sido o micro-mecânico [31]. Por isso, serão tratados os mais importantes destes modelos neste trabalho.

Os modelos micro-mecânicos podem ser subdivididos em dois sub-grupos. O primeiro sub-grupo contém modelos desenvolvidos sem a dependência do tamanho de grão e são conhecidos como modelos de rede. Esses modelos baseiam-se nos deslizamentos de discordâncias que ocorrem dentro do grão e são aqueles que por definição o expoente p da equação 2.9 é

igual a zero. Nesses modelos o expoente de tensão, n , está normalmente entre 3 e 6. Entretanto, uma pequena fração das cerâmicas policristalinas se apresenta com n dessa magnitude. Por conseqüência, esses modelos são pouco aplicados para a interpretação do comportamento de fluência desses materiais. Mas existem exceções: o modelo de Harper-Dorn e de Nabarro-Herring [29]-[31].

O modelo de Harper-Dorn é intragranular com $p = 0$ e $n = 1$. Este modelo é importante quando o tamanho do grão é maior que $400 \mu\text{m}$, por exemplo, agregados em materiais refratários. Nesse modelo, a deformação pode ocorrer quando a tensão é suficiente para provocar o deslizamento de discordâncias. Além disso, prevê a difusão de vacâncias geradas e absorvidas no interior dos grãos sendo mais verificadas em altas temperaturas e baixas tensões.

O modelo Nabarro-Herring [41] propõe o processo de deformação como o transporte de matéria por difusão através da rede; a acomodação é realizada por deslizamento dos contornos de grãos. Assume-se que o fluxo difusional seja constante com o tempo. A difusão na rede é também o processo que controla a taxa de deformação no regime secundário, devido a sua relativa lentidão.

No segundo sub-grupo estão inseridos os modelos nos quais a taxa de fluência depende do tamanho de grão e são conhecidos como modelos de contorno e têm o expoente p diferente de zero. Assume-se, também, que a taxa de deformação no regime secundário é controlada, principalmente, pela difusão nos contornos de grãos. Esses modelos apresentam-se com p entre 1 e 3 e n entre 1 e 5 com os processos de deformação associados à presença do contorno de grão. Por sua vez, esses também são sub-classificados como: (1) modelos de Lifshitz, nos quais os grãos são alongados na direção da aplicação de tensão, enquanto ocorre o deslizamento do grão e (2) modelos de Rachinger, nos quais os grãos retêm as suas formas durante o deslizamento. Neste segundo sub-grupo destacam-se o modelo de Coble, modelo baseado na dissolução e precipitação, modelo de fluxo viscoso e o modelo de deslizamento de contorno de grão [29]

Coble [42] propôs um modelo em que o processo de deformação consiste no transporte de matéria por difusão em contornos de grãos e a acomodação acontece com o deslizamento dos contornos. Assume-se, também, que o fluxo difusional é constante com relação ao tempo.

Fluência por dissolução e precipitação segundo o modelo de Raj e Chyung [43] consiste na dissolução de parte da fase vítrea na interface do grão que por sua vez é transportada ao longo dos contornos e se precipita em outra interface perpendicular à direção de aplicação da tensão normal (Figura 2.17). Observa-se que o processo dissolução-precipitação é em série, como será discutido posteriormente. Neste mecanismo existe uma dependência da espessura da camada da fase vítrea e da fração de área dessa fase. O mecanismo de controle pode ser pela precipitação nas interfaces ou pelo transporte do soluto da fase vítrea.

Os modelos para a deformação por fluxo viscoso também fazem parte dos modelos de contorno. Eles assumem a hipótese de um sistema com grãos rígidos em uma matriz viscosa contínua newtoniana. Especificamente, o modelo de Dryden [44] baseia-se num arranjo periódico bidimensional de hexágonos, lubrificados, com lado, l , (Figura 2.18). Nesse modelo prevê que o processo encerra-se quando as interfaces (matriz e grãos) são tão comprimidas que os grãos se travam.

Os deslizamentos dos contornos de grão constituem um mecanismo no qual a deformação ocorre com o movimento relativo entre os grãos em sólidos policristalinos por efeito combinado dos mecanismos associados ao modelo de contorno, apresentados acima. Este mecanismo depende, sobretudo, da razão de aspecto do grão. Este processo pode gerar duas conseqüências sobre a microestrutura do material. A primeira é que em altas temperaturas um contorno de grão pode deslizar em relação ao outro aliviando a tensão de cisalhamento, mas isto provoca um aumento da tensão no interior do grão quando existe restrição para o deslizamento, particularmente no ponto triplo. A segunda é que com o travamento gera-se muitas discordâncias no grão.

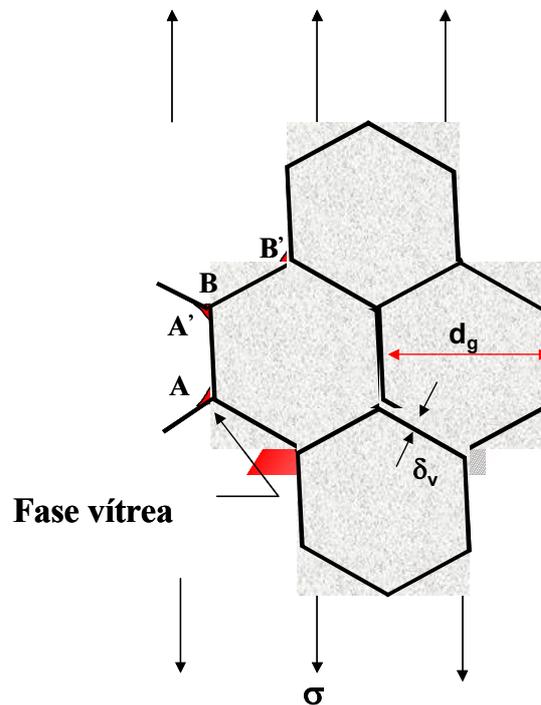


Figura 2.17 Esquema mostrando a transferência de soluto da fase vítrea da interface A-A' para a interface B-B'. δ_v é a espessura da fase vítrea e d_g é o diâmetro do grão. Adaptado da referência [43].

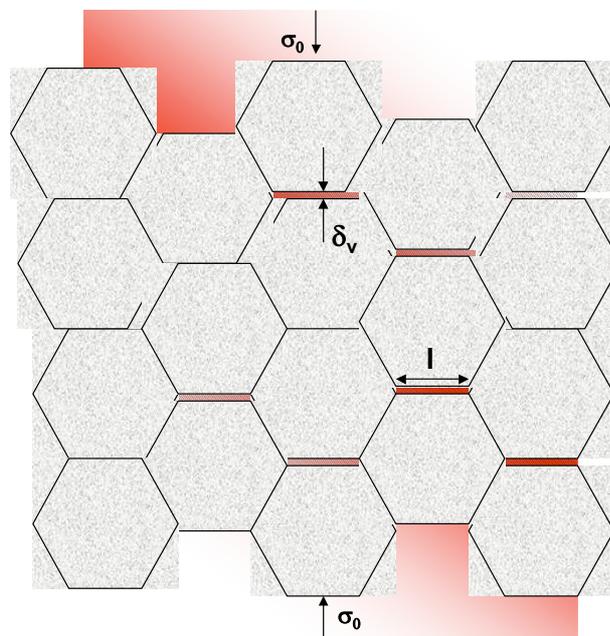


Figura 2.18 Esquema de uma microestrutura idealizada com fase vítrea no contorno de grão. l é o lado do hexágono e δ_v é a espessura do contorno de grão.

Dependendo das condições de tensão e de temperatura, a taxa de deformação por fluência de um material cerâmico em geral é o resultado da contribuição combinada de diversos mecanismos em ação. Há duas maneiras de interação entre os processos e são reconhecidas como: paralelo ou em série. Havendo independência entre os mecanismos, ou seja, operando paralelamente, o mecanismo mais rápido determina a taxa de fluência, que será a soma das taxas de fluência dos diversos mecanismos individuais, $\dot{\epsilon}_i$:

$$\dot{\epsilon} = \sum \dot{\epsilon}_i \quad (2.10)$$

Portanto, para o processo paralelo o valor de Q e n determinados por meio de um ensaio de fluência será a composição de todos os mecanismos operantes. Entretanto, quando um dos mecanismos se apresenta, significativamente, como o mais rápido em relação aos outros, esses parâmetros dependerão desse outro mecanismo [31].

No processo em série, a taxa de fluência pode ser expressa como:

$$\dot{\epsilon} = \frac{1}{\sum \frac{1}{\dot{\epsilon}_i}} \quad (2.11)$$

Nesse caso, o mecanismo significativamente mais lento determina a taxa de fluência resultante e contribui, sobremaneira, para os valores dos parâmetros Q e n [31].

Existe a possibilidade de distinguir entre o processo em série e paralelo pela variação de Q em função da temperatura, mantendo a tensão constante, ou pela variação de n em função da tensão, mantendo a temperatura constante. Para isto, assume-se que a fluência é um processo termicamente ativado e que Q e n influenciam a taxa de fluência [31]. Com isso, pode-se montar um mapa de tensão-temperatura em que consiste em um diagrama da tensão normalizada pelo módulo de Young ou de cisalhamento em função da

temperatura normalizada pela temperatura de fusão do material. Com este diagrama pode-se destacar os principais mecanismos de deformação por fluência sob determinadas condições de temperatura e de tensão [28].

2.4.2 Aspectos gerais dos mecanismos de fluência em materiais cerâmicos

É importante salientar que a maioria dos modelos de fluência foi desenvolvida originalmente para materiais monoatômicos, como por exemplo, cobre puro. Dessa forma, exige-se cautela quando se trata de utilizá-los para materiais cerâmicos para se determinar, adequadamente, os mecanismos de fluência. Por exemplo, o processo difusional em cerâmicas é muito complexo por causa das ligações iônicas e covalentes entre os íons ou átomos e das diferentes taxas de difusão de cátions e de ânions ou de átomos de elementos químicos distintos. Em geral, existem duas possibilidades: (1) a difusão do ânion e do cátion ocorre pelo mesmo caminho, produzindo a chamada difusividade efetiva ou (2) a difusão dos cátions e ânions ocorre ao longo de caminhos diferentes resultando numa difusividade complexa. Além disso, a presença de impurezas e de imperfeições pode dificultar a análise dos dados de difusividade [31] , [45].

Há ainda evidências empíricas que indicam que a microestrutura do material submetido ao processo de fluência muda com o tempo, sobretudo, em materiais cerâmicos, pois nestes materiais podem ocorrer transformações de fase, nucleação e crescimento de trincas, fenômenos que têm uma forte influência sobre a deformação e os mecanismos de fluência, principalmente, em refratários [46].

Refratários, basicamente constituídos de matriz e de agregados, podem ser definidos como compósitos sólidos policristalinos e/ou vítreos, formados por matérias-primas naturais e/ou sintéticas, não metálicos, porém podem conter adições intencionais de pós e fibras metálicas. São inorgânicos, contudo podem conter grafite, fibras orgânicas, coque etc. São, normalmente,

compostos de mais de uma fase cerâmica, apresentam poros e microtrincas e grãos de dimensões, formas e distribuição variadas. Em vista disso, refratários são materiais com uma microestrutura complexa. Portanto, exige-se cautela ao avaliar os mecanismos de fluência de refratários, em geral. Contudo, em refratários, a fluência ocorre essencialmente na matriz, composta de grãos finos. Observa-se ainda que os mecanismos de fluência predominantes são por fluxo viscoso devido à fase vítrea e/ou líquido eutético, em geral contidos nos refratários, além de deslizamento entre grãos, com ou sem fase vítrea nos contornos [45]-[52].

Outro aspecto importante é que a grande maioria dos pesquisadores interpreta seus resultados como se sempre existisse um estado estacionário. A evidência experimental, na verdade, não permite afirmar que em todo ensaio de fluência se chega a um momento em que a taxa de deformação permanece constante por tempo suficientemente longo. Durante o ensaio a carga constante, no modo de compressão, como a tensão aumenta com a deformação, é possível que a taxa cresça naturalmente após o estágio primário. No entanto, mesmo com ensaios a tensão constante observa-se freqüentemente que a taxa ao final do estágio estacionário, passa por um valor mínimo, crescendo em seguida, sem evidência concreta de uma estabilização. Tudo parece depender do nível de resolução da deformação detectada pelo equipamento utilizado. Em geral, a observação de um estado estacionário provém de um nível de resolução insuficiente para detectar com precisão o ponto de taxa mínima [53].

2.4.3 Crescimento de trinca por danos de fluência

Em temperaturas baixas ou intermediárias, a maioria dos materiais cerâmicos sofre ruptura de maneira frágil, com pouca ou sem deformação plástica, devido a defeitos oriundos do processo de fabricação e à alta tensão de escoamento desses materiais, dentre outras causas. Em temperaturas elevadas esses materiais tendem a se fraturar por vários mecanismos de

crescimento de trinca, causados pelos mecanismos de fluência. Esses mecanismos, para materiais cerâmicos com ou sem fase vítrea, são subdivididos basicamente em dois tipos: (1) extensão direta da trinca ao longo do contorno de grão, por difusão, por fluxo viscoso e por rompimento de uma fase viscoelástica e (2) propagação descontínua da trinca através de uma zona que envolve acumulação de danos por fluência, em um certo volume do material [54]. Esses mecanismos de ruptura por fluência dependem fortemente da distribuição da tensão na região ao redor da ponta da trinca e de outros fatores, tais como temperatura, microestrutura e composição química do material (Figura 2.19) [55]-[61].

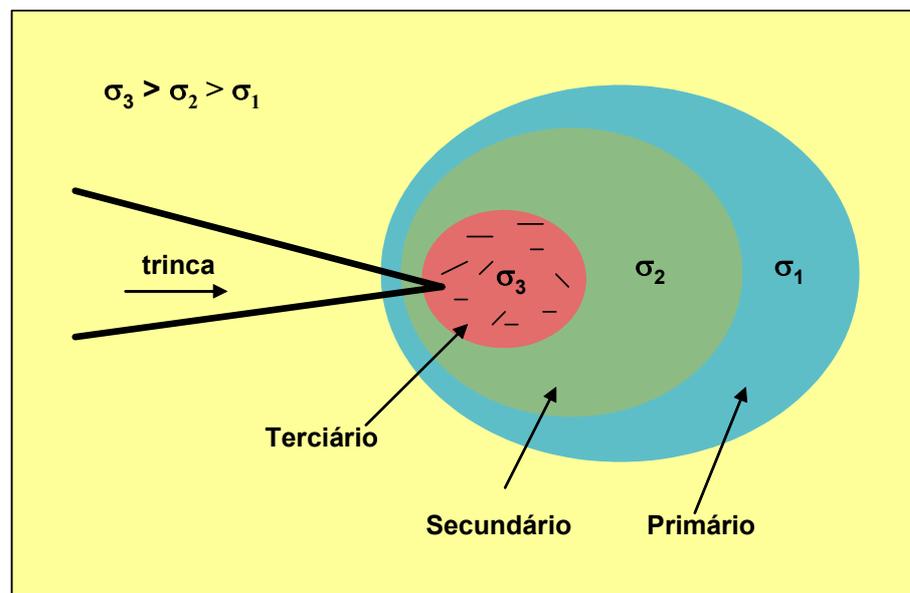


Figura 2.19 Ilustração esquemática dos diferentes estágios de fluência, primário, secundário e terciário, na ponta da trinca, em função da distribuição da tensão, σ_1 , σ_2 e σ_3 ao longo de uma amostra. Adaptada da referência [55].

Para um material monofásico a extensão direta da trinca ocorre pelos contornos de grão devido à difusão. Este processo é resultante de um campo de tensão local, envolve transporte de massa da superfície da trinca que passa pela ponta atinge o contorno de grão. Geram-se, assim, microcavidades que quando coalescidas facilitam a propagação da trinca (Figura 2.20) [56].

A propagação direta da trinca pode advir do transporte de uma fase de baixa e/ou alta viscosidade da superfície da trinca para as interfaces dos contornos de grão, dependendo da energia de superfície e do ângulo de molhamento, θ (Figura 2.21) [56].

Para materiais cerâmicos que contém uma fase vítrea contínua de alta viscosidade no contorno de grão, a propagação direta da trinca ocorre com o rompimento de pontes de fase vítrea (Figura 2.22) [56].

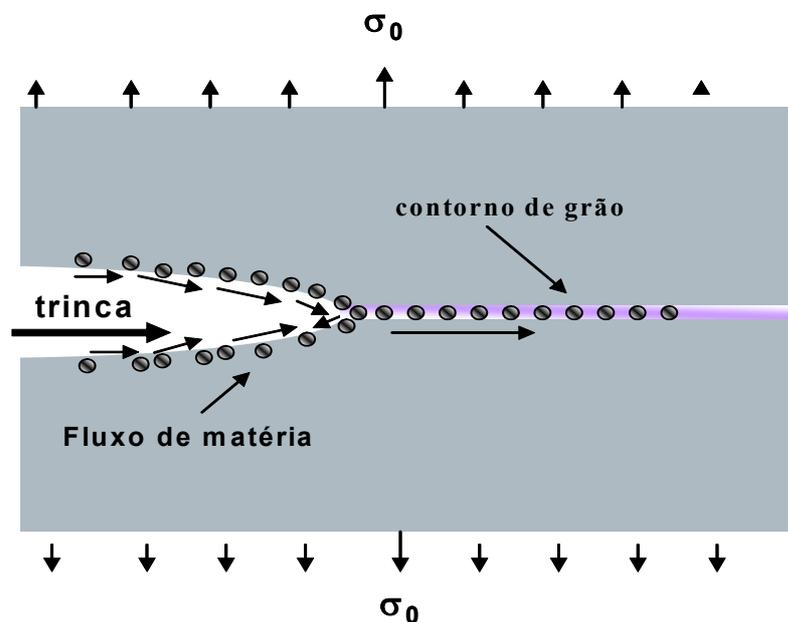


Figura 2.20 Esquema do crescimento da trinca por difusão. Adaptado da referência [56].

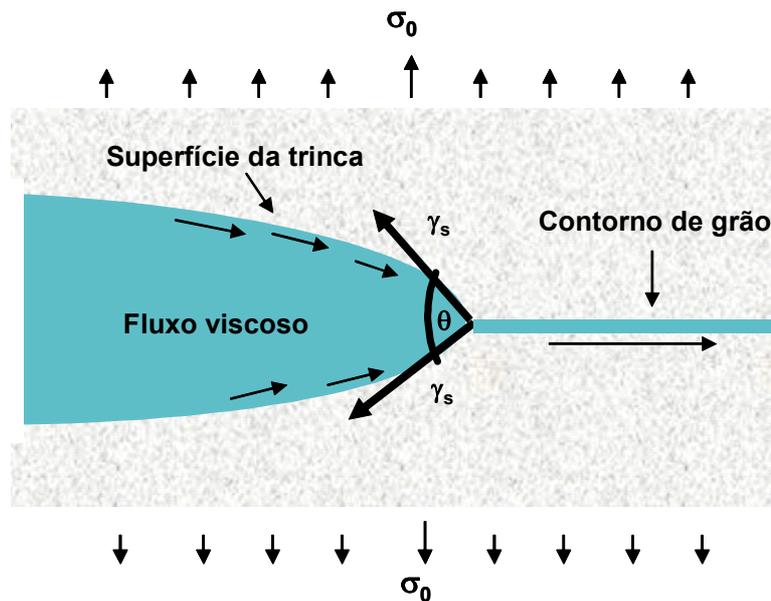


Figura 2.21 Ilustração da extensão de trinca devido à presença de uma fase de baixa viscosidade. A energia interfacial está representada por γ_s . Adaptado da referência [56].

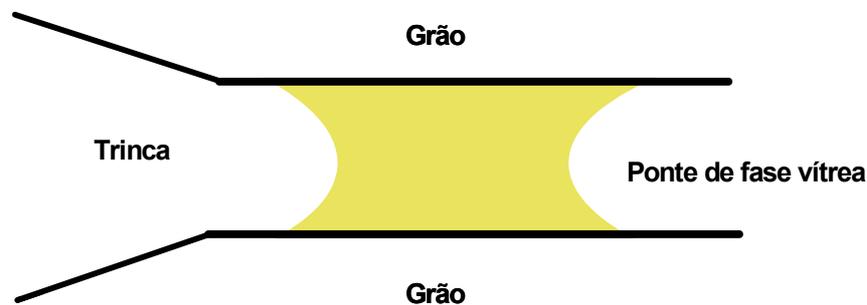


Figura 2.22 Propagação da trinca pelo rompimento de pontes viscoelásticas. Adaptada da referência [56].

A expansão descontínua da trinca pela acumulação de danos por fluência, em um determinado volume, pode advir de um processo constituído basicamente, de quatro etapas: (1) nucleação das cavidades, (2) crescimento dessas cavidades, (3) coalescência dessas cavidades para a formação das microtrincas e (4) a incorporação das microtrincas na trinca principal (Figura 2.23).

Na literatura, nota-se que existem vários modelos micro-mecânicos desenvolvidos para explicar a formação de regiões danificadas por fluência. Esses modelos são complexos, pois levam em conta o grau de homogeneidade da microestrutura da região onde a microcavidade está sendo nucleada, a densidade volumétrica de microcavidades nucleadas, a cinética de nucleação e de crescimento, assim como, o desenvolvimento da morfologia das microcavidades e a tensão local, como resultado da concentração de tensão, tal como em um ponto triplo entre os grãos[54], [56]-[61]

Campbell et. al.[17] discutem, à partir de diversos ensaios de fluência, usando-se a mesma isoterma e utilizando-se um material cerâmico com trincas pré-existentes, que é possível observar que quanto menor for a tensão aplicada maior será o tempo necessário para que se fracture completamente sob fluência. Esses pesquisadores descreveram comportamentos distintos para três faixas de tensão, como ilustra a Figura 2.24. A linha tracejada horizontal indica o menor fator de intensidade de tensão, K_I , necessário para a trinca se propagar pela ação do campo de tensão na sua ponta.

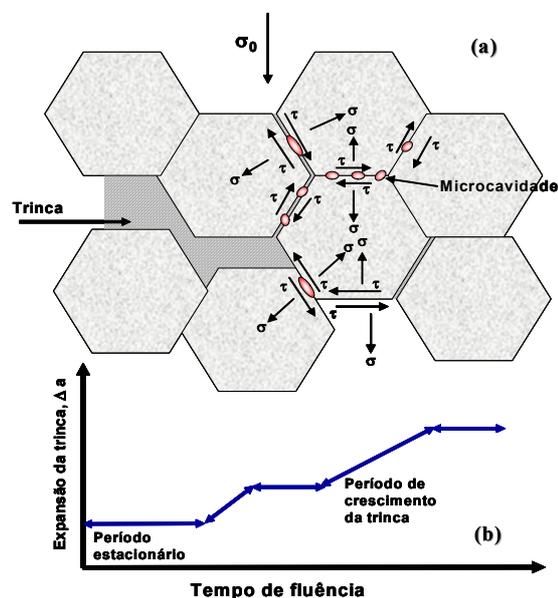


Figura 2.23: (a) Esquema mostrando o avanço da trinca através de uma região que sofreu danos por fluência. (b) gráfico esquemático que mostra a expansão da trinca em função do tempo de fluência. Adaptado da referência [56].

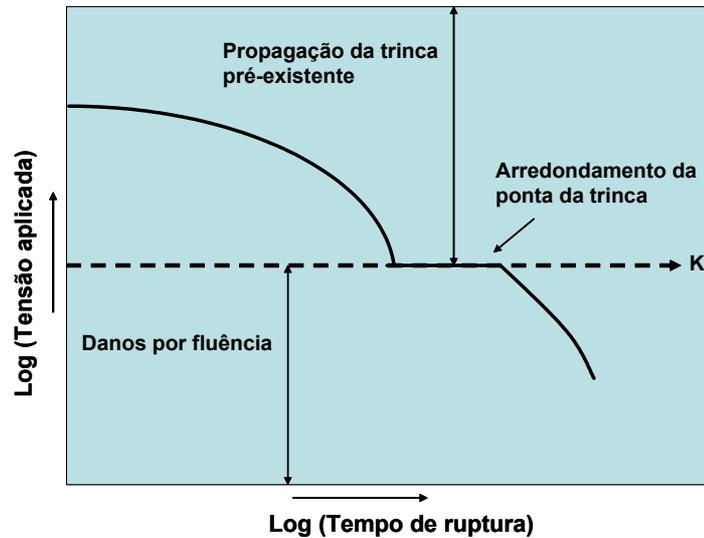


Figura 2.24 Esquema da tensão aplicada em função do tempo até a ruptura em fluência, indicando as faixas de tensão em que ocorre a expansão e o arredondamento da ponta da trinca e/ou os danos por fluência [17].

Quando se aplica uma determinada carga, tal que o valor do fator de intensidade de tensão, K_I , na ponta da trinca seja suficientemente alto, o corpo se rompe, predominantemente, pela propagação dessa trinca. Neste caso, Campbel e colaboradores [17] especificam a fluência como frágil. Por outro lado, quando o fator de intensidade de tensão na ponta da trinca está no limite do valor necessário para promover a expansão da trinca, esta se propaga, mas a sua propagação é retardada pelo arredondamento da sua ponta (devido à própria fluência). Esta situação é conhecida como de transição frágil-dúctil. Finalmente, quando o valor do fator de intensidade de tensão está abaixo do valor necessário para a propagação da trinca, a ruptura do material dar-se-á, principalmente, pelos danos de fluência (por exemplo, formação e coalescimento de microcavidades, ver Figura 2.23). Por esta razão, o tempo de fratura se estende e volta a depender da tensão aplicada. Com isso, a fluência se caracteriza como dúctil.

Uma abordagem adotada, normalmente, para tratar o crescimento de trincas por fluência é o conceito de integral- C^* [55]. Todo arcabouço teórico deste conceito foi montado baseando-se no conceito de integral-J. Contudo, o

uso de suas formulações foi restrito ao material que apresentar, predominantemente, fluência no estágio estacionário. A integral- C^* pode ser definida pela expressão abaixo:

$$C^* = \int_{\Gamma} \left(\dot{w} dy - \sigma_{ij} n_j \frac{\partial \dot{u}_i}{\partial x} ds \right), \quad (2.12)$$

onde Γ é o contorno que envolve a ponta da trinca, dy é o incremento na direção y , σ_{ij} é um tensor da tensão que atua no contorno Γ , n_j são as componentes do vetor unitário normal ao contorno Γ , \dot{u}_i são as componentes do vetor velocidade de deslocamento da ponta da trinca, ds é o incremento ao longo do contorno Γ e \dot{w} é a densidade da taxa de trabalho (potência) realizado pela tensão e pode ser definida como:

$$\dot{w} = \int_0^{\dot{\epsilon}_{kl}} \sigma_{ij} d\dot{\epsilon}_{ij}, \quad (2.13)$$

onde $\dot{\epsilon}_{ij}$ é o tensor da taxa de deformação, sendo que k, j, i e l são índices que indicam os componentes dos tensores. No estágio secundário este tensor segue a lei da potência:

$$\dot{\epsilon}_{ij} = B \sigma_{ij}^{\eta}, \quad (2.14)$$

onde B e η são constantes que depende da microestrutura do material.

3 OBJETIVO DO TRABALHO

Os assuntos discutidos na revisão bibliográfica permitem inferir sobre a complexidade de se avaliar a medida de energia de fratura em temperaturas elevadas. Para averiguar e ampliar o conhecimento sobre este assunto, este trabalho teve como objetivo principal estudar, experimentalmente, as relações existentes entre a energia de fratura em altas temperaturas e a fluência, em materiais cerâmicos. Desse modo, para atender a este objetivo de maneira científica, foram elaborados compósitos alumina-vidro para simular um refratário com fase vítrea e impurezas. Além destes compósitos foram avaliados dois refratários comerciais.

Complementarmente, foram analisadas várias propriedades termomecânicas com a finalidade de se avaliar também a influência dos mecanismos de fluência sobre os parâmetros de resistência ao dano por choque térmico.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Este trabalho foi realizado basicamente em quatro etapas: 1) foi dada ênfase na elaboração e preparação dos corpos-de-prova dos compósitos alumina-vidro; 2) foram preparados corpos-de-prova dos refratários sílico-aluminoso e aluminoso; 3) foram realizadas caracterizações físicas e ensaios termomecânicos preliminares (refratariedade-sob-carga, módulo de ruptura a quente, módulo de Young e coeficiente de dilatação térmica linear) dos materiais aqui estudados e por fim, 4) foram realizados ensaios de fluência sob compressão e sob flexão a três pontos, bem como de energia de fratura em temperaturas elevadas, dos materiais apresentados acima.

Algumas análises pelo método dos elementos finitos foram feitas com a finalidade de complementar a discussão sobre a influência da distribuição de tensão sobre a fluência que, por sua vez, afeta o ensaio de propagação estável de trinca em temperaturas elevadas.

4.1 Materiais

4.1.1 Compósito alumina-vidro

Como visto na revisão bibliográfica, a maioria dos pesquisadores atribui à fase vítrea a passagem da energia de fratura por um máximo em uma determinada faixa de temperatura em refratários[2]-[3],[14].

Embora a disposição das indústrias de refratários seja a de desenvolver refratários com refratariedade adequada para cada aplicação, contendo uma pequena quantidade ou nenhuma fase vítrea na microestrutura, ainda existem inúmeras classes de refratários sendo comercializadas, que não atendem a esta tendência. Por exemplo, a fase vítrea é, normalmente, incorporada para facilitar a sinterização do material. Assim, uma grande quantidade de refratários contendo fase vítrea ainda são consumidos pelos principais setores do

mercado consumidor de refratário; tais como, petroquímico, vidro, não-ferrosos, cimento e, principalmente, siderúrgico.

Dentro deste contexto, foram formulados materiais de referência, sem e com a presença de fase vítrea na microestrutura, sobretudo, para estudar de maneira científica a interferência da fluência sobre a energia de fratura em altas temperaturas. Estes materiais são compósitos contendo aluminas eletrofundidas e calcinadas, alumina hidratável como ligante e, com e sem, vidro de $\text{SiO}_2\text{-CaO-Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3\text{-MgO}$, na forma de fibras moídas. Com esse material, foi simulado um concreto refratário à base de alumina e contendo cimento de aluminato de cálcio, microsilíca e impurezas típicas dessas matérias-primas.

4.1.1.1 Preparação do compósito alumina-vidro

Para formular o compósito foram necessárias várias etapas de classificação e de análise das matérias-primas.

As aluminas eletrofundidas foram classificadas quanto à distribuição granulométrica usando-se agitadores de peneiras: magnético, modelo 1042, da Bertel, e mecânico, modelo Ro-Tap, da W. S. Tyler Company. O agitador magnético foi utilizado para as matérias-primas com tamanho nominal de partículas acima de $74\ \mu\text{m}$ (equivalente à malha # 200 mesh). Especificamente, para a alumina AEB-200F foi usado o agitador mecânico. As peneiras foram selecionadas de acordo com o padrão U.S. Tyler.

Em relação à classificação granulométrica das aluminas calcinadas e hidratável, da fração fina da alumina AEB 200F e das fibras de vidro, que apresentaram o tamanho nominal de partículas menores que $45\ \mu\text{m}$, foi realizada por sedimentação num equipamento Sedigraph 5100, da Micromeritics.

As matérias-primas mais finas (fração fina da AEB-200F, calcinadas, hidratável e fibras de vidro) foram caracterizadas também quanto à densidade real, visto que esta informação foi importante para realizar a análise de

distribuições granulométricas por sedimentação. Para isto, foi usado um picnômetro, modelo Accupyc 1330, da Micromeritics, pela técnica de deslocamento de hélio.

Para calcular a quantidade de dispersante foi necessário estimar a área superficial das matérias-primas que compõem a matriz do compósito antes de se iniciar a formulação. Para tanto, as análises foram realizadas, conforme o método BET, com o equipamento Micromeritics Gemini 2370.

Com auxílio de um programa de desenvolvimento de ajustes granulométricos PSDesigner 2.0 [62], desenvolvido pelo Grupo de Engenharia de Microestrutura de Materiais, GEMM, em parceria com a Alcoa Alumínio S.A., uma completa formulação dos compósitos alumina-vidro foi realizada, com os seguintes teores de vidro em peso: 0%, 10% e 20%, denominados respectivamente como, C0, C10 e C20. Inicialmente, as distribuições granulométricas das matérias-primas (Figura 4.1) e as respectivas densidades e áreas superficiais foram inseridas no banco de dados do programa.

Com os dados inseridos no programa PSDesigner, foi selecionado o modelo de empacotamento de Andreasen com coeficiente de distribuição $q=0,21$ para a realização da formulação dos compósitos. Esse coeficiente foi adotado com objetivo de se obter uma formulação auto-escoante e uma maior porcentagem de matriz. Com os dados, o programa permite o cálculo da distribuição discreta e acumulada de uma formulação (combinação desejada de matérias-primas atendendo a uma curva alvo, ou seja, o modelo de empacotamento especificado) (Figura 4.2).

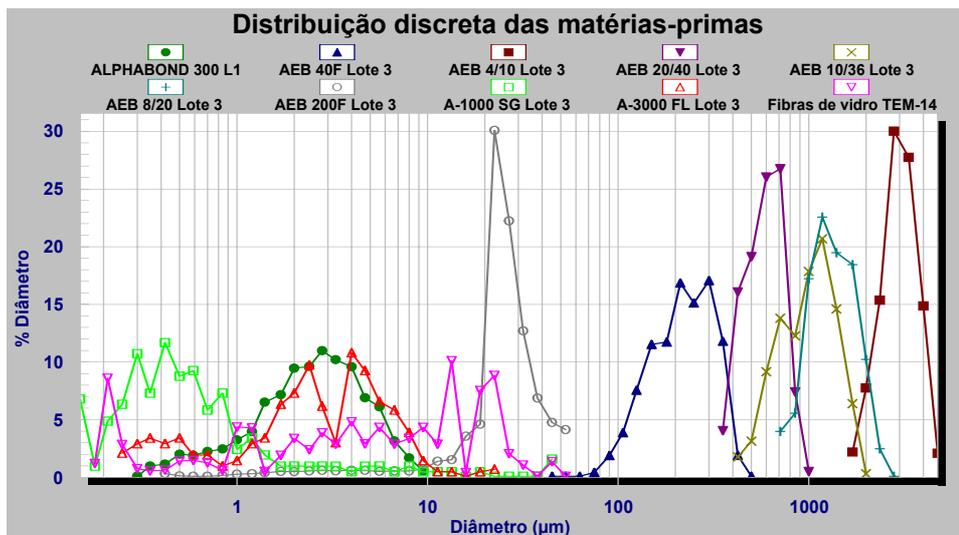


Figura 4.1 Distribuição discreta de tamanho de partículas das matérias-primas usadas na formulação dos compósitos alumina-vidro.

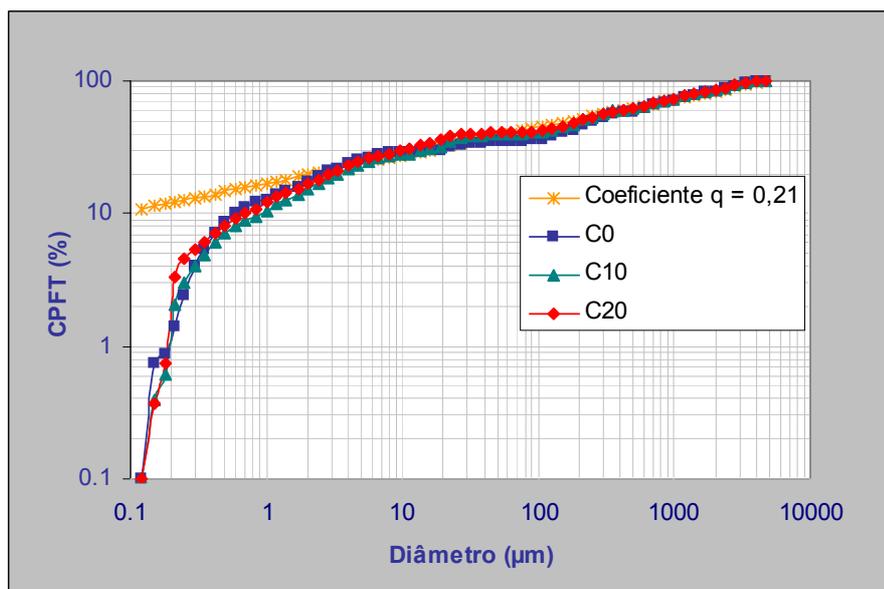


Figura 4.2 As distribuições acumuladas das formulações dos compósitos alumina-vidro e a curva alvo com o coeficiente de distribuição de Andreassen igual a 0,21, formuladas no programa PSDesigner 2.0.

O PSDesigner emite relatórios de saídas decorrentes da formulação. Informando o teor de líquido (em volume) que se pretende utilizar e a densidade do mesmo e o teor de dispersante, são calculados: o teor de sólidos em volume, os teores em peso de sólido e líquido (teor de líquido para

pesagem). Adicionalmente, informando a quantidade da composição que se pretende preparar, o programa emite uma ficha de pesagem com a massa necessária de cada matéria-prima na formulação, além das massas de líquido e de dispersante.

A Tabela 4.1 mostra a formulação dos compósitos completos, contendo ou não vidro, cujas denominações são C0, C10 e C20. A

Tabela 4.2 mostra a formulação das matrizes dos compósitos, formadas apenas pelas partículas com tamanho abaixo de 100 μm de diâmetro, que foram designadas, respectivamente, como M0, M10 e M20. Os materiais constituídos somente da matriz dos compósitos foram empregados apenas para os ensaios de refratariedade-sob-carga, de análise térmica diferencial e de difratometria de raios X, pois nesses ensaios se quis ter maior sensibilidade à presença do vidro e fases minoritárias.

Tabela 4.1 Formulação dos compósitos alumina-vidro.

Composição		C0 (%-p)	C10 (%-p)	C20 (%-p)	
Agregados	♣Alumina eletrofundida branca $d_{\text{max}} \leq 4,5 \text{ mm}$	AEB 40F	21,13	20,80	19,82
		AEB 4/10	17,99	17,70	18,67
		AEB 20/40	6,36	6,25	8,21
		AEB 10/36	10,76	10,57	9,60
		AEB 8/20	9,31	8,17	9,16
		AEB 200F	6,17	8,01	2,00
Matriz	♣Aluminas calcinadas $d_{\text{max}} \leq 100 \mu\text{m}$	A-3000FL	15,12	10,50	4,56
		A-1000SG	11,16	6,00	5,98
	♣Alumina hidratável (HAB) $d_{50} (\mu\text{m}) = 3,0$	Alphabond -300	2,00	2,00	2,00
	♠Fibras de vidro	TEM-14	0,00	10,0 (14,0 %-vol)	20,0 (26,8 %-vol)

♣Alcoa Brasil e USA, ♠Owens Corning Brasil.

Tabela 4.2 Formulação das matrizes dos compósitos alumina-vidro.

Composição		M0 (%-p)	M10 (%-p)	M20 (%-p)
♣Alumina eletrofundida branca	AEB 200F	17,93	24,20	7,17
♣Aluminas calcinadas $d_{\max} \leq 100 \mu\text{m}$	A-3000FL	45,12	32,50	16,80
	A-1000SG	32,96	18,44	21,81
♣Alumina hidratável (HAB)	Alphabond -300	3,99	4,15	4,93
♠Fibras de vidro	TEM-14	0,00	20,71 (27,88 %-vol))	49,29 (58,97 %-vol)

♣Alcoa Brasil e USA, ♠Owens Corning Brasil.

Para a análise química quantitativa, as fibras de vidro foram moídas, peneiradas e solubilizadas em meio de mistura ácida e os elementos de interesse foram determinados em espectrômetro de emissão ótica com plasma induzido, modelo VISTA, da Varian. O óxido de silício foi determinado em espectrofotômetro de absorção atômica de chama, modelo Spectra A640, da Varian. Esta análise foi realizada no Centro de Caracterização e Desenvolvimento de Materiais, CCDM. A Tabela 4.3 mostra a composição química do vidro empregado. A Figura 4.3 mostra a morfologia das fibras de vidro na situação de “como recebidas”.

Tabela 4.3. Composição química das fibras de vidro TEM-14 da Owens Corning Brasil.

Composição	Porcentagem (%-p)
SiO ₂	53,77
CaO	22,23
Al ₂ O ₃	12,41
B ₂ O ₃	6,73

MgO	3,45
Na ₂ O	0,85
K ₂ O	0,30
Fe ₂ O ₃	0,23
TiO ₂	0,03

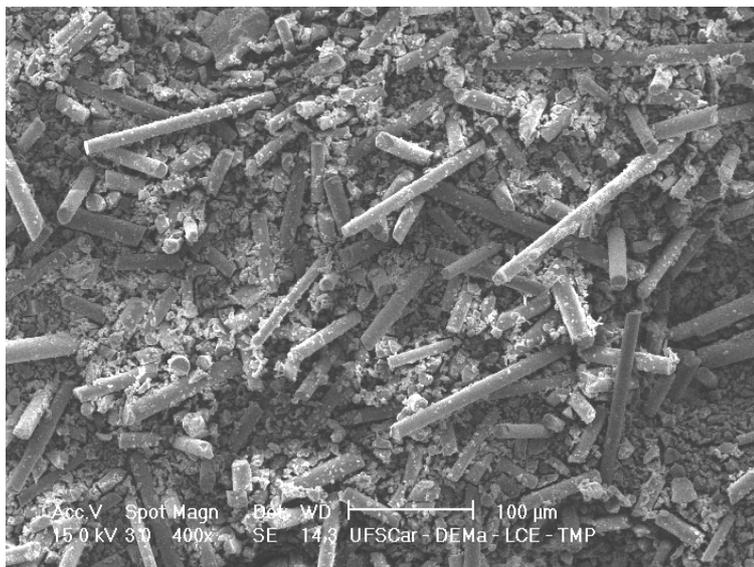


Figura 4.3 Micrografia eletrônica de varredura das fibras moídas de vidro de TEM-14, como recebidas.

Foram preparadas várias bateladas de 4 kg de cada formulação. Para misturar a massa seca com o dispersante, foi usado um misturador duplo cone, por aproximadamente 5 minutos. O dispersante utilizado foi o ácido cítrico anidro P.A., da Synth, no teor de 0,26 mg/(m² de área superficial da matriz).

Para a mistura a úmido foi utilizado o reômetro de concreto refratário, desenvolvido pelo GEMM [63]. Foi adicionada 16,5%-vol de água deionizada, gradualmente, até o ponto de “virada” do compósito, a partir do qual pode-se acrescentar toda água restante em passo acelerado. Toda mistura foi realizada com velocidade de rotação de 33 rpm, por aproximadamente 15 minutos, para se evitar aquecimento desnecessário e promover uma suspensão homogênea.

Apesar de o comportamento reológico dos compósitos não ter sido sistematicamente caracterizado, notou-se que os compósitos C0 e C10, apresentaram um comportamento auto-escoante (pseudoplástico), permitindo uma fácil moldagem, sem o problema de sedimentação dos agregados. A

exceção foi o compósito C20 que apresentou dilatância. Foi necessário o uso de uma mesa vibratória para a sua moldagem, para se evitar macro-defeitos. No caso do compósito C20, a quantidade de vidro (20%-peso) na forma de fibra, substituindo em parte a alumina AEB 200F, e a alta razão de aspecto das mesmas, contribuíram para o comportamento dilatante.

Após a moldagem, os corpos-de-prova foram curados por 48 horas em temperatura ambiente e secados a 110 °C por 24 horas.

A sinterização foi realizada a 1400 °C por 1 hora com taxa de aquecimento de 8 °C/min. Antes do resfriamento total, os corpos ficaram a 750 °C por 1 hora com o objetivo de aliviar tensões internas na sua microestrutura, principalmente na fase vítrea. A taxa de resfriamento até 750 °C foi de 5 °C/min e após este patamar foi de 10 °C/min. Para tanto, foram ocupados dois fornos Lindberg\Blue-M, BF51664-P-COM-C\1.

Após a sinterização, os corpos-de-prova foram retificados para se obter um bom acabamento, as dimensões desejadas e o paralelismo das superfícies.

4.1.2 Refratários sílico-aluminoso e aluminoso

Os refratários sílico-aluminoso e aluminoso, comerciais, utilizados, principalmente, pelo setor siderúrgico, foram adquiridos com o objetivo de se observar também os efeitos da fase vítrea e/ou de microconstituintes eutéticos e da fluência sobre a medida de energia de fratura em altas temperaturas.

A composição química dos refratários, fornecida pelo fabricante, está listada na Tabela 4.4. O refratário sílico-aluminoso foi conformado e submetido à sinterização em 1280 °C por 12 horas. O refratário aluminoso foi prensado e submetido à sinterização a 1340 °C, aproximadamente, por 12 horas. Ambas as informações de processamento foram dadas pelos respectivos fabricantes.

Tabela 4.4 Composição química dos refratários sílico-aluminoso e aluminoso.

Composto	sílico-aluminoso	aluminoso
	Teor (%-p)	Teor max (%-p)
SiO ₂	63,1	14,5
Al ₂ O ₃	31,1	84
Fe ₂ O ₃	1,2	2,40
TiO ₂	1,44	2,00
CaO	0,3	-----
MgO	0,06	-----
Na ₂ O	0,68	0,30
K ₂ O	2,18	

Como estes refratários foram recebidos na forma de tijolos, ocupou-se uma furadeira de coluna com serra-copo e uma retífica para se obter o paralelismo das superfícies superior e inferior para o preparo dos corpos-de-prova para os ensaios de refratariedade-sob-carga e de fluência sob compressão. Utilizaram-se uma cortadeira e uma retífica para confeccionar barras para os ensaios de módulo de ruptura a quente, de energia de fratura, fluência sob flexão a três pontos e de módulo elástico por ressonância de barra.

4.2 Caracterizações físicas

4.2.1 Porosidade e densidades pelo método de Arquimedes

A porosidade aparente, a massa específica aparente e a massa específica aparente da parte sólida foram determinadas pelo método da imersão em água após repouso por 26 horas, sendo as 2 primeiras sob vácuo. Após esse período foram avaliadas: a massa imersa (m_i), massa úmida (m_u), massa seca

(m_s) para a determinação das massas específicas aparente (M.E.A.) e a específica da parte sólida (M.E.A.S.) e da porosidade aparente (P.A.), através das equações:

$$P.A.(%) = 100 \cdot \left(\frac{m_u - m_s}{m_u - m_i} \right); \quad (4.1)$$

$$M.E.A.(g/cm^3) = \left(\frac{m_s}{m_s - m_i} \right) \cdot \rho_L; \text{ e} \quad (4.2)$$

$$M.E.A.S.(g/cm^3) = \left(\frac{m_s}{m_u - m_i} \right) \cdot \rho_L, \quad (4.3)$$

sendo que ρ_L é a massa específica do líquido, no caso, a água, $\rho_L = 1 \text{ g/cm}^3$, na temperatura da avaliação.

4.2.2 Distribuição de tamanho de poros

Para medir a distribuição de tamanho de poros foi utilizada a técnica de porosimetria de mercúrio. O equipamento utilizado foi o porosímetro 9320 da Micromeritics, com capacidade máxima de 206,8 MPa (30000 psi), podendo medir poros entre 300 μm e 0,006 μm . Para a realização do ensaio de porosimetria foram preparadas amostras cúbicas com arestas de 1cm.

4.2.3 Difração de raios X

Para a difração de raios X, os materiais foram moídos utilizando-se um britador de mandíbulas e um pulverizador rotativo, Pulverisette 2, ambos da Fritsch. As amostras foram pulverizadas até uma granulometria passante na peneira padrão U.S. Tyler # 325 mesh.

A caracterização de fases foi realizada por difração de raios X, em um equipamento Siemens, modelo D5005, radiação K_{α} (do cobre, com filtro de níquel).

4.2.4 Ceramografia e fratografia

A caracterização da microestrutura dos refratários foi realizada utilizando as técnicas de microscopia eletrônica de varredura. Para tanto, os corpos-de-prova foram cortados em várias seções a fim de se verificar as diversas regiões da amostra. Em seguida, foram embutidos em resina de poliéster. A retirada do excesso de resina e o polimento foram realizados numa politriz automática, modelo Phoenix Beta, da Buehler, usando uma seqüência de lixa e de pastas de diamante de granulometria de 30, 6 e 1 μm . Após o polimento, para a observação no microscópio eletrônico de varredura, MEV, as amostras foram desembutidas e recobertas com ouro.

As superfícies de fratura dos corpos-de-prova ensaiados foram observadas com a finalidade de se identificar os prováveis mecanismos que atuaram durante o processo de fratura em altas temperaturas, nos ensaios de propagação estável de trinca.

Para observação da microestrutura foram utilizados os microscópios eletrônicos de varredura: modelos XL-30 TMP e XL-30 FEG, ambos os modelos da Philips, além do microscópio eletrônico de varredura, modelo DSM940A, da Zeiss.

4.2.5 Análise térmica diferencial e termogravimétrica

A análise térmica diferencial, ATD, e a termogravimétrica foram utilizadas para a verificação de transformações significativas nos refratários, utilizados neste trabalho, na faixa de temperatura dos ensaios termomecânicos.

As duas técnicas foram implementadas simultaneamente, usando um equipamento modelo STA 409, Netzsch, com taxa de aquecimento de 5 °C/min, até 1500 °C. As amostras utilizadas estavam na forma de pó, com granulometria passante na peneira padrão U.S. Tyler # 325 mesh.

4.2.6 Calorimetria diferencial de varredura

Com a finalidade de se verificar as temperaturas de transformações do vidro, foi realizada uma análise de calorimetria diferencial de varredura, DSC, até 1200 °C, com taxa de aquecimento de 5 °C/min, com um equipamento modelo DSC 404, Netzsch. A amostra utilizada estava na forma de pó, com granulometria passante na peneira padrão U.S. Tyler # 325 mesh. A massa usada foi de 30,6 mg.

4.3 Caracterizações termomecânicas

4.3.1 Módulo de ruptura a quente

Para os ensaios de módulo de ruptura a quente empregou-se uma máquina de flexão a três pontos, modelo HBST (High Bending Strength Tester) 422, da Netzsch (Figura 4.4). A velocidade de carregamento foi de 12,5 N/s, de acordo com a norma ASTM C 583-8 [64]. Para o cálculo do módulo de ruptura, σ_f , utilizou-se a seguinte expressão:

$$\sigma_f = \frac{3}{2} \cdot \frac{P_{\max} \cdot L}{b \cdot d^2}, \quad (4.4)$$

onde P_{\max} é a força de ruptura, L é a distância entre os apoios e vale 125 mm e b e d, são a largura e a altura do corpo-de-prova, respectivamente.



Figura 4.4 Foto do equipamento de módulo de ruptura a quente, modelo HBST 422, da Netzsch.

Uma cortadeira e uma retífica foram utilizadas para extrair e preparar, a partir dos tijolos dos refratários comerciais, barras para os ensaios de módulo de ruptura a quente. Para os compósitos, os corpos-de-prova foram moldados, sinterizados e retificados. As dimensões nominais das barras foram de 25 mm x 25 mm x 150 mm. Foram utilizados 5 corpos-de-prova em cada temperatura.

4.3.2 Refratariedade-sob-carga

A refratariedade-sob-carga foi caracterizada em um equipamento Netzsch, modelo RUL 421E (Figura 4.5), com a capacidade de aplicação de carga de 1000 N, cujos detalhes da parte interna do forno estão esquematizados na Figura 4.6. Foi aplicada tensão uniaxial de compressão de 0,2 MPa e taxa de aquecimento de 5 °C/min até 1500 °C. Foram utilizados dois corpos-de-prova cilíndricos com o diâmetro externo de 50,9 mm e interno de 12,8 mm e altura de 50 mm.

Para os compósitos, os corpos-de-prova foram moldados e sinterizados e as superfícies superior e inferior foram retificadas. Como os refratários sílico-

aluminoso e aluminoso foram recebidos na forma de tijolos, para a preparação dos corpos-de-prova para os ensaios de refratariedade-sob-carga e de fluência sob compressão ocupou-se uma furadeira de coluna com serra-copo para a obtenção de cilíndricos com diâmetro externo de 50,9 mm e interno de 12,8 mm e uma retífica para se obter o paralelismo às superfícies superior e inferior.



Figura 4.5 Foto do equipamento de refratariedade-sob-carga, modelo RUL 421E, da Netzsch.

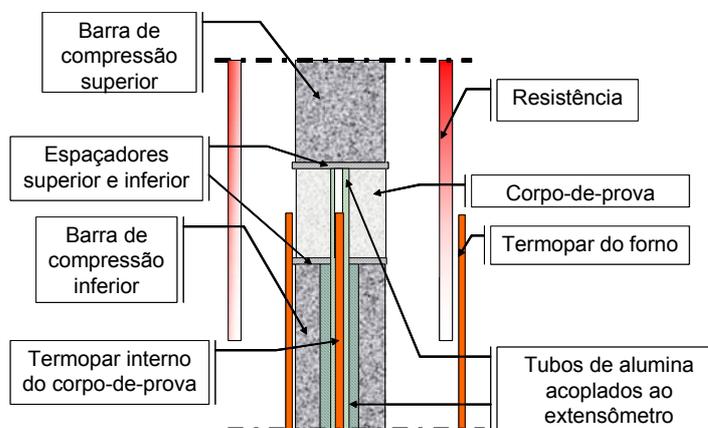


Figura 4.6 Esquema da parte interna do forno do equipamento de refratariedade-sob-carga da Figura 4.5.

4.3.3 Coeficiente de dilatação térmica linear

Para a determinação do coeficiente de dilatação térmica linear, α , foi empregado o mesmo equipamento utilizado para a medida da refratariedade-sob-carga. Nesse caso, esse equipamento funcionou como um dilatômetro para corpos-de-prova grandes, necessários para a representatividade da microestrutura dos materiais sob teste. Foi aplicada uma tensão uniaxial de compressão de 0,02 MPa e taxa de aquecimento de 5 °C/min até 1400 °C. As geometria e dimensões dos corpos-de-prova foram as mesmas daqueles utilizados na refratariedade-sob-carga.

4.3.4 Módulo de Young em função da temperatura

Os ensaios para a determinação do módulo de Young, E , e de cisalhamento, G , em altas temperaturas foram conduzidos em um equipamento desenvolvido no GEMM (Grupo de Engenharia de Microestrutura de Materiais) [65]. Este equipamento baseia-se no método de ressonância mecânica de barras. O método consiste no estímulo do corpo de prova com frequência variável, a fim de se localizar a frequência fundamental e as suas harmônicas de vibração natural do corpo. Através de relações matemáticas embutidas em um programa desenvolvido para tratar os dados obtidos do ensaio, pode-se correlacionar as frequências de ressonância à densidade, geometria e dimensões do corpo e às propriedades elásticas do material. Primeiramente, a partir das frequências do modo torcional, determina-se G . Depois, com as frequências do modo flexional, iterativamente, determinam-se os valores de E e da razão de Poisson.

Os corpos-de-prova foram confeccionados na forma de barra com dimensões nominais de 15 mm x 25 mm x 150 mm.

O ensaio foi realizado da temperatura ambiente até 1200 °C, em degraus de 100 °C. Em cada temperatura, o corpo-de-prova foi submetido a um tempo de homogeneização da temperatura de 40 minutos antes de se iniciar a varredura na frequência.

Por limitações do equipamento de ressonância de barras não se pôde medir essa propriedade acima de 1200 °C.

Os ensaios para se determinar o módulo de Young dos materiais aqui estudados foram realizados considerando-se que as condições utilizadas mantinham-nos no regime linear elástico, sobretudo, porque nesses ensaios são aplicadas tensões baixas.

4.3.5 Ensaio de fluência sob compressão

Ensaio de fluência foram realizados em um equipamento Netzsch, modelo RUL 421E (Figura 4.5 e Figura 4.6). Foi aplicada tensão uniaxial de compressão de 0,45 MPa e taxa de aquecimento de 5 °C/min até se atingir as isothermas de medida. As dimensões dos corpos-de-prova foram as mesmas daqueles utilizados na refratariedade-sob-carga.

Neste trabalho, os ensaios de fluência sob compressão foram realizados com o intuito de ajudar na avaliação dos resultados dos ensaios de propagação estável de trinca em altas temperaturas, que por sua vez, está relacionado com a energia de fratura. Para isto, foi verificada a suscetibilidade à fluência dos compósitos alumina-vidro (C0, C10 e C20), refratários sílico-aluminoso e aluminoso, aqui tratados, quando sujeitos à tensão aplicada de compressão de 0,45 MPa (carga constante) e variando-se a temperatura de ensaio.

Devido às dimensões dos corpos-de-prova e à limitação da carga máxima que pode ser usada no equipamento RUL 421E não foram aplicadas tensões maiores. O conjunto de isothermas para cada material foi definido de

acordo com os resultados obtidos dos ensaios de refratariedade-sob-carga e a temperatura de tratamento térmico sofrido pelos materiais.

4.3.6 Ensaio de fluência sob flexão a três pontos.

Foram realizados ensaios de fluência de flexão a três pontos, utilizando o mesmo equipamento do módulo de ruptura à quente, conforme já foi mostrado na Figura 4.4, com o objetivo de se observar a fluência em condições de distribuição de tensão similares àquelas do ensaio de energia de fratura, facilitando a avaliação do efeito da fluência sobre essa propriedade.

Os corpos-de-prova foram no formato de barra prismática, com dimensões nominais de 25 mm x 25 mm x 150 mm, sem entalhe. O tempo de homogeneização da temperatura, para uma determinada temperatura, foi em torno de 20 horas (o corpo-de-prova ficou sobre a pista de espera). Este tempo foi adotado para minimizar as interferências das acomodações do sistema do equipamento HBST 422, ao longo do tempo sobre a medida de fluência, conforme discutido no apêndice A.

A tensão inicial aplicada, σ , e a deformação por fluência, ε , da região tracionada do corpo-de-prova (da fibra inferior do corpo-de-prova) foram calculadas a partir das equações:

$$\sigma = \frac{3}{2} \cdot \frac{P_{\text{const}} \cdot L}{b \cdot d^2} \quad (4.5)$$

e

$$\varepsilon = \frac{6d}{L^2} \cdot f_d \quad (4.6)$$

onde P_{const} é a carga aplicada, constante, sobre o corpo-de-prova e f_d é flecha devido ao deslocamento do atuador.

A taxa de fluência, $\dot{\varepsilon}$, em unidades de s^{-1} , foi obtida através da seguinte expressão:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{6d}{L^2} \cdot \dot{f}_d, \quad (4.7)$$

onde \dot{f}_d é a velocidade de variação do tamanho da flecha em unidades de $m \cdot s^{-1}$.

4.3.7 Ensaio de energia de fratura em altas temperaturas

Para a determinação da energia de fratura, foram obtidas curvas de carga em função do deslocamento, com carregamento contínuo, em flexão a três pontos, na mesma máquina HBST 422 (Figura 4.4) adaptada com um dispositivo que permite descer o atuador com velocidade constante, em torno de $5 \mu m/min$. No entanto, a velocidade de deslocamento do atuador pode variar ao longo do ensaio de acordo com a resposta do corpo-de-prova em relação à carga aplicada sobre o mesmo (vide apêndice A).

Inúmeros testes foram realizados para encontrar as condições mais adequadas para a realização do ensaio de propagação estável de trinca. Buscaram-se estas condições, mantendo-se a velocidade mínima do atuador de $5 \mu m/min$, alterando-se as dimensões dos corpos-de-prova e o tipo de entalhe e sua respectiva profundidade, com a finalidade de minimizar o armazenamento excessivo de energia elástica nos mesmos. Esta sistemática foi escolhida com base nas relações de flexibilidade entre o corpo-de-prova e o equipamento, propostas por Nakayama et. al [11].

Justificou-se, também, este procedimento de alterar as dimensões do corpo-de-prova e o tipo de entalhe, para se obter propagação estável de trinca, porque nenhuma alteração estrutural e no sistema de medida poderia ser executada a tempo no equipamento HBST 422, considerando-se o longo

cronograma de ensaios previstos, tanto de energia de fratura como de fluência sob flexão.

Inicialmente, foram realizados ensaios com corpos-de-prova com dimensões de 25 mm x 25 mm x 150 mm, com entalhe plano e profundidade de 50% da altura do corpo, sem qualquer sucesso. O próximo passo foi alterar as dimensões dos corpos-de-prova, combinando modificações na altura e largura, mantendo-se o entalhe plano e a profundidade de 50% da altura. Todos esses testes também não se converteram em sucesso. A opção foi alterar o tipo de entalhe de plano para Chevron com ângulo de 90° e profundidade de 50%. Com estas modificações também não foi possível conseguir a propagação estável de trinca. Optou-se em alterar o ângulo do entalhe Chevron de 90° para 70°. Com esta modificação conseguiu-se um relativo sucesso com os compósitos alumina-vidro e o refratário aluminoso, mas parcialmente com o refratário sílico-aluminoso.

A Tabela 4.5 mostra os valores para as efetivas dimensões dos corpos-de-prova dos três materiais empregados neste trabalho. Em todos eles o entalhe Chevron teve ângulo de 70° e profundidade de 50% da altura. A Figura 2.1 mostra um esquema da secção do entalhe. O entalhe foi feito com disco diamantado de 400 µm de espessura. Foram utilizados nos ensaios entre 3 a 5 corpos-de-prova em cada temperatura.

Tabela 4.5 Dimensões nominais dos corpos-de-prova utilizadas para o ensaio de propagação estável de trinca.

Material	Dimensões nominais (mm)
Compósitos – C0, C10, C20	21 x 21 x 150
Refratário sílico-aluminoso	21 x 24 x 150
Refratário Aluminoso	23 x 24 x 150

É importante salientar que os testes preliminares foram realizados nas temperaturas ambiente e na de amolecimento do material, indicadas pelos ensaios de refratariedade-sob-carga. Isto porque, a rigidez do sistema, corpo-de-prova e equipamento, pode mudar em função da temperatura de ensaio.

Como tratado no apêndice A, para minimizar o problema das acomodações que ocorrem no equipamento ao longo tempo, foi estipulado um tempo para homogeneizar a temperatura. Ensaios foram realizados após o tempo de homogeneização da temperatura de aproximadamente 8 horas. Os ensaios em temperaturas distintas, acima de 1000 °C, foram realizados, em geral, uma hora e 30 minutos após o término do ensaio anterior. Abaixo de 1000 °C o tempo de homogeneização da temperatura foi de aproximadamente 3 horas após a realização do ensaio anterior.

Para o cálculo da energia de fratura, o trabalho realizado pela máquina para romper completamente o corpo, sob condição de propagação estável de trinca, foi dividido pela área projetada da superfície de fratura, multiplicada por dois, em unidades de J/m^2 . A integração da curva carga em função do deslocamento foi feita até um ponto em que P diminuiu para 10% da carga máxima atingida no teste, auxiliado pelo programa Origin[®] versão 6.0, conforme a equação 2.4 e Figura 4.7. Para determinar a área projetada, a superfície de fratura, com uma escala, foi fotografada com uma câmera digital, modelo MVC-FD92, da Sony. Com a fotografia estimou-se a área através de um analisador de imagens ImagePro express 4.1.

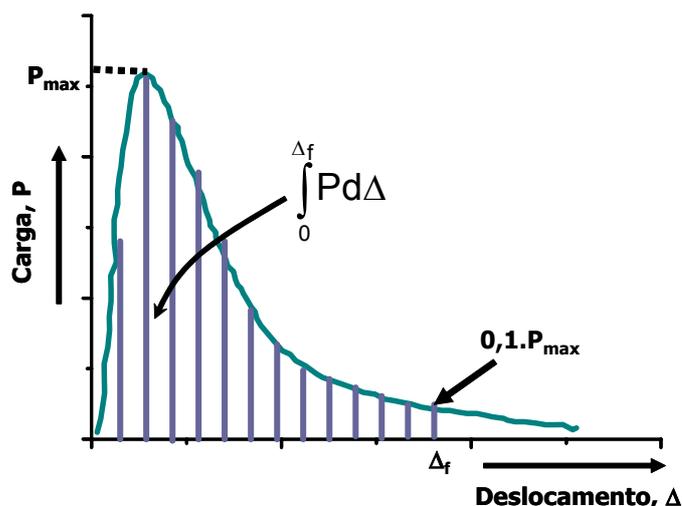


Figura 4.7 Esquema da curva carga, P , em função do deslocamento, Δ , de um ensaio de propagação estável de trinca, indicando a região integrada sob a

curva e o deslocamento final, Δ_f , correspondente à carga com valor de 10% da carga máxima atingida no ensaio.

Uma observação importante que se deve considerar é que nenhuma correção foi realizada nas curvas carga em função do deslocamento, pois o equipamento HBST 422 tem um sistema que compensa qualquer deformação ou acomodação dos componentes abaixo do apoio do sistema de flexão. Na realidade, o extensômetro poderia estar sendo influenciado pela deformação elástica do atuador e do suporte de flexão, porém como são produzidos em SiC de alto módulo elástico, desprezou-se a sua deformação elástica, uma vez que os níveis máximos de carga alcançados são baixos ($\cong 150$ N) (ver apêndice A).

Como os níveis máximos de carga foram baixos, foi observado, nos materiais aqui analisados, que a principal contribuição energética contabilizada na energia de fratura provém da região próxima da ponta do entalhe. Assim, os fenômenos que não estão ligados à formação de superfície de fratura (ver Figura 4.8) não foram considerados na medida da energia de fratura em altas temperaturas, pois não foram significativos.

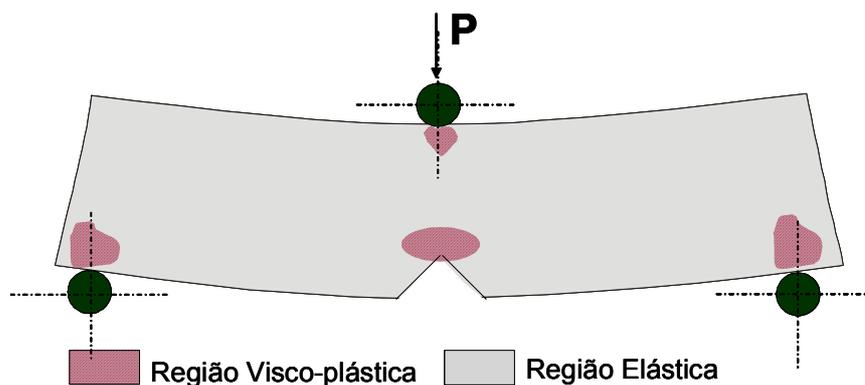


Figura 4.8 Esquema de um corpo-de-prova sendo ensaiado sob flexão a três pontos, realizado em uma temperatura elevada.

4.4 Análise de tensões pelo método dos elementos finitos

No método dos elementos finitos o estudo do comportamento mecânico de um corpo contínuo qualquer, submetido a um determinado carregamento, é feito mediante a discretização deste corpo em domínios chamados de elementos finitos.

Desta forma, define-se como discretização o procedimento de transformação da estrutura dada, em uma outra constituída por uma reunião de elementos, unidos entre si através de um número finito de pontos, chamados nós e admitindo-se compatibilidade de deslocamento nos nós e ao longo das faces comuns dos elementos adjacentes. Evidentemente, a discretização estrutural de um corpo corresponde a uma aproximação do mesmo corpo contínuo. Esta aproximação será tanto maior, quanto maior for o número de nós pelos quais os elementos se ligam, ou também, quanto maior for o número de elementos em que a estrutura foi dividida. Assim, com a discretização pode-se estabelecer a aproximação do modelo físico com o modelo matemático [66].

Neste trabalho, a análise de tensões pelo método dos elementos finitos foi utilizada com o intuito de avaliar as regiões com maiores concentrações de tensão e estimar a ordem de grandeza desta tensão. Com estas informações e os dados experimentais, foi possível discutir alguns aspectos da relação entre a medida de energia de fratura em temperaturas elevadas e da fluência. No entanto, vale observar que a fluência não foi considerada nos modelos matemáticos.

As geometrias adotadas para a análise das tensões pelo método dos elementos finitos foram: um cilindro simulando um corpo-de-prova utilizado nos ensaios de refratariedade-sob-carga e de fluência sob compressão, barra prismática com e sem entalhe plano como modelo do corpo-de-prova usado no ensaio de fluência sob flexão a três pontos, e finalmente uma barra prismática com entalhe Chevron para se analisar o ensaio de propagação estável de trinca.

A discretização do modelo foi realizada usando-se elementos tipo tetra 10 da biblioteca de elementos do programa Cosmos 2.0 [67] que apresenta as seguintes características:

- i. 10 nós por elemento;
- ii. material se encontra no regime elástico linear;
- iii. os deslocamentos sofridos pelos elementos são pequenos;
- iv. não ocorre fluência.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo serão apresentadas e discutidas as características físicas e termomecânicas dos compósitos alumina-vidro e dos dois refratários comerciais, separadamente para cada material. Vale observar que as seções das caracterizações termomecânicas dos materiais englobam, inicialmente, os ensaios de refratariedade-sob-carga, de módulo de ruptura a quente e de módulo de Young por ressonância de barra. Os resultados e discussão dos ensaios de fluência, sob compressão e sob flexão a três pontos, e de propagação estável de trinca são apresentados após isso. No final do capítulo, serão apresentadas as considerações gerais sobre a medida da energia de fratura e os parâmetros de resistência ao dano por choque térmico em função da temperatura.

5.1 Compósitos alumina-vidro

5.1.1 Compósitos alumina-vidro: Caracterizações físicas

A Tabela 5.1 lista a porosidade aparente (P.A.), massa específica aparente da parte sólida, (M.E.A.S.) e massa específica aparente (M.E.A.), dos compósitos alumina-vidro. Em relação ao material C0, as massas específicas diminuem pela introdução cada vez maior de vidro nos compósitos (Tabela 4.3). O material C0 apresenta uma porosidade aparente típica de um concreto refratário convencional, 16,8 %. A sinterização em fase líquida do compósito C10 possibilitou a diminuição da porosidade aparente para 15,2 %. O compósito C20 teve o seu empacotamento bastante comprometido na moldagem devido à grande quantidade de vidro, como mencionado na seção 4.1.1.1, e, por conseqüência, a porosidade aparente atingiu 21,9 %. Enquanto que no material C0 existem apenas os poros normais resultantes dos interstícios entre as partículas normais das matérias-primas, nos compósitos

C10 e C20, existe um segundo tipo de poro, bastante alongado decorrente das fibras moídas do vidro.

Verificou-se também a distribuição de tamanho de poros. As Figura 5.1 e Figura 5.2 mostram que a distribuição de tamanho de poros do material C0 é monomodal, sendo que o valor médio de diâmetro de poros está abaixo de 1 μm . Essa distribuição para o compósito C10 é bimodal e estreita cujos valores médios estão em torno de 1 e de 8 μm . O compósito C20 tem uma distribuição de tamanho de poros estreita e monomodal também em torno de 8 μm . Ressalta-se que se estimou, através das micrografias eletrônicas de varredura das Figura 4.3 e Figura 5.3, que o diâmetro das fibras de vidro está em torno de 8 μm .

A confirmação de que parte da porosidade da microestrutura dos compósitos C10 e C20 advém das fibras de vidro, além daquela porosidade proveniente, sobretudo para o material C0, das interfaces matriz-agregado pode ser também constatada comparando as micrografias eletrônicas de varredura das Figura 5.4, Figura 5.5 e Figura 5.6.

Tabela 5.1 Porosidade aparente, P.A., massa específica aparente da parte sólida, M.E.A.S., e massa específica aparente, M.E.A., dos compósitos alumina-vidro.

Composição	P.A. (%)	M.E.A.S. (g/cm³)	M.E.A. (g/cm³)
C0	16.8±0.4	3.89±0.01	3.24±0.02
C10	15.2±0.4	3.57±0.01	3.03±0.02
C20	21.9±0.8	3.47±0.01	2.71±0.03

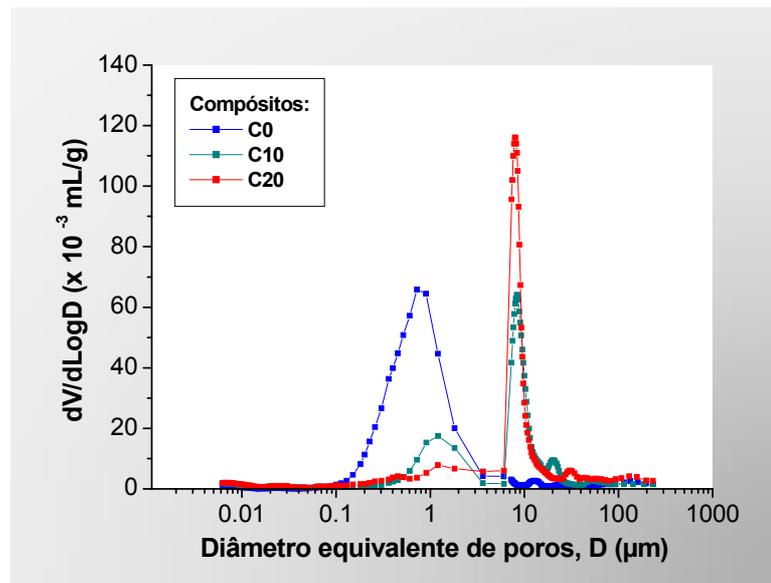


Figura 5.1 Distribuição discreta de tamanhos de poros dos materiais C0, C10 e C20 determinada pelo método de porosimetria de mercúrio.

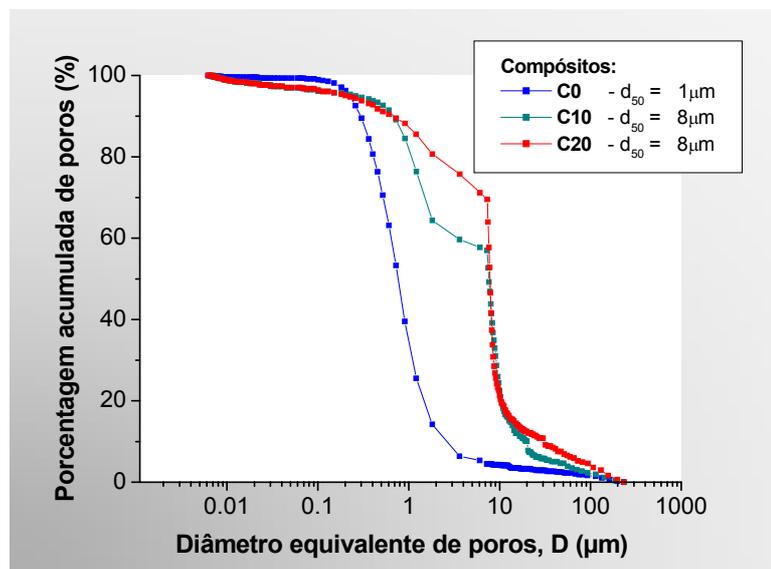


Figura 5.2 Porcentagem acumulada de poros em função do diâmetro equivalente de poros dos materiais C0, C10 e C20.

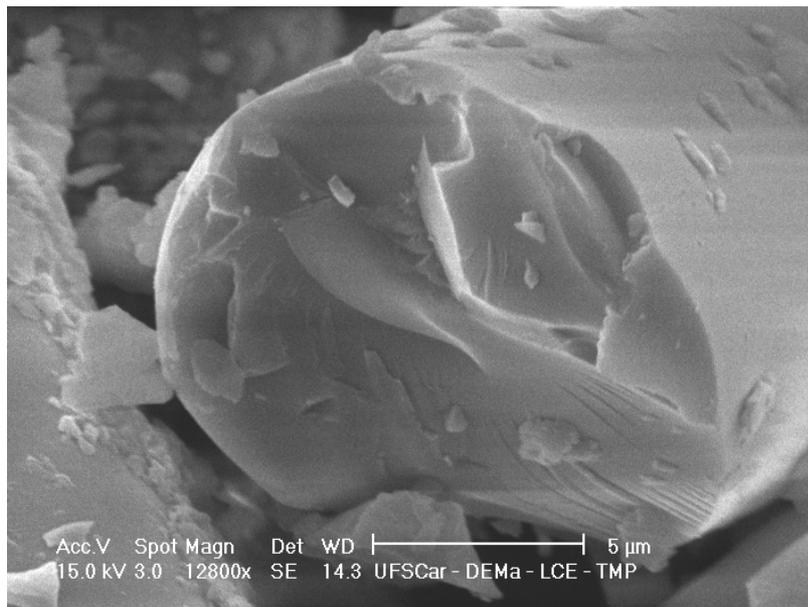


Figura 5.3 Micrografia eletrônica de varredura de uma fibra de vidro utilizada nos compósitos C10 e C20.

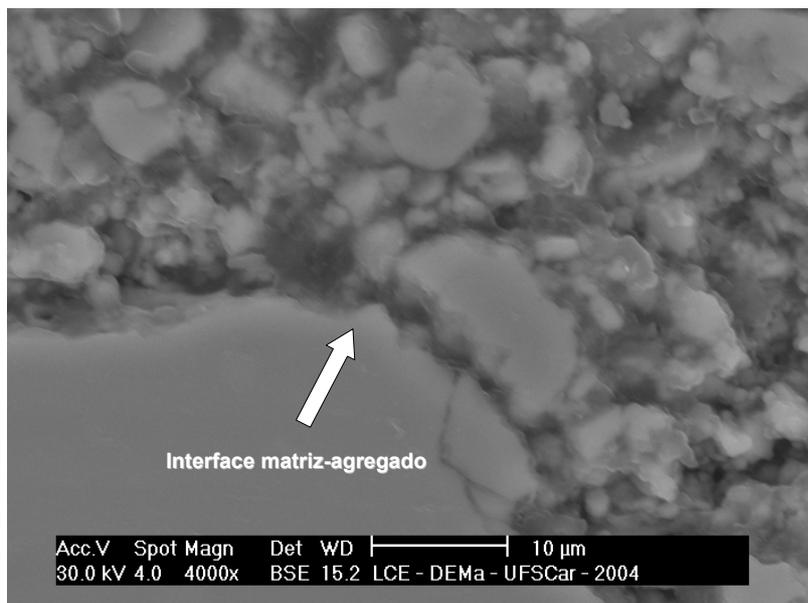


Figura 5.4 Micrografia da microestrutura do material C0. Em destaque as falhas e a porosidade na interface matriz-agregado

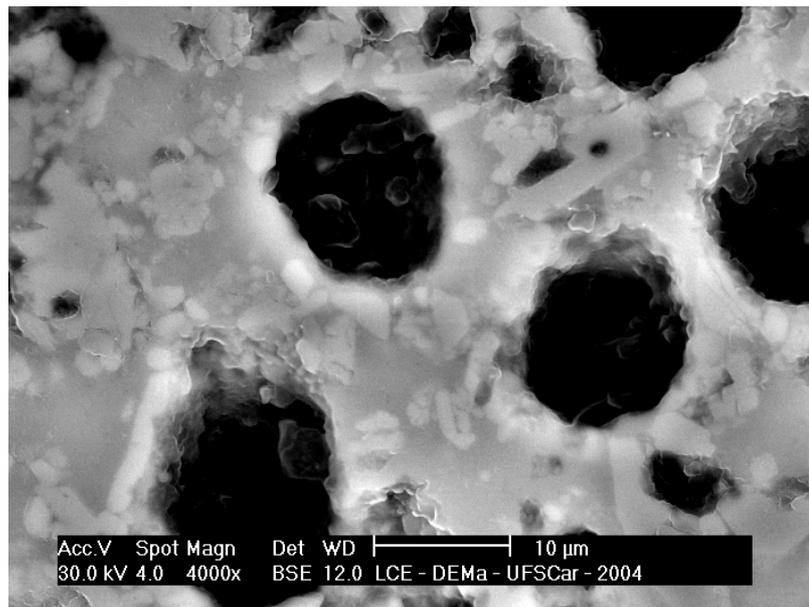


Figura 5.5 Micrografia da microestrutura do compósito C10 mostrando os poros formados pelas fibras de vidro.

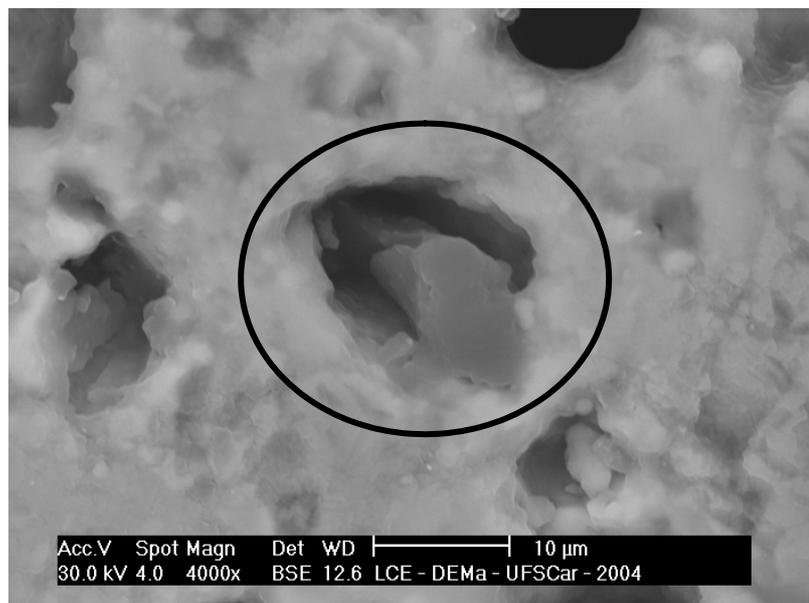


Figura 5.6 Micrografia da microestrutura do compósito C20 mostrando os poros oriundos das fibras de vidro. Em destaque um resto de fibra de vidro em um poro.

Da Figura 5.7 à Figura 5.9 mostram-se os difratogramas de raios X das matrizes dos materiais M0, M10 e M20, tratadas termicamente a 1400 °C por 1 hora nas mesmas condições dos materiais C0, C10 e C20. Como mencionado,

as matrizes foram formuladas para realçar as fases minoritárias e, por conseqüência, facilitar a identificação dessas fases. Como esperado, o difratograma da matriz M0 mostrou apenas a existência de corindon. As matrizes M10 e M20 revelaram fases geradas pela adição do vidro. Estes resultados indicam que parte do vidro se cristalizou e reagiu com as aluminas calcinadas e hidratável.

Com a identificação da cristobalita, da pseudowollastonita e da anortita, nas matrizes M10 e M20, pressupõe-se que exista um microconstituente eutético ternário nas respectivas microestruturas. Isto porque, em primeiro lugar, a formulação baseado nos principais componentes químicos do vidro (Al_2O_3 , SiO_2 , CaO) esta dentro do triângulo de compatibilidade das fases cristobalita-pseudowollastonita-anortita do digrama de fase ternário do sistema Al_2O_3 - SiO_2 - CaO . Em segundo lugar, o triângulo de compatibilidade aponta a existência de um microconstituente eutético com temperatura eutética de $1170\text{ }^\circ\text{C}$ [68] (Figura 5.10). Além deste eutético, a microestrutura pode conter, distribuídos em pequenas regiões, outros microconstituintes eutéticos quaternários com baixo ponto de fusão, visto que a composição química do vidro contém B_2O_3 , CaO , MgO , Na_2O , K_2O e Fe_2O_3 (Tabela 4.3). Por exemplo, a combinação dos compostos Na_2O - CaO - Al_2O_3 - SiO_2 pode promover o surgimento de líquido a $1130\text{ }^\circ\text{C}$, como indica a Figura 5.11 [69].

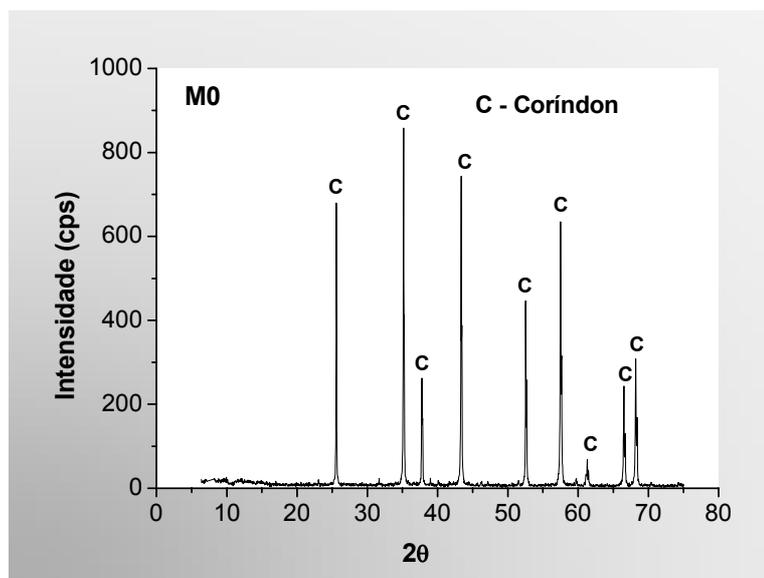


Figura 5.7 Difratoograma da matriz M0, tratada termicamente a 1400 °C por 1 hora.

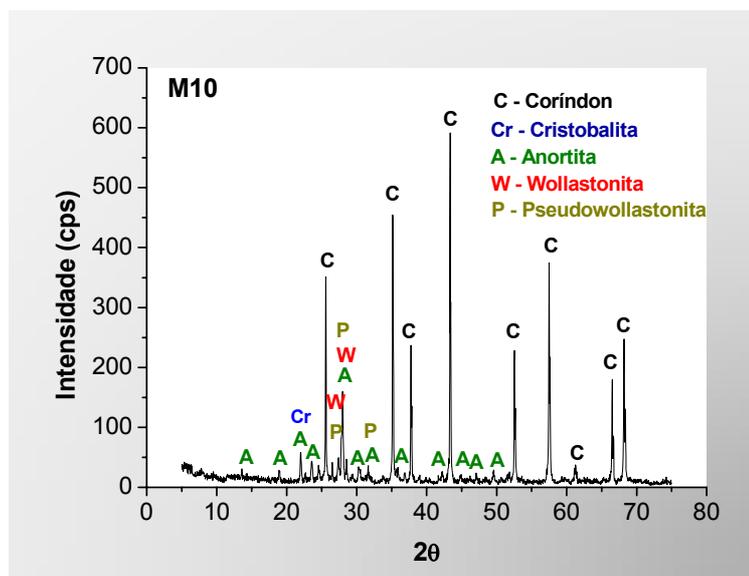


Figura 5.8 Difratoograma da matriz M10, tratada termicamente a 1400 °C por 1 hora.

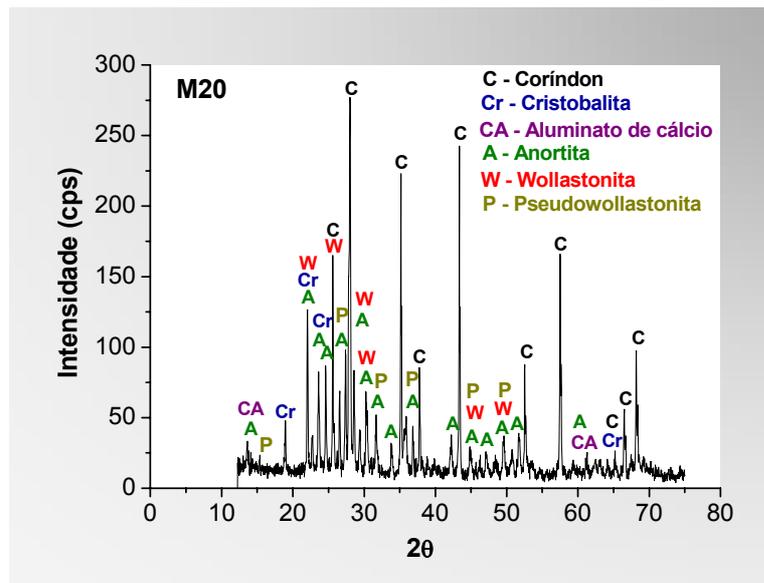


Figura 5.9 Difratoograma da matriz M20, tratada termicamente a 1400 °C por 1 hora.

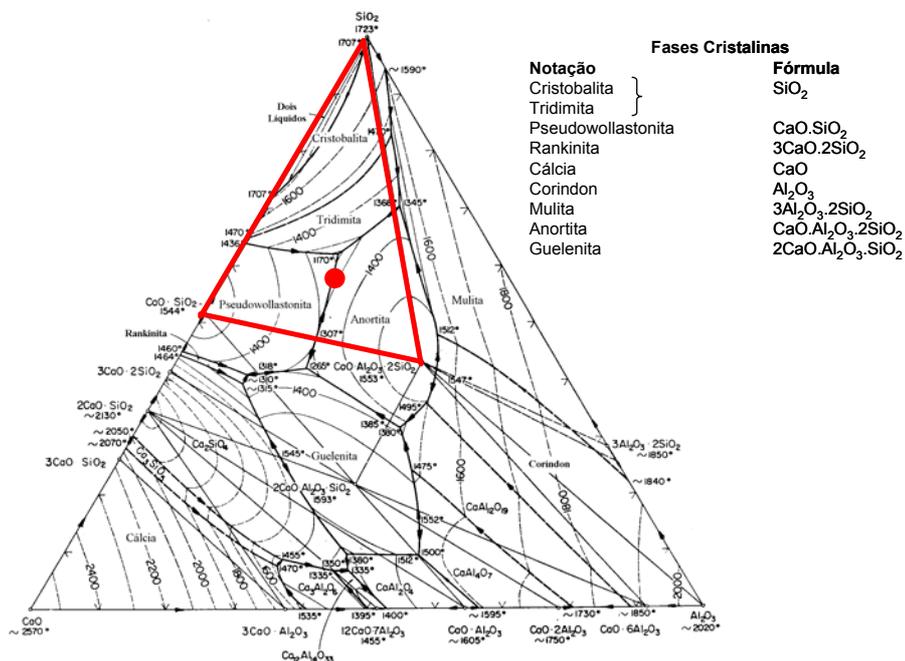


Figura 5.10 Diagrama de fase ternário do sistema Al₂O₃-SiO₂-CaO. Em destaque o ponto que corresponde a formulação baseado nos principais componentes químicos do vidro e o triângulo de compatibilidade Cristobalita-Pseudowollastonita-Anortita [68].

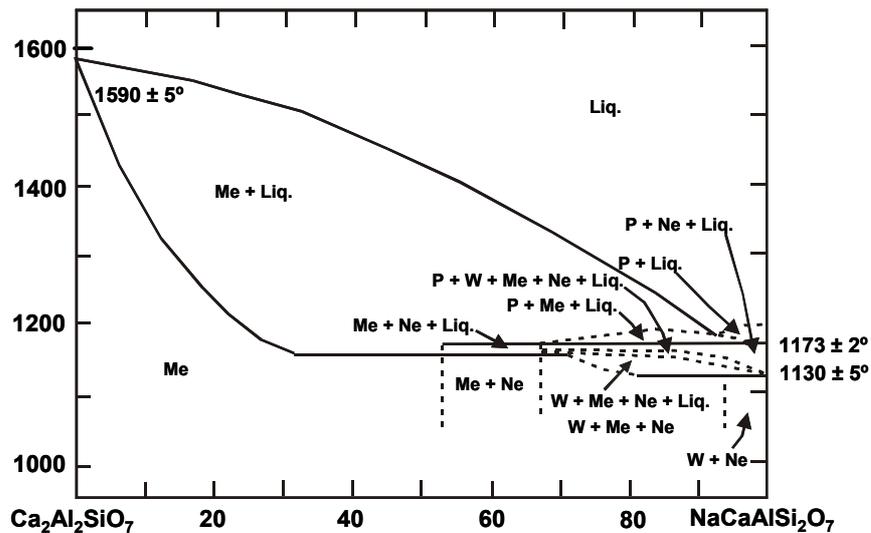


Figura 5.11 Diagrama de fase do sistema quartenário $\text{Na}_2\text{O}-\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$; sendo que as abreviaturas P, W, Me, Ne, Liq. significam, respectivamente, pseudowollastonita, wollastonita, melilita, nefelina e líquido [69].

As Figura 5.12 e Figura 5.13 mostram a espectroscopia de dispersão de energia dos compósitos C10 e C20 com mapeamentos dos elementos, Al, Si, e Ca. Nota-se que e o silício, o alumínio e o cálcio, formadores principais dos microconstituintes eutéticos, ocupam a matriz dos compósitos.

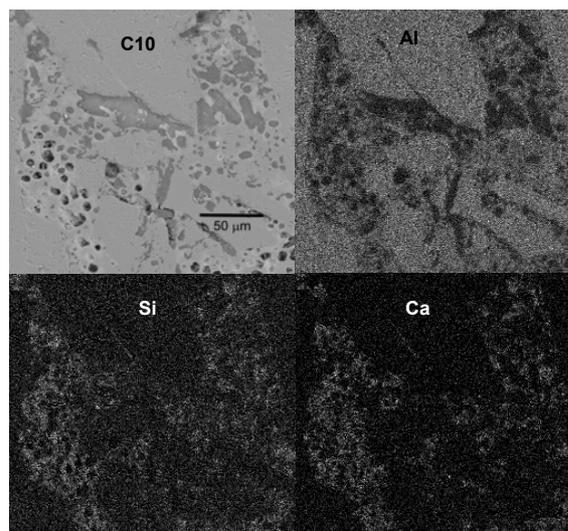


Figura 5.12 Espectroscopia de dispersão de energia da microestrutura do compósito C10. Mapeamentos dos elementos: Al, Si, e Ca.

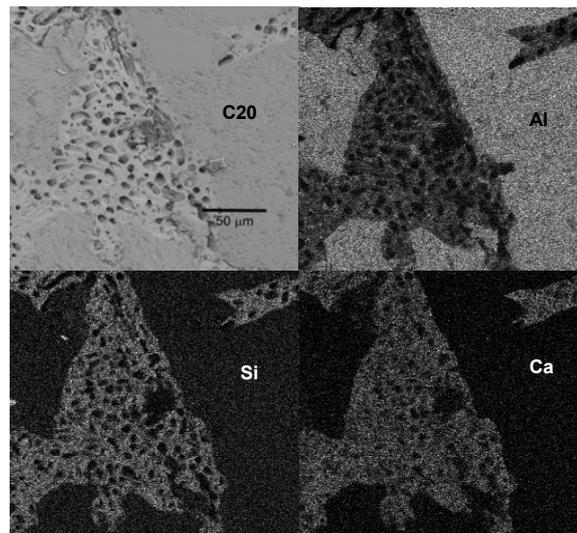


Figura 5.13 Espectroscopia de dispersão de energia da microestrutura do compósito C20. Mapeamentos dos elementos: Al, Si, e Ca.

Reforça-se a existência do microconstituintes eutéticos na microestrutura dos compósitos C10 e C20. pela curva de DSC das fibras de vidro mostrada na Figura 5.14. Os três primeiros picos exotérmicos provavelmente ocorreram devido à queima de materiais orgânicos que recobriam as fibras. Em 726 °C, ocorreu uma alteração na linha de base típica de uma transição vítrea. A 950 °C verificou-se o início de uma banda exotérmica de várias cristalizações, que pode ser da anortita, da pseudowollastonita e da sílica. Observa-se a seguir um pico endotérmico cujo início está em torno de 1118 °C e atinge um máximo em 1164 °C, de fusão de uma fase cristalina. Como observado, no difratograma do vidro tratado termicamente a 1100 °C, essa é uma temperatura favorável para a sua cristalização(Figura 5.15).

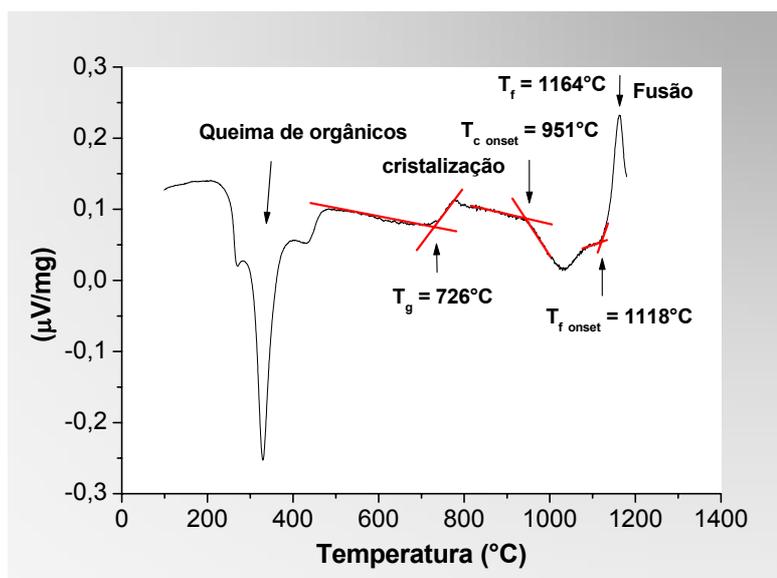


Figura 5.14 Calorimetria diferencial de varredura, DSC, das fibras de vidro TEM 14 com taxa de aquecimento de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

O limite de temperatura do equipamento de DSC não permitiu completar o último pico mencionado e nem verificar se ocorreria a fusão de outras fases cristalinas. Porém, a temperatura de fusão de 1164°C corrobora com a idéia da fusão de um microconstituente eutético, já que nenhuma das fases cristalinas indicadas pelo difratograma tem ponto de fusão tão baixo assim e principalmente por que no sistema $\text{CaO-SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$, o eutético ternário, associado ao triângulo de compatibilidade anortita-pseudowollastonita-cristobalita, ocorre a 1170°C (Figura 5.10).

Embora não tenha sido identificada fase vítrea pelos difratogramas das matrizes, M10 e M20, na forma de uma banda característica de fase amorfa, algumas evidências indicam que o tratamento térmico a 1400°C por 1 hora, não foi suficiente para causar a cristalização completa do vidro adicionado nestes compósitos. A Figura 5.15 apresenta difratogramas das fibras de vidro em temperatura ambiente e daquelas tratadas termicamente a 1100°C e a 1400°C por 1 hora, nas mesmas condições utilizadas no tratamento térmico dos compósitos. Em temperatura ambiente as fibras de vidro, como recebidas do fabricante, contêm, principalmente, fase amorfa. A 1100°C estas passam por um processo de cristalização, formando fases cristalinas, as quais foram

também identificadas nos difratogramas das matrizes (Figura 5.8 e Figura 5.9). Após o tratamento térmico de 1400 °C o material volta a ser amorfo. A 1400 °C o material estaria plenamente fundido e o resfriamento proporcionou a entrada no estado amorfo, ajudada pela presença da sílica e do óxido de boro, ambos formadores de rede vítrea.

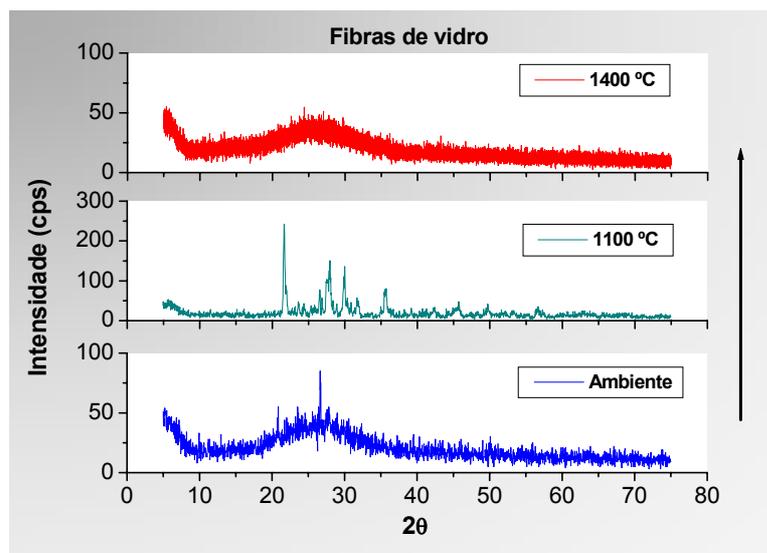


Figura 5.15 Difratogramas de raios-X das fibras de vidro TEM-14, em três situações distintas.

Vale notar que também as intensidades atingidas nos difratogramas das fibras de vidro, na temperatura ambiente e, sobretudo, das tratadas a 1400 °C, são muito baixas frente às intensidades atingidas dos difratogramas das matrizes M10 e M20. Com isso, nos difratogramas destas matrizes a sobreposição de picos pode estar escondendo uma banda típica de fase amorfa.

Como o sistema compósito alumina-vidro contém partículas microscópicas muito reativas, provenientes das aluminas calcinadas e hidratável, estas podem servir como sítios de nucleação para o vidro e, por conseqüência, facilitar o estado cristalino. Somado a este fato, deve-se considerar que as fibras de vidro também são micrométricas. No entanto, outra evidência de que nem todo o vidro se cristalizou nos compósitos C10 e C20,

pode ser observada nas micrografias eletrônicas de varredura, Figura 5.5 e Figura 5.6, que mostram regiões da microestrutura com fase vítrea em torno dos poros. O destaque na Figura 5.6 aponta o resto de fibra de vidro dentro do poro, indicando que o tratamento térmico, ao qual os compósitos foram submetidos, não foi suficiente para cristalizar totalmente o vidro.

Outra avaliação importante da microestrutura dos compósitos é quanto à interface entre a matriz e os agregados. Algumas alterações microestruturais surgem próximas dos agregados. Consistem de uma redução no grau de empacotamento, gerando maior porosidade, além do afastamento das partículas maiores. Este fenômeno é chamado de efeito de parede. Estes aspectos influenciam fortemente o comportamento termomecânico dos refratários, em geral.

É apropriado destacar que o material C0 foi sinterizado no estado sólido. Neste caso, o mecanismo de transporte de massa predominante é por difusão atômica na fase sólida nas regiões de contato entre as partículas individuais. Como a sinterização foi a 1400 °C por 1 hora, a coesão entre as partículas não foi completamente consolidada. No entanto, os compósitos C10 e C20 têm uma microestrutura mais consolidada, pois foram sinterizados em fase líquida, devido à introdução das fibras de vidro moídas, embora sejam também as causadoras da porosidade, como discutido anteriormente.

A Figura 5.16 apresenta a micrografia eletrônica de varredura da microestrutura do material C0, ressaltando-se o fato dos agregados estarem destacados da matriz.

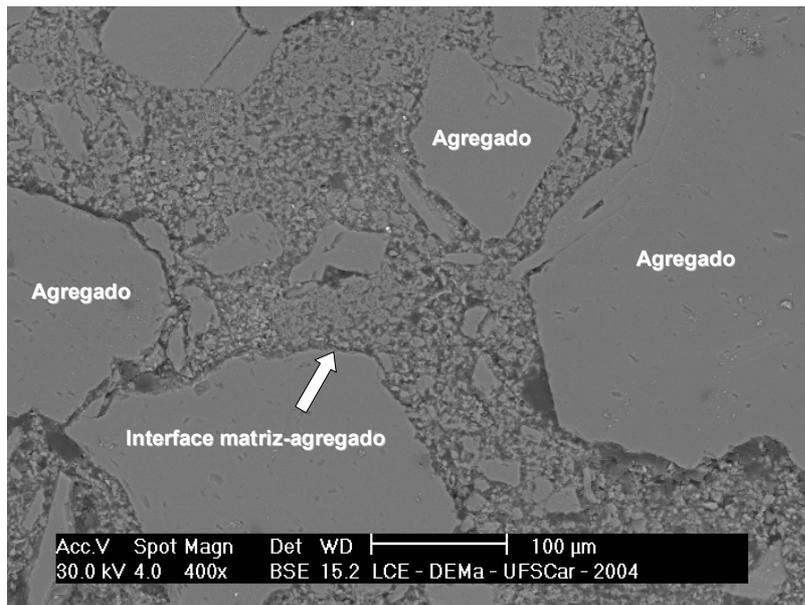


Figura 5.16 Micrografia da microestrutura do material C0. Destaca-se a interface matriz-agregado com falhas e porosidade.

A Figura 5.17 mostra a microestrutura do compósito C10. Nota-se uma melhor interface entre matriz e agregados deste material em relação ao C0. A introdução do vidro contribuiu para a formação de fase líquida durante sua sinterização, o que gera maior densificação. Além disso, as paredes dos agregados podem servir como sítios de nucleação de cristais para o vidro e, conseqüentemente, diminui-se a influência do efeito de parede.

A Figura 5.18 apresenta a microestrutura do compósito C20. Neste material, verificou-se, também, uma redução do efeito de parede devido à sinterização via fase líquida. Por outro lado, a introdução de fibras de vidros, como discutido, causou um aumento expressivo da porosidade aparente.

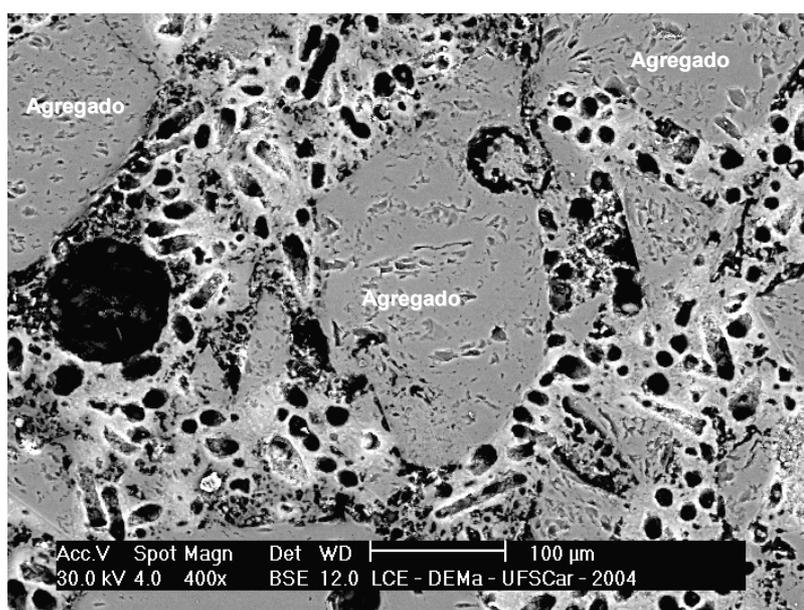


Figura 5.17 Micrografia da microestrutura do compósito C10.

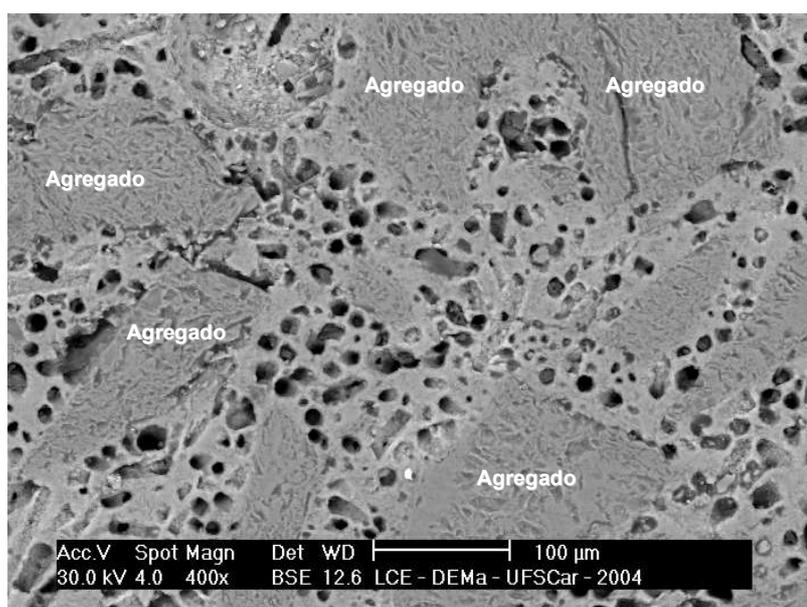


Figura 5.18 Micrografia da microestrutura do compósito C20.

Com a finalidade de se detectar prováveis transformações de fases e/ou perda de massa na faixa de temperatura, na qual foram realizados, principalmente, os ensaios de propagação estável de trinca e de fluência, foram feitas simultaneamente análise térmica diferencial e termogravimétrica.

Da Figura 5.19 à Figura 5.21 mostram-se os resultados da análise térmica diferencial, ATD, e da termogravimetria, realizadas até 1500 °C,

usando-se as matrizes M0, M10 e M20. Considerando-se a linha de base, os resultados indicam que não existem transformações de fase e/ou perda de massa significativas nestes materiais quando sujeitos a taxa de aquecimento de 5 °C/min até a temperatura de tratamento térmico das matrizes, que foi a 1400 °C por 1 hora.

Levando-se em conta que os ensaios termomecânicos, principalmente, o de propagação estável de trinca e de fluência, foram realizados na faixa de temperatura de ambiente a 1300 °C e baseando-se nos resultados da análise térmica diferencial e da termogravimetria, foi suposto que estes materiais têm uma microestrutura, suficientemente estável, para serem submetidos a estes ensaios termomecânicos, sem sofrerem alterações significativas em suas propriedades físicas.

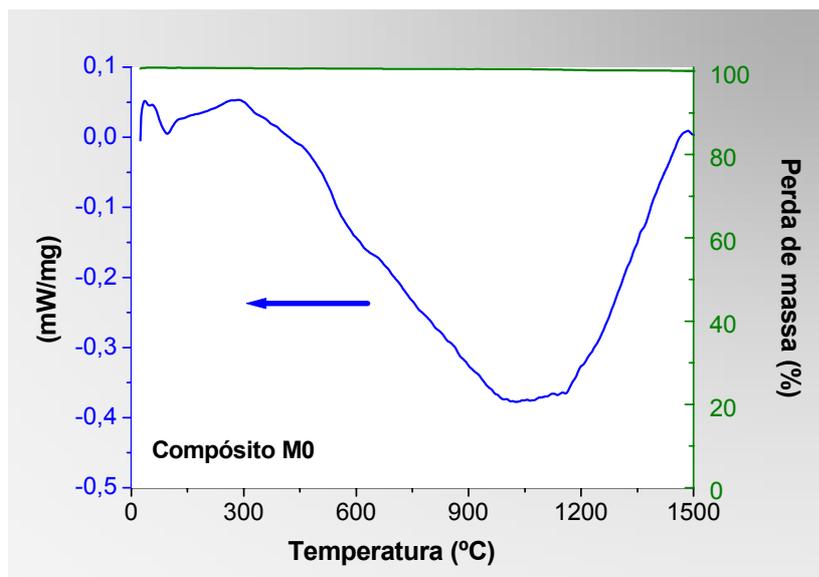


Figura 5.19 Análise térmica diferencial, ATD, e termogravimetria da matriz M0.

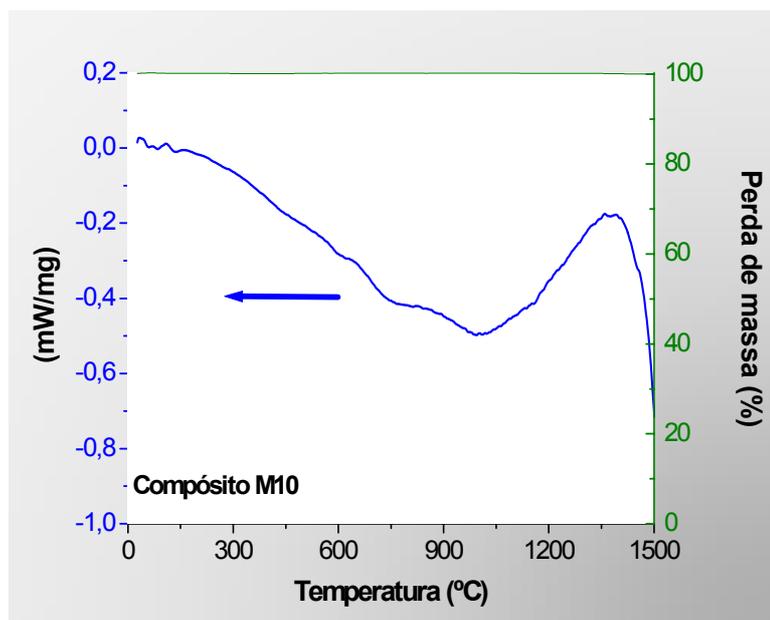


Figura 5.20 Análise térmica diferencial, ATD, e termogravimetria da matriz M10

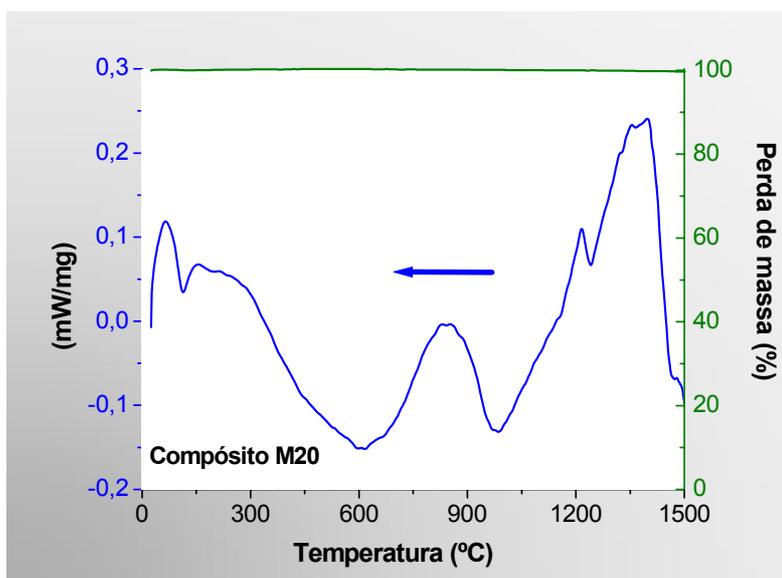


Figura 5.21 Análise térmica diferencial, ATD, e termogravimetria da matriz M20

Com as avaliações das características físicas apresentadas neste trabalho pelo material C0, observou-se que a interface entre matriz e agregados, porosidade aparente e a distribuição de tamanhos de poros foram determinantes para o seu comportamento termomecânico, como será visto mais adiante. Contudo, para os compósitos C10 e C20 atribui-se à presença de

fase vítrea e de microconstituente eutético as mudanças de comportamento termomecânico em função da temperatura, principalmente, nos ensaios de propagação estável de trinca.

5.1.2 Compósitos alumina-vidro: Caracterizações termomecânicas

5.1.2.1 Compósitos alumina-vidro: Refratariedade-sob-carga

A Figura 5.22 mostra as curvas de refratariedade-sob-carga corrigida subtraindo-se a dilatação térmica sofrida pelo corpo-de-prova durante o aquecimento das matrizes M0, M10 e M20. Enfatiza-se que nestas matrizes a deformação por fluência ocorre facilmente, pois estas se constituem de partículas finas, para o material M0 e para os materiais M10 e M20 acrescentam-se a fase vítrea e o microconstituente eutético. Verificou-se que o amolecimento da matriz M20 começa em torno de 1004 °C. Para a matriz M10 o amolecimento se inicia em torno de 1099 °C e para a matriz M0 em torno de 1208 °C. O fluxo viscoso do líquido eutético pode ser a causa do abrupto amolecimento dos materiais M10 e M20. Deve-se considerar, porém, que o fluxo viscoso devido à fase vítrea já poderia estar ocorrendo desde 726 °C, que é a temperatura de transição vítrea do vidro revelada pela calorimetria diferencial de varredura, DSC (Figura 5.14). Porém, uma clara manifestação disso depende da razão vidro e alumina presente no material, que por sua vez depende da sobrevivência do vidro durante o tratamento de sinterização [70].

Confrontando-se a refratariedade-sob-carga dos materiais completos C0, C10 e C20, Figura 5.23, com a das suas respectivas matrizes, Figura 5.22, observa-se que os agregados são úteis por gerar uma estrutura rígida, devido à sua morfologia e à distância média entre eles. Dessa forma, notou-se que nos materiais completos a deformação por fluência ocorre em temperaturas maiores do que nas suas respectivas matrizes. Observou-se, ainda, que o amolecimento do material C0 começa em torno de 1214 °C e no C20 inicia-se a

1237 °C. Para o C10, o amolecimento se inicia em torno de 1267 °C. Uma possível explicação para este fato seria que a microestrutura do C0 contém muitos defeitos oriundos da fraca interface entre matriz e agregados, acelerando a fluência. Contudo, comparando-se os compósitos C10 e C20, nota-se que o material com maior teor de vidro amolece com uma temperatura menor.

Em ambos os casos, matriz M0 e material completo C0, as curvas de refratariedade-sob-carga se encurvaram, após o início da fluência, bem menos acentuadamente do que os materiais contendo vidro, M10, M20, C10 e C20. Isso mostra que além do vidro diminuir a temperatura de amolecimento ainda acelera este processo em função da temperatura.

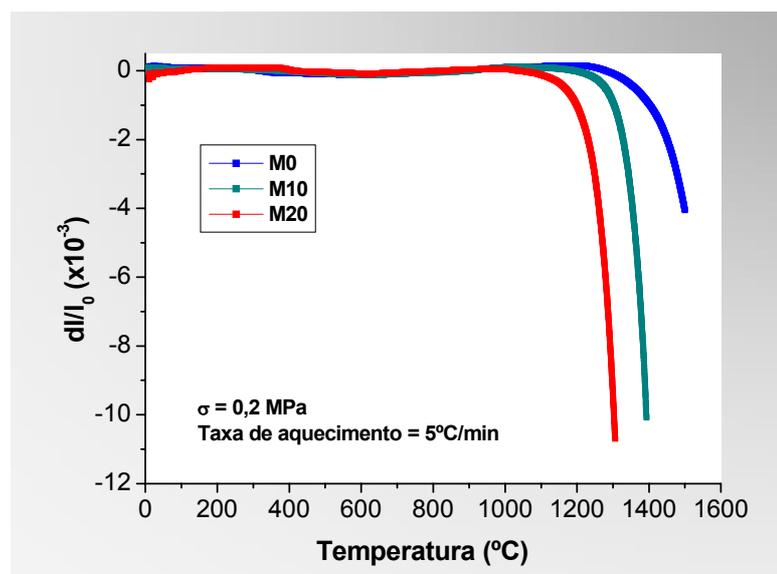


Figura 5.22 Refratariedade-sob-carga das matrizes M0, M10 e M20. As curvas foram corrigidas subtraindo-se a dilatação térmica sofrida pelos corpos-de-prova durante o aquecimento.

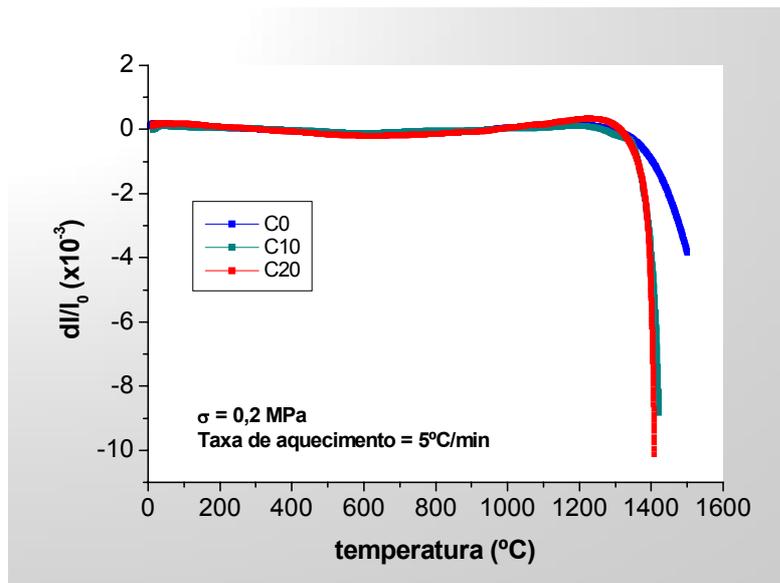


Figura 5.23 Refratariedade-sob-carga dos materiais completos C0, C10 e C20. As curvas foram corrigidas subtraindo-se a dilatação térmica sofrida pelos corpos-de-prova durante o aquecimento.

5.1.2.2 Compósitos alumina-vidro: Módulo de ruptura

A

Figura 5.24 e a Tabela 5.2 mostram os resultados dos ensaios de módulo de ruptura em função da temperatura. Verifica-se que o compósito C10 apresentou melhor resistência mecânica, até 1200 °C em relação aos outros materiais. Nota-se que a partir de 1100 °C os compósitos C10 e C20 apresentam uma forte queda nos valores de módulo de ruptura, provavelmente, devido ao aparecimento do líquido eutético ternário.

Sendo o material C0 basicamente alumina, a temperatura de sinterização de 1400 °C, sem aditivos, é baixa e é decorrente disso a baixa resistência mecânica desse material em toda a faixa de temperatura estudada. Por outro lado, os compósitos C10 e C20 apresentam microestrutura mais consolidada, pois foram sinterizados em fase líquida, pela introdução do vidro.

Com isso, o compósito C10 apresenta-se aproximadamente sete vezes mais resistente do que o material C0.

Comparando-se os valores de módulo de ruptura a quente entre os compósitos C10 e C20 observa-se que C10 é mais resistente mecanicamente. Isto ocorreu porque a quantidade de fibra de vidro adicionada ao C20 prejudicou o empacotamento desse material e, por conseqüência, gerou uma porosidade maior, como discutido na seção 5.1(Tabela 5.1).

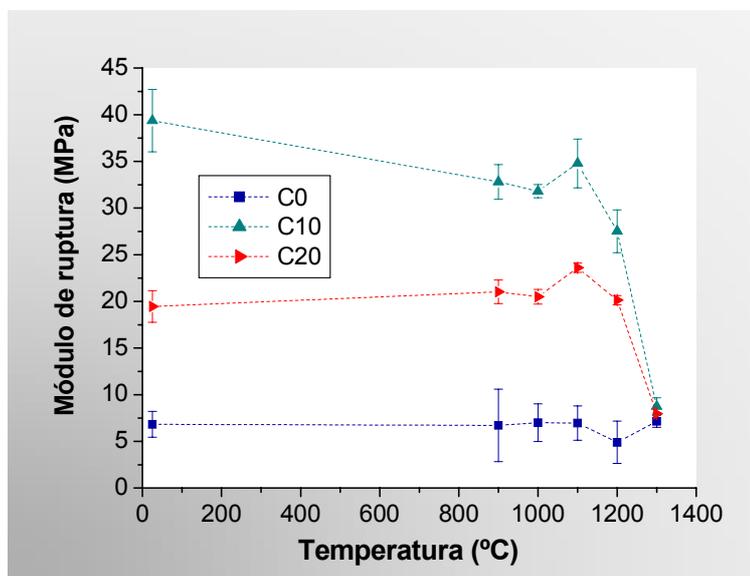


Figura 5.24 Módulo de ruptura em função da temperatura dos materiais C0, C10 e C20.

Tabela 5.2 Módulo de ruptura, σ_f , e os correspondentes desvios padrões, em função da temperatura dos materiais C0, C10 e C20.

Temperatura (°C)	Referência	Compósitos	
	C0	C10	C20
	σ_f (MPa)	σ_f (MPa)	σ_f (MPa)
25	7±1	39±3	20±2
900	7±4	33±2	21±1
1000	7±2	32±1	21±1
1100	7±2	35±3	24±1
1200	4±2	26±2	20±1
1300	7±1	9±1	8±0,1

No caso dos compósitos C10 e C20, embora não muito acentuado, em comparação à referência, C0, há uma clara tendência de aumento dos valores de módulo de ruptura a quente em torno de 1100 °C. Ainsworth e Herron [20] mostraram efeito semelhante em vários tipos de refratários, contendo fase vítrea, nos quais ocorrem máximos de resistência mecânica entre 980 °C e 1380 °C.

É oportuno destacar que o módulo de ruptura do compósito C0 não apresentou variação significativa em função da temperatura, levando-se em conta a dispersão dos valores. Este fato reforça o efeito da presença da fase vítrea e dos microconstituintes eutéticos na microestrutura dos compósitos C10 e C20 sobre o desempenho termomecânico deles.

5.1.2.3 Compósitos alumina-vidro: Módulo de Young

Quanto ao módulo de Young determinado pelo método da ressonância de barra dos compósitos, verifica-se pela Figura 5.25 que o compósito C10 apresentou um maior rigidez elástica em relação à referência C0 e ao compósito C20. A Tabela 5.3 lista o valores do módulo de Young desses materiais. Os valores das freqüências, flexional e torcional, estão listados no apêndice B.

A Figura 5.25 também mostra que o módulo de Young em função da temperatura para os compósitos C10 e C20 começa aumentar suavemente a partir de 700 °C, próxima da temperatura de transição vítrea do vidro que é 726 °C (Figura 5.14).

Para o compósito C10 o módulo de Young passa por um máximo a 1000 °C e começa a declinar levemente a partir de 1100 °C. Em 1200 °C, o módulo de Young de C10 diminui, provavelmente, por causa do aparecimento do líquido eutético.

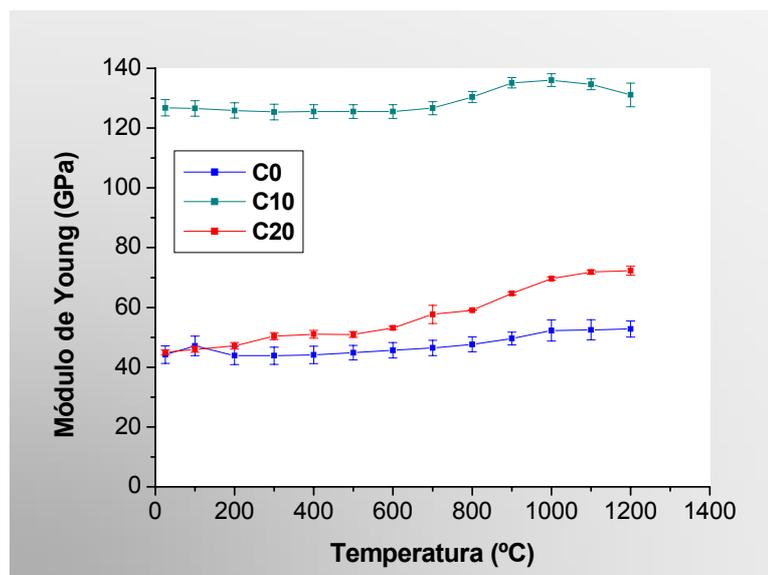


Figura 5.25 Módulo de Young medido por ressonância de barra em função da temperatura dos materiais C0, C10 e C20.

Tabela 5.3 Módulo de Young, E, e os correspondentes desvios padrões, medido por ressonância de barra em função da temperatura dos materiais C0, C10 e C20.

Temperatura (°C)	Referência	Compósitos	
	C0	C10	C20
	E (GPa)	E (GPa)	E (GPa)
25	44±3	127±3	45±1
100	47±3	127±3	46±1
200	44±3	126±3	47±1
300	44±3	125±2	50±1
400	44±3	126±2	51±1
500	44±3	126±2	51±1
600	45±3	127±2	53±1
700	46±3	126±2	58±3
800	48±3	130±2	59±1
900	50±2	135±2	65±1
1000	52±4	136±2	70±1
1100	53±3	134±2	72±1
1200	53±3	131±4	72±2

O módulo de Young do compósito C20 aumenta significativamente em função da temperatura a partir de 300°C. A 700 °C o aumento do módulo se

torna mais pronunciado provavelmente devido à transição vítrea do vidro e se estabiliza em torno de 1100 °C.

O aumento do módulo de Young em função da temperatura também foi observado em refratários do sistema alumina-sílica por Paulsen e colaboradores [71]. Esses autores sugerem que na temperatura ambiente os refratários apresentam microtrincas que surgem devido à sinterização. Quando estes materiais estão sujeitos a um reaquecimento estas microtrincas se fecham como consequência dos diferentes coeficientes de dilatação térmica linear das diferentes fases que compõem a sua microestrutura. Segundo esses autores, este fato pode contribuir para o aumento do módulo de Young com o aumento da temperatura.

O fato de o módulo de Young do material C0 também não ter variado expressivamente em função da temperatura, como observado com o módulo de ruptura deste material, reforça a forte influência da fase vítrea e do líquido eutético ternário sobre o desempenho termomecânico dos compósitos C10 e C20.

5.2 Refratário sílico-aluminoso

5.2.1 Refratário sílico-aluminoso: Caracterizações físicas

A Tabela 5.4 mostra a porosidade aparente, a massa específica aparente e a massa específica aparente da parte sólida determinadas pelo método da imersão. A Figura 5.26 mostra a distribuição de tamanho e porcentagem acumulada de poros do refratário sílico-aluminoso. A distribuição de tamanho de poros tem uma extensão larga com diâmetros equivalentes na faixa de 0,1 μm a 7 μm . Poros com estas dimensões, sobretudo, neste refratário sílico-aluminoso que contém uma quantidade expressiva de fase vítrea, podem ser preenchidos por esta fase em altas temperaturas, como será discutido posteriormente.

Tabela 5.4 Porosidade aparente, P.A., massa específica aparente da parte sólida, M.E.A.S., e massa específica aparente, M.E.A., do refratário sílico-aluminoso.

	P.A. (%)	M.E.A.S. (g/cm ³)	M.E.A. (g/cm ³)
Média	6,4±0,8	2,50±0,01	2,34±0,02

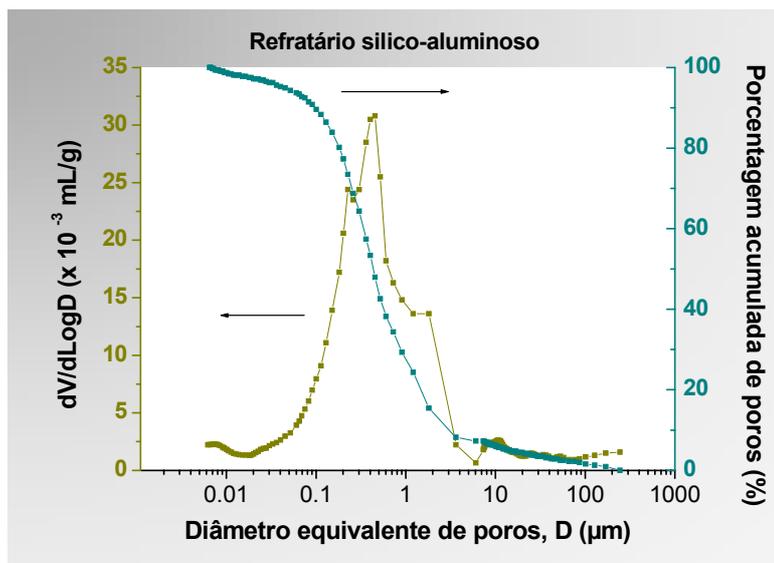


Figura 5.26 Distribuição de tamanho e a porcentagem acumulada de poros obtidas pela porosimetria de mercúrio do refratário sílico-aluminoso.

Por técnicas de difração de raios-X pôde-se encontrar as seguintes fases cristalinas no refratário sílico-aluminoso: quartzo, mulita, cristobalita e fase vítrea, conforme mostra o difratograma da Figura 5.27. A presença de fase vítrea foi confirmada por meio do difratograma de raios-X, no qual se verificou uma banda característica desta fase na faixa de 2θ entre 10° a 40° . A presença de quartzo e de mulita e de partículas de TiO_2 , identificadas pela morfologia, foram observadas também nas micrografias eletrônicas de varredura (Figura 5.28 e Figura 5.29).

É oportuno ressaltar que na composição química do refratário sílico-aluminoso (Tabela 4.4), além de SiO_2 há outros compostos, tais como Fe_2O_3 , TiO_2 , e de álcalis; Na_2O e K_2O , que favorecem a formação de fase amorfa e de microconstituintes eutéticos. A combinação destes componentes químicos pode favorecer a formação de sistemas: ternário, por exemplo, K_2O , TiO_2 e Na_2O e/ou

binário, por exemplo, K_2O e SiO_2 , com vários eutéticos que formam líquido em torno de $800^\circ C$ [68],[69].

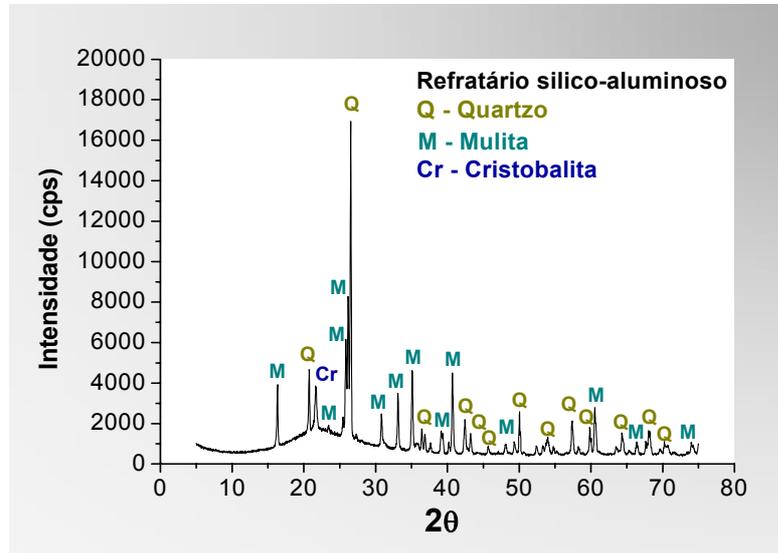


Figura 5.27 Difratoograma de raios-X do refratário sílico-aluminoso.

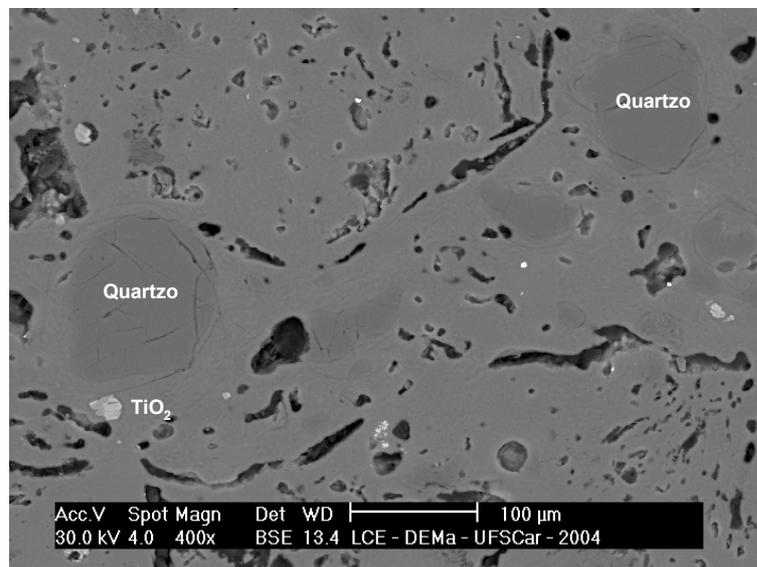


Figura 5.28 Micrografia eletrônica de varredura da microestrutura do refratário sílico-aluminoso indicando o quartzo e uma partícula de TiO_2 .

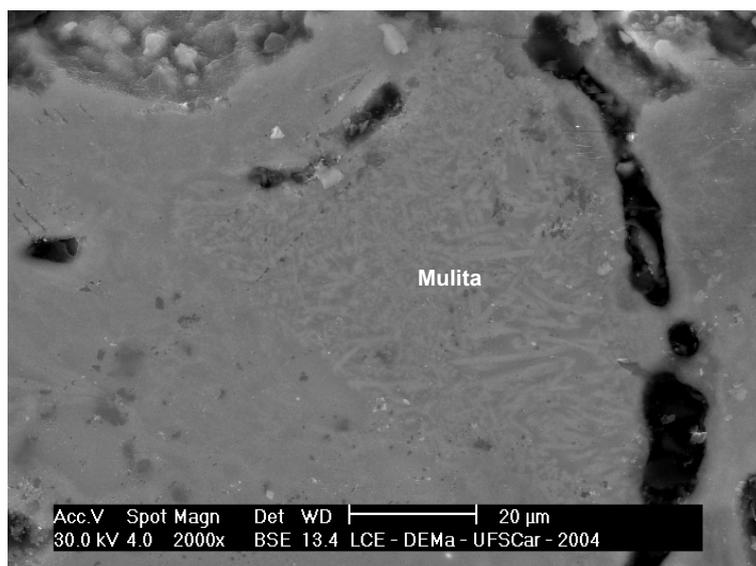


Figura 5.29 Micrografia eletrônica de varredura da microestrutura do refratário sílico-aluminoso destacando a mulita.

A Figura 5.30 apresenta a análise térmica diferencial e termogravimétrica do refratário sílico-aluminoso. Nota-se que não houve transformações de fases e/ou perda de massa representativas neste material quando submetido a uma taxa de aquecimento de 5 °C/min até a temperatura de tratamento térmico do refratário sílico-aluminoso. Como a temperatura de tratamento térmico deste material foi a 1280 °C, por 12 horas, a partir da qual podem ocorrer transformações significativas nas propriedades físicas deste material, todos os ensaios termomecânicos preliminares, de propagação estável de trinca e de fluência foram realizados abaixo da temperatura de tratamento térmico do refratário.

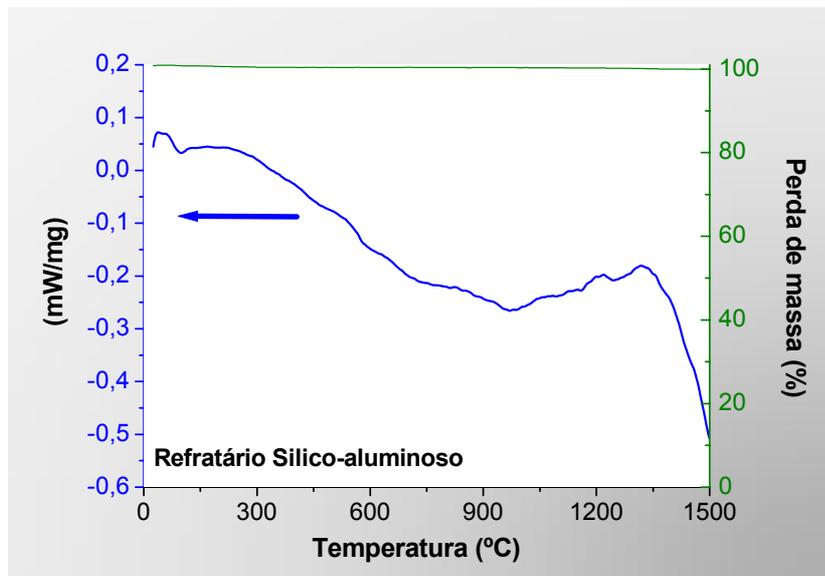


Figura 5.30 Análise térmica diferencial e termogravimetria do refratário sílico-aluminoso.

5.2.2 Refratário sílico-aluminoso: Caracterizações termomecânicas

5.2.2.1 Refratário sílico-aluminoso: Refratariedade-sob-carga

A Figura 5.31 mostra a curva corrigida, subtraindo-se a dilatação térmica sofrida pelo corpo de prova durante o aquecimento do teste de refratariedade-sob-carga do refratário sílico-aluminoso. Pode-se extrair que a deformação por fluência já começa em torno de 790 °C. A baixa temperatura de refratariedade e a presença de fase vítrea na microestrutura deste refratário reforçam a proposição de que o principal mecanismo de fluência é o fluxo viscoso.

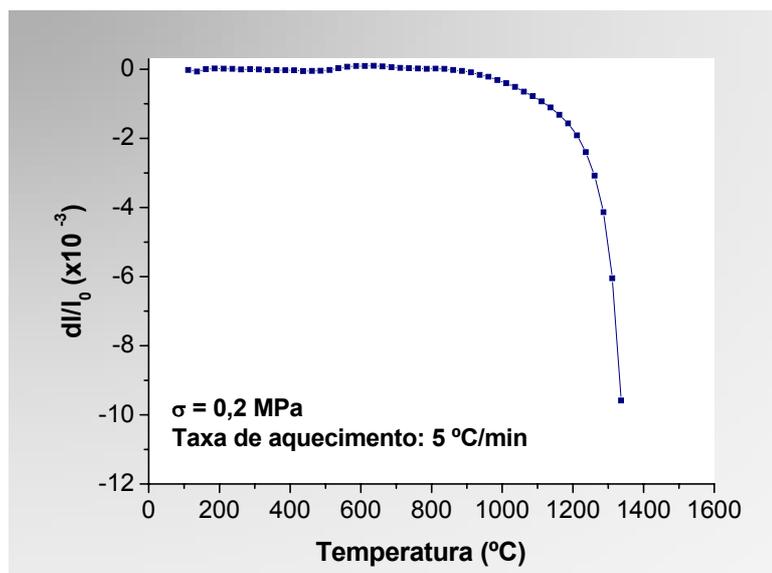


Figura 5.31 Curva de refratariedade-sob-carga do refratário sílico-aluminoso corrigida subtraindo-se a dilatação térmica sofrida pelo corpo de prova durante o aquecimento.

5.2.2.2 Refratário sílico-aluminoso: Módulo de ruptura

Os resultados dos ensaios de módulo de ruptura do refratário sílico-aluminoso estão mostrados na Figura 5.32. A Tabela 5.5 lista os correspondentes valores do módulo de ruptura. Estes também refletem a presença da fase vítrea no material aqui estudado, pois esta fase deve ter contribuído progressivamente, para o fechamento de poros e arredondamento de microtrincas, levando a maior resistência mecânica até 1000 °C.

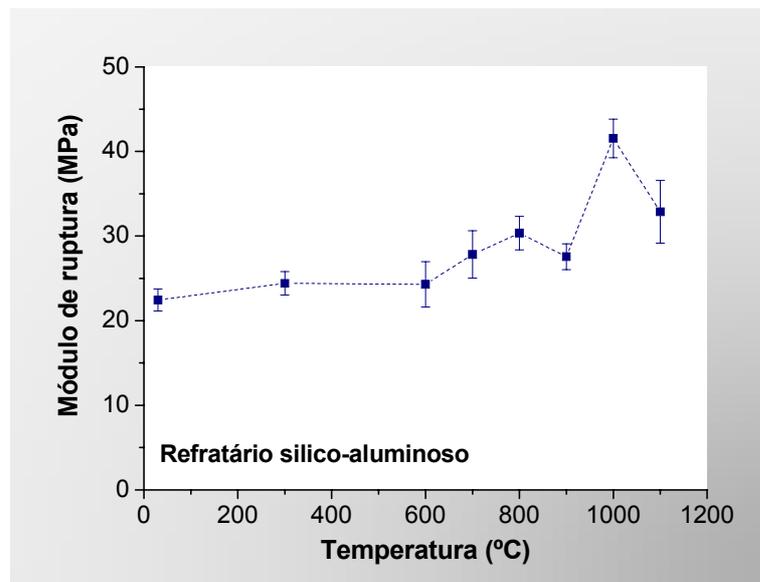


Figura 5.32 Módulo de ruptura em função da temperatura do refratário sílico-aluminoso.

Tabela 5.5 Módulo de ruptura, σ_f , e os correspondentes desvios padrões, em função da temperatura do refratário sílico-aluminoso.

Temperatura (°C)	Refratário sílico-aluminoso
	σ_f (MPa)
25	22±1
300	24±1
600	24±3
700	28±3
800	30±2
900	28±2
1000	42±2
1100	33±4

Em 1100 °C a queda da resistência mecânica se deve ao enfraquecimento da microestrutura, ou seja, ao amolecimento excessivo da matriz constituída, predominantemente, de fase vítrea, como visto na seção 5.2.1.

5.2.2.3 Refratário sílico-aluminoso: Módulo de Young

A Figura 5.33 mostra o módulo de Young em função da temperatura do refratário sílico-aluminoso. A Tabela 5.6 lista os correspondentes valores do módulo de Young. Os valores das frequências, flexional e torcional, estão listados no apêndice B.

Como visto, este material contém, predominantemente, quartzo, cristobalita, mulita e fase vítrea na sua microestrutura. Sabe-se que a cristobalita e o quartzo são polimórficos, ou seja, assumem uma determinada estrutura em função da temperatura. Em torno de 270 °C ocorre uma transformação de cristobalita baixa para a alta. O quartzo se transforma de baixo para alto próximo de 573 °C. Em ambos os casos há um aumento no volume.

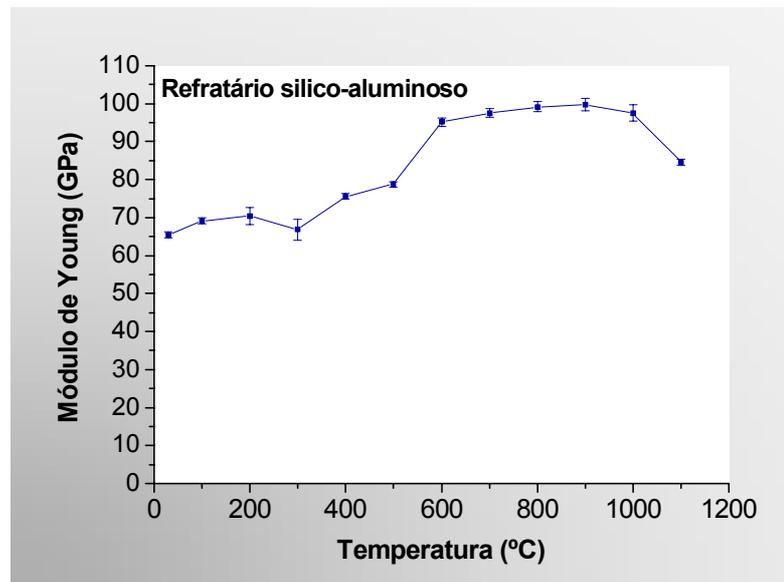


Figura 5.33 Módulo de Young em função da temperatura do refratário sílico-aluminoso.

Tabela 5.6 Módulo de Young, E, e os correspondentes desvios padrões, em função da temperatura do refratário sílico-aluminoso.

Temperatura (°C)	Refratário sílico-aluminoso
	E (GPa)
25	66±1
100	69±1
200	70±2
300	69±3
400	76±1
500	95±1
600	98±1
700	99±1
800	99±1
900	100±2
1000	98±2
1100	85±1

Desse modo, observa-se que nestas temperaturas, houve uma variação acentuada no valor do módulo de Young do refratário sílico-aluminoso. Além disso, como discutido anteriormente, verifica-se através do ensaio de refratariedade-sob-carga, que a fluência se inicia a 790 °C, e tal fato pode proporcionar o preenchimento de poros e de microtrincas com um líquido de alta viscosidade, contribuindo, assim, para o aumento da rigidez do refratário. A partir de 1000 °C inicia-se um decréscimo no valor do módulo de Young, como observado no módulo de ruptura, devido ao enfraquecimento da microestrutura do refratário, pelo excessivo amolecimento da fase vítrea.

5.3 Refratário aluminoso

5.3.1 Refratário aluminoso: Caracterizações físicas

A Tabela 5.7 mostra a porosidade aparente, a massa específica aparente da parte sólida e a massa específica aparente do refratário

aluminoso. A Figura 5.34 apresenta a distribuição de tamanho e a porcentagem acumulada de poros desse material.

Tabela 5.7 Porosidade aparente, P.A., massa específica aparente da parte sólida, M.E.A.S., e massa específica aparente, M.E.A., do refratário aluminoso.

	P.A. (%)	M.E.A.S. (g/cm ³)	M.E.A. (g/cm ³)
Média	17,5±0,4	3,45±0,01	2,84±0,01

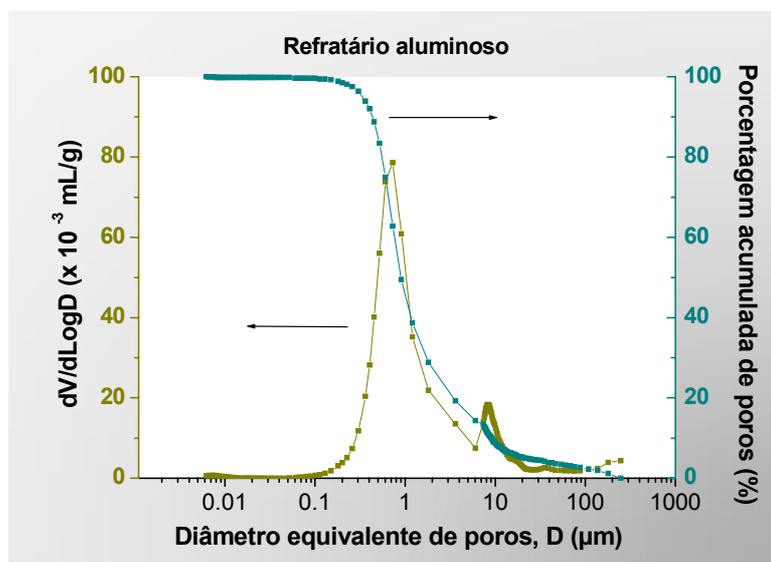


Figura 5.34 Distribuição de tamanho e porcentagem acumulada de poros do refratário aluminoso.

O refratário aluminoso contém baixos teores de álcalis, K_2O e Na_2O , (Teor max: 0,30 %) e razoável de Fe_2O_3 e de TiO_2 (Teor max: 2,0 e 2,4%, respectivamente), Tabela 4.4. O Fe é conhecido como mineralizador e ajuda na formação da mulita, enquanto que o Ti não tem tal influência. No entanto, a presença de Fe_2O_3 , TiO_2 , K_2O e/ou Na_2O poderiam, juntamente com alumina e sílica, favorecer a formação de líquido. Além disso, uma pequena parte de SiO_2 com Fe_2O_3 , TiO_2 e Na_2O podem ter formado um mínimo de fase vítrea [68], embora a Figura 5.35 mostra que o difratograma de raios-X desse material não revela uma banda característica de fase vítrea. No entanto, o difratograma indica que boa parte da SiO_2 foi consumida na formação da mulita,

considerando-se a estequiometria mais aceita e utilizada da mulita ($\text{Al}_2\text{O}_3 = 74\% \text{-p}$ e $\text{SiO}_2 = 26\% \text{-p}$).

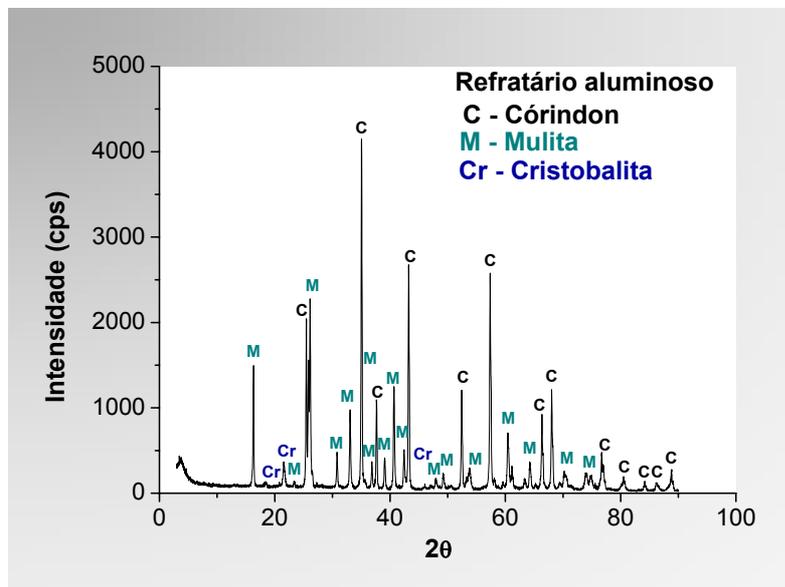


Figura 5.35 Difratograma de raios-X do refratário aluminoso.

A Figura 5.36 mostra a micrografia da microestrutura do refratário aluminoso indicando as principais fases identificadas pelo difratômetro de raios-X (Figura 5.35). Na micrografia, as fases foram identificadas através da morfologia. A Figura 5.37 destaca a fraca interface matriz-agregados que por sua vez contribuí para a alta porosidade aparente (Tabela 5.7). Notou-se também, nessas micrografias, que existe uma grande quantidade de poros e de microtrincas nos agregados.

A Figura 5.38 apresenta a análise térmica diferencial, ATD, e termogravimétrica do refratário aluminoso. Este refratário também se mostrou razoavelmente estável quando submetido a uma taxa de aquecimento de $5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ até a temperatura de $1380\text{ }^\circ\text{C}$, que foi a sua temperatura de tratamento térmico. Com isso, foram efetuados os ensaios termomecânicos preliminares (refratariedade-sob-carga, módulo de ruptura e módulo de Young), de fluência e de propagação estável de trinca, abaixo da temperatura de tratamento térmico do material, pressupondo que as propriedades físicas não se alterariam significativamente ao longo desses ensaios.

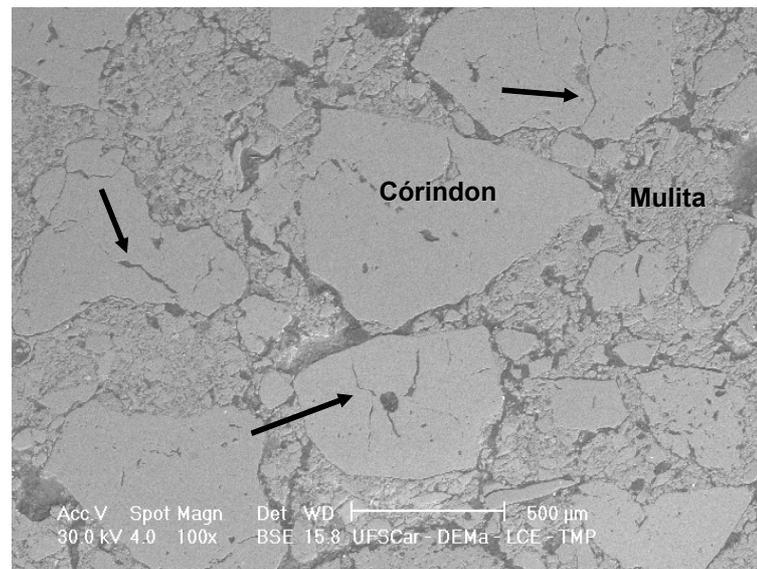


Figura 5.36 Micrografia eletrônica de varredura por espalhamento de elétrons da microestrutura do refratário aluminoso. As flechas indicam as microtrincas nos agregados.

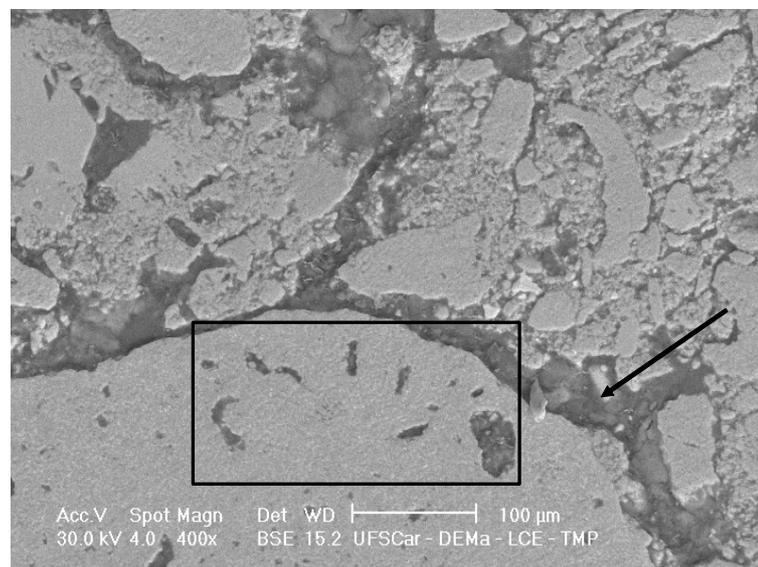


Figura 5.37 Micrografia eletrônica de varredura por espalhamento de elétrons da microestrutura do refratário aluminoso. Destaca-se a fraca interface entre agregado e matriz, além dos poros em um agregado.

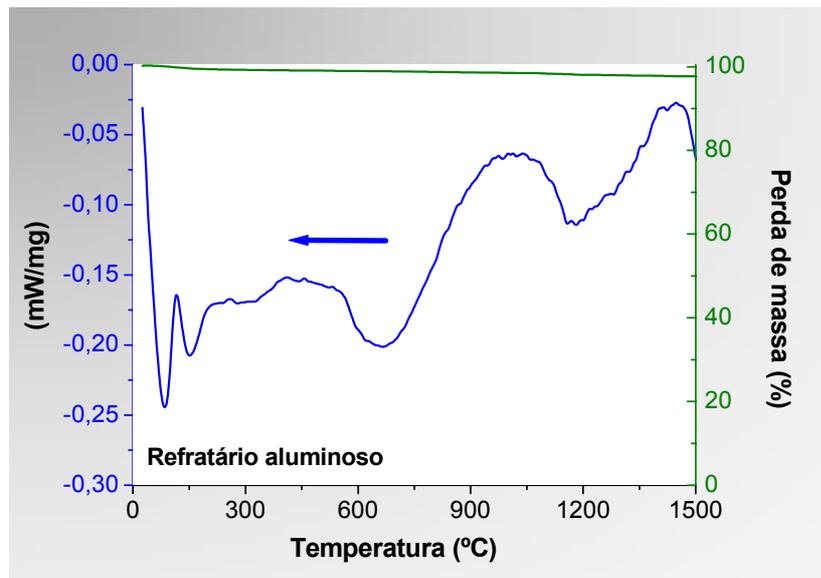


Figura 5.38: Análise térmica diferencial e termogravimetria do refratário aluminoso.

5.3.2 Refratário aluminoso: Caracterizações termomecânicas

5.3.2.1 Refratariedade-sob-carga: refratário aluminoso

A Figura 5.39 apresenta a curva corrigida subtraindo-se a dilatação térmica sofrida pelo corpo-de-prova. A partir da curva de refratariedade-sob-carga corrigida nota-se uma acomodação que se inicia em torno de 250 °C e se estende até 750 °C. Este fenômeno pode ser atribuído à fraca interface entre matriz e agregados, como apresentada na micrografia da Figura 5.37. A partir de 750 °C inicia-se uma leve dilatação térmica até 1242 °C, após esta temperatura a taxa de fluência efetivamente supera a taxa de dilatação. A deformação acentuada a partir de 1242 °C e as características físicas do refratário sugerem a ação de um líquido viscoso de possível fase vítrea.

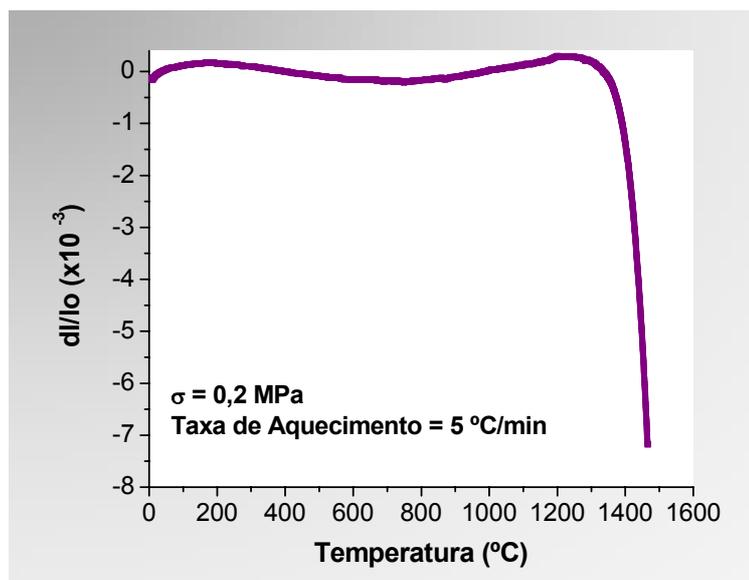


Figura 5.39 Curva de refratariedade-sob-carga do refratário aluminoso corrigida subtraindo-se a dilatação térmica sofrida pelo corpo de prova durante o aquecimento.

5.3.2.2 Refratário aluminoso: Módulo de ruptura

A Figura 5.40 apresenta os resultados referentes ao módulo de ruptura como função da temperatura. A Tabela 5.8 lista esses valores. Entre $1000 \text{ }^{\circ}\text{C}$ e $1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$ o módulo de ruptura passa por um máximo. Este fato pode ser devido à recuperação de microtrincas que se fecham como consequência dos diferentes coeficientes de dilatação térmica linear das diferentes fases que compõem a microestrutura do refratário. Uma outra possível explicação seria a presença de uma pequena quantidade de fase vítrea fechando trincas, embora esta fase não tenha sido revelada pelo difratograma de raios-X.

A causa da queda acentuada da resistência mecânica entre $1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$ e $1200 \text{ }^{\circ}\text{C}$ pode ser atribuída ao forte amolecimento de possível fase vítrea e/ou ao aparecimento de um líquido formado por uma reação eutética, visto que este material contém compostos que facilitam tanto a formação de uma fase

vítrea quanto a formação de um eutético com baixo ponto de fusão, tais como: Fe_2O_3 , TiO_2 , K_2O e/ou Na_2O .

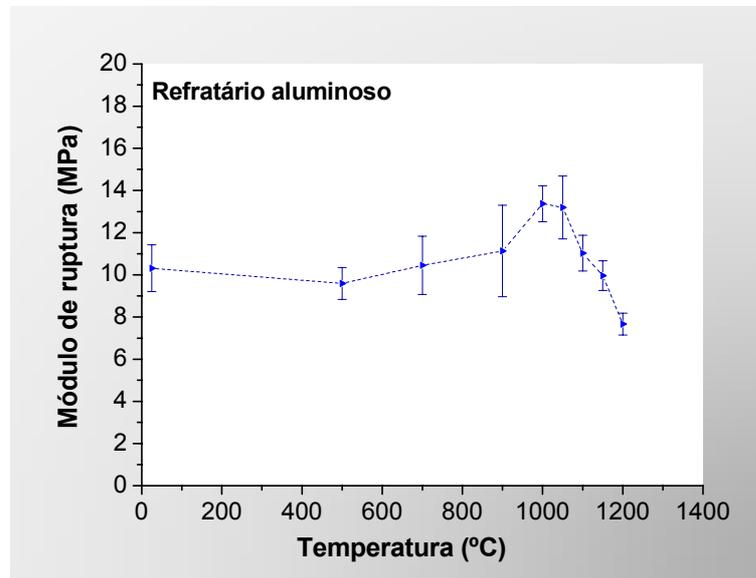


Figura 5.40 Módulo de ruptura em função da temperatura do refratário aluminoso.

Tabela 5.8 Módulo de ruptura, σ_f , e os correspondentes desvios padrões, em função da temperatura do refratário aluminoso.

Temperatura (°C)	Refratário Aluminoso
	σ_f (MPa)
25	10±1
500	10±1
700	10±1
900	11±2
1000	13±1
1050	13±2
1100	11±1
1150	10±1
1200	8±1

5.3.2.3 Refratário aluminoso: Módulo de Young

A Figura 5.41 mostra o módulo de Young, E , em função da temperatura, que aumenta significativamente a partir de 800 °C. A Tabela 5.9 lista os valores desse módulo de Young. Os valores das freqüências, flexional e torcional, estão listados no apêndice B. Este fenômeno também pode ser explicado pelo fechamento de microtrincas provocado pelos diferentes coeficientes de dilatação térmica linear das diferentes fases que compõem a microestrutura do refratário, segundo Paulsen et. al. [71]. Por limitações do equipamento de ressonância de barra não se pôde medir essa propriedade acima de 1100 °C.

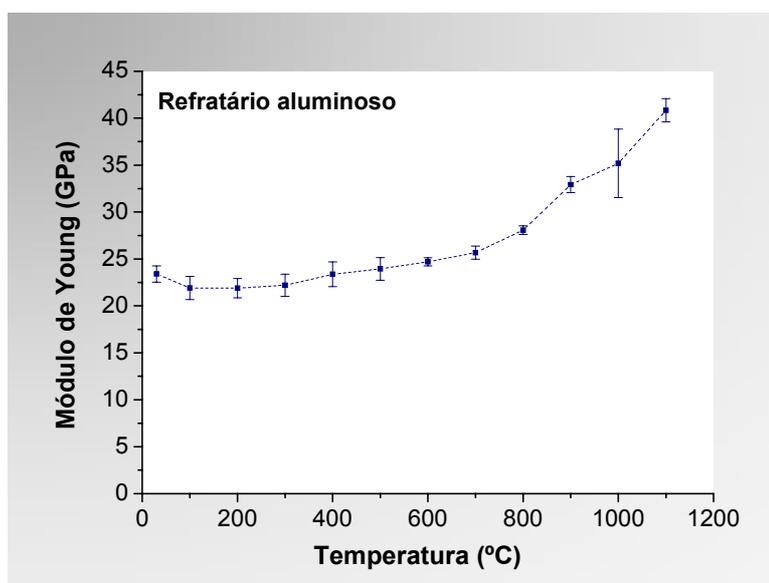


Figura 5.41 Módulo de Young em função da temperatura do refratário aluminoso.

Tabela 5.9 Módulo de Young, E, e os correspondentes desvios padrões, em função da temperatura do refratário aluminoso.

Temperatura (°C)	Refratário aluminoso
	E (GPa)
25	23±1
100	22±1
200	22±1
300	22±1
400	23±1
500	24±1
600	25±1
700	26±1
800	28±1
900	33±1
1000	35±3
1100	41±1

5.4 Aspectos gerais das caracterizações físicas e termomecânicas dos materiais estudados

A preparação controlada dos compósitos alumina-vidro permitiram uma averiguação criteriosa da interferência da presença de fase vítrea e de microconstituintes eutéticos sobre o desempenho termomecânico destes materiais. A preparação foi uniformizada, com razoável rigor, incluindo as matérias-primas e suas respectivas distribuições granulométricas e composição química, passando pelo processamento, fixando o teor de água de mistura, até a sinterização sob as mesmas condições, foram itens de controle.

Portanto, a adoção dos compósitos alumina-vidro, como materiais de referência, contribuiu para a avaliação da interferência da fluência sobre as propriedades mecânicas.

O fato de que os valores das propriedades mecânicas em função da temperatura do material C0 não se alteram significativamente quando comparados com os dos compósitos C10 e C20 indica a forte influência da fase vítrea e do microconstituente eutético nestas propriedades.

Os ensaios de refratariedade-sob-carga e de módulo de ruptura dos materiais aqui analisados indicam que três comportamentos mecânicos distintos podem estar presentes, conforme a faixa de temperatura de ensaio: frágil, quando o material está bem abaixo da temperatura de início de fluência; comportamento de transição frágil para dúctil que ocorre na faixa de temperatura acima do início da fluência e se estende a até o início do enfraquecimento da microestrutura devido à diminuição acentuada da viscosidade da fase vítrea e/ou aparecimento de um líquido eutético; sobretudo nos compósitos C10 e C20, por fim, comportamento dúctil, quando predomina a fluência.

Quanto ao refratário sílico-aluminoso, as caracterizações físicas e termomecânicas apontam nitidamente para a presença de uma grande quantidade de fase vítrea. Com isso, pressupõe-se que a fluência por fluxo viscoso influenciou fortemente o desempenho termomecânico deste refratário. Cabe mencionar que a partir de 790 °C este material tem um comportamento mecânico predominantemente dentro da transição frágil-dúctil.

Em relação ao refratário aluminoso, a microestrutura apresenta-se enfraquecida devido à interface falha entre matriz e agregados e de uma provável presença de fase vítrea nos contornos de grãos, além de uma possível presença de microconstituente eutético. Estas características levam o material do comportamento frágil ao dúctil quando a fluência já está completamente instalada neste refratário.

5.5 Fluência sob compressão e sob flexão a três pontos

Como mencionado, na seção 4.3.5, os ensaios de fluência sob compressão tiveram como finalidade verificar a sensibilidade da fluência com a temperatura dos materiais aqui estudados. A fluência sob flexão a três pontos foi utilizada com o objetivo de auxiliar na averiguação sobre a interferência da

fluência na medida da energia de fratura sob o mesmo modo de carregamento aplicado nos ensaios de propagação estável de trinca.

A fluência dos compósitos e dos refratários foi verificada sob diversas temperaturas e tensões aplicadas. As curvas de fluência sob compressão e sob flexão e as suas respectivas taxas de fluência em função da deformação estão nos apêndices C e D. Algumas curvas de fluência sob flexão dos compósitos alumina-vidro são exemplificadas nas Figura 5.42 a Figura 5.47.

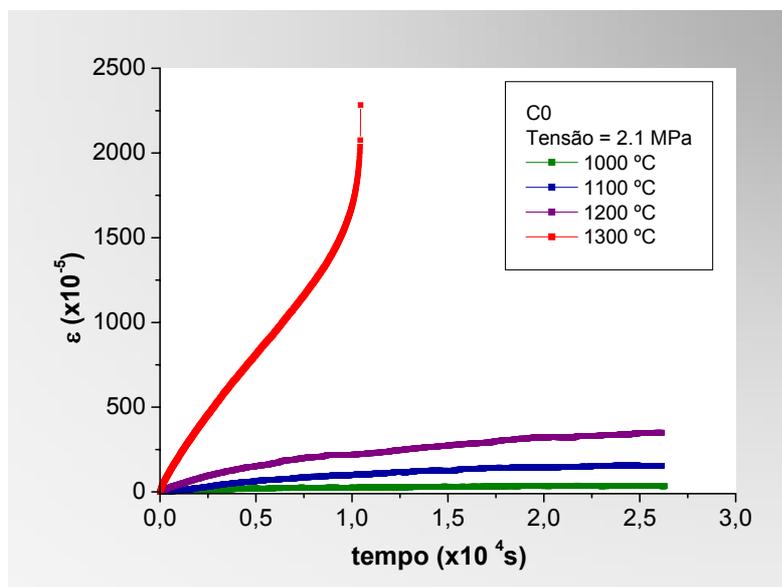


Figura 5.42 Curvas de fluência sob flexão a três pontos, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C0.

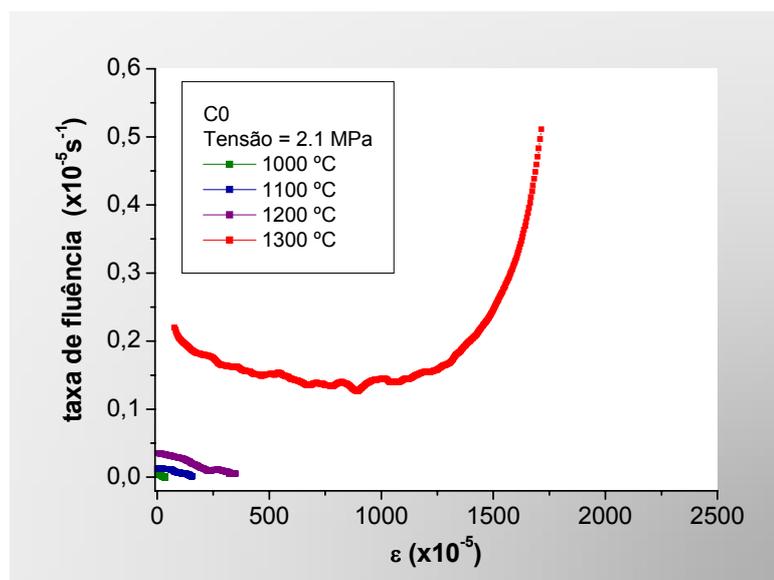


Figura 5.43 Taxas de fluência sob flexão a três pontos em função da deformação, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C0.

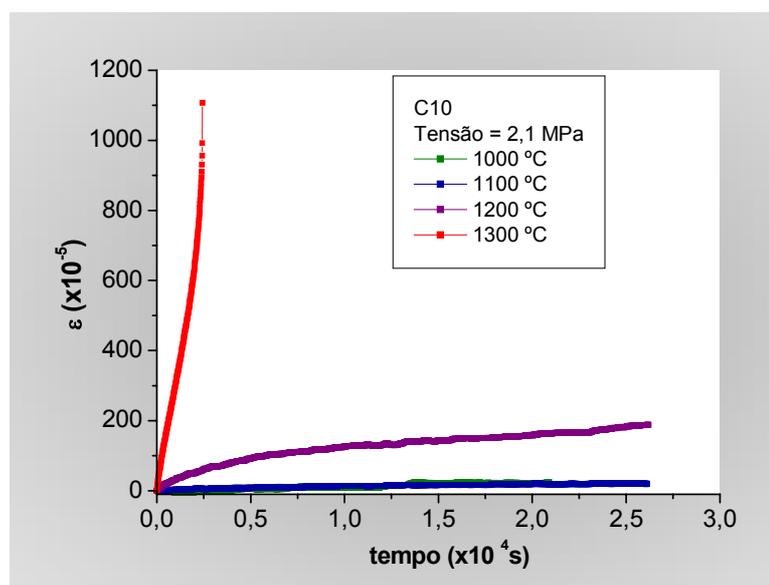


Figura 5.44 Curvas de fluência sob flexão a três pontos, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C10.

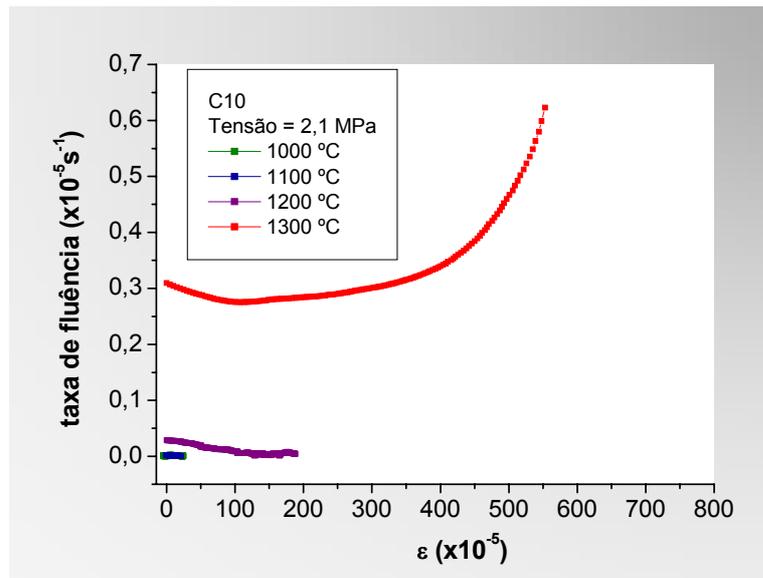


Figura 5.45 Taxas de fluência sob flexão a três pontos em função da deformação, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C10.

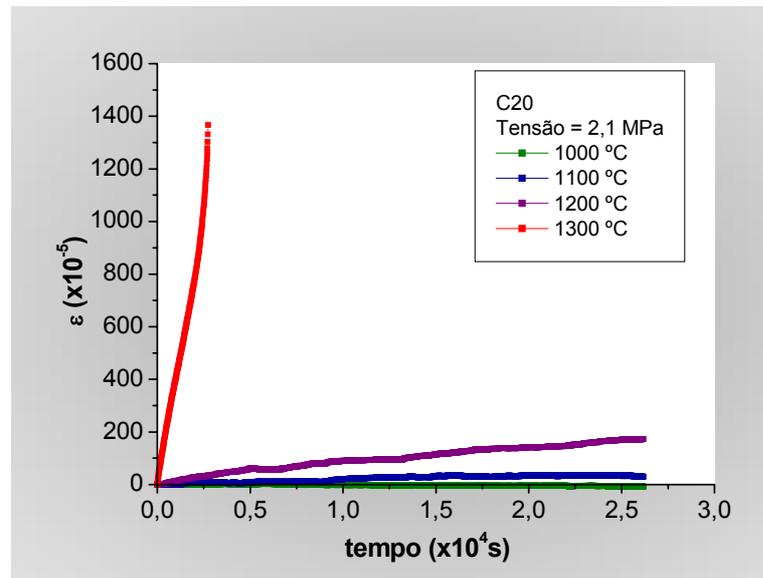


Figura 5.46 Curvas de fluência sob flexão a três pontos, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C20.

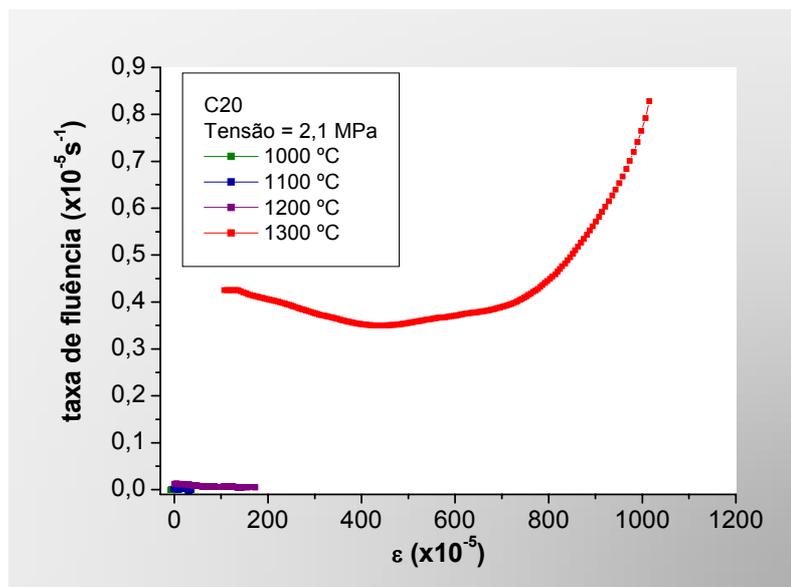


Figura 5.47 Taxas de fluência sob flexão a três pontos em função da deformação, em diferentes isothermas, do compósito alumina-vidro C20.

Observou-se que, dependendo da temperatura, da tensão aplicada e do tipo de carregamento (compressão e flexão), o tempo para se atingir a taxa de deformação mínima, ou seja, estágio secundário, pode ser extremamente longo. Desse modo, não foi feito nenhum tratamento dos resultados de fluência visando à obtenção da energia experimental de ativação e/ou do expoente da tensão. Especificamente, para os ensaios de fluência sob flexão não existe na literatura um consenso sobre qual método utilizar para se analisar os resultados oriundos deste ensaio em qualquer um dos estágios de fluência [40].

Contudo, foi possível observar na fluência sob flexão que a região do corpo-de-prova sujeita à tração sofreu mais danos por fluência do que aquela sujeita à compressão, sugerindo, assim, que mecanismos distintos atuaram nas duas regiões, como mostra as Figura 5.48 e Figura 5.49.

Dessa maneira, a flecha total registrada pela máquina no ensaio de fluência sob flexão, é consequência da abertura da trinca, causados pelos danos de fluência, e da deformação região à frente da trinca, ainda íntegra. Assim, a flecha total pode ser expressa como a soma destas duas contribuições.

Neste trabalho, as curvas de fluência foram usadas basicamente, para extrair as informações sobre o comportamento do material sob diversas condições de temperatura e de tensão com o intuito de inferir, indiretamente, o quanto a fluência pode interferir na medida da energia de fratura em temperaturas elevadas. Posto isto, buscou-se estabelecer grandezas físicas para quantificar a fluência, além de utilizá-las para relacionar este fenômeno com a medida da energia de fratura.

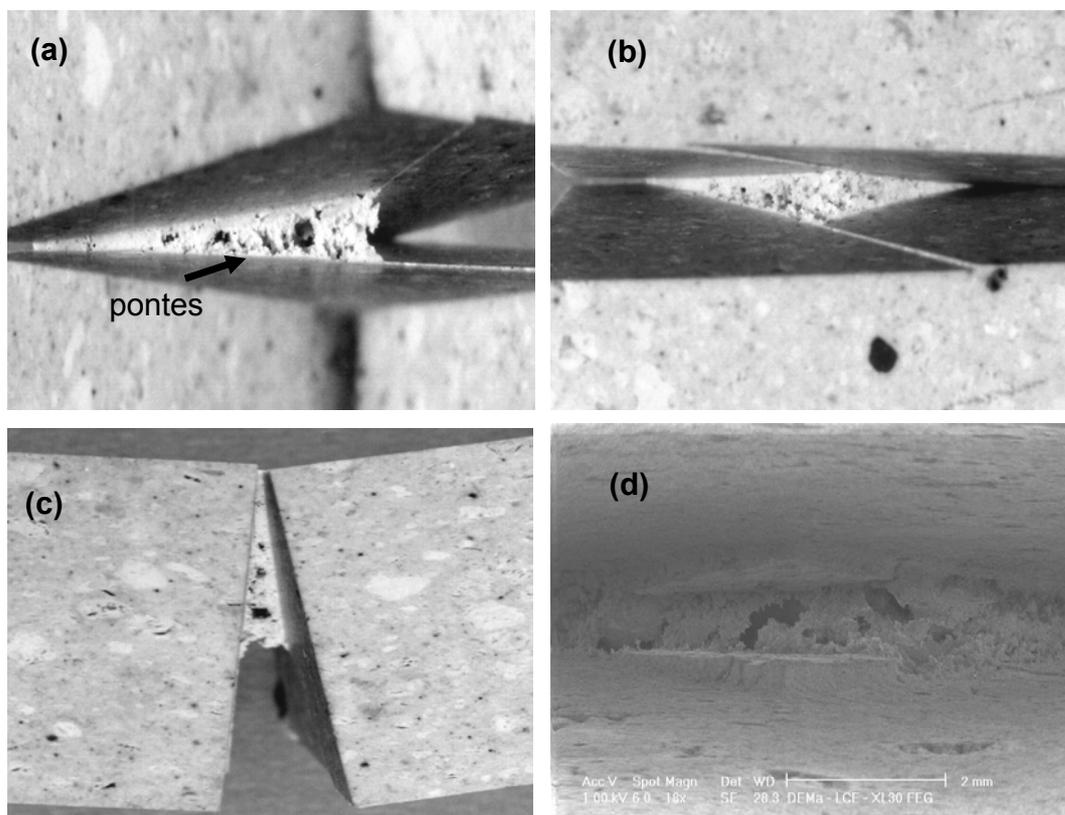


Figura 5.48 Corpos-de-prova do refratário sílico-aluminoso, sem entalhe, deformados por fluência sob flexão em três pontos. (a) Face inferior tracionada, a 1150 °C, com uma tensão de 2,5 MPa e com 935 minutos de ensaio e (b) a lateral do mesmo corpo da parte (a). A foto (c) mostra a face tracionada a 1000 °C e com uma tensão de 18 MPa e com 820 minutos de ensaio e (d) lateral do mesmo corpo da parte (c).

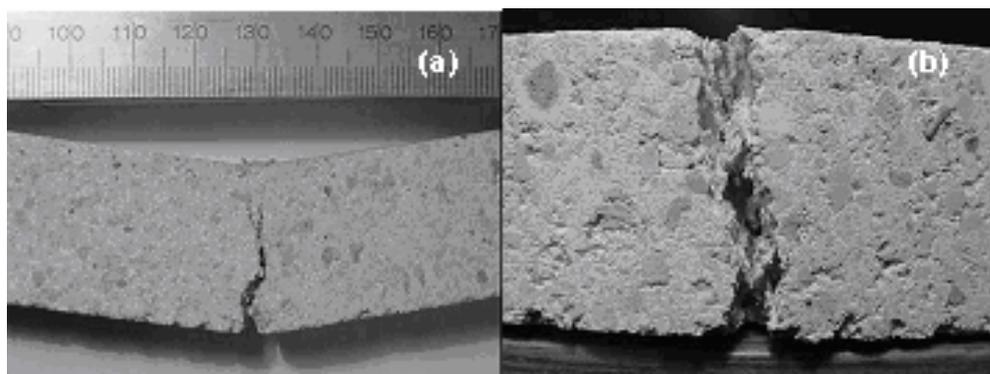


Figura 5.49 Corpo-de-prova do refratário aluminoso, sem entalhe, deformado por fluência sob flexão em três pontos. Foto (a): a lateral do corpo ensaiado, a 1250°C, com uma tensão aplicada de 2,7 MPa na parte inferior e com 375 minutos de ensaio. A foto (b) mostra a face inferior do mesmo corpo.

5.5.1 Taxa de energia de fluência

O conceito de taxa de energia de fluência, Ω_f , foi baseado no conceito de densidade da taxa de trabalho (potência) realizado pela tensão, \dot{w} , expresso pela equação 2.13 [55]. Sob condição de temperatura constante e para uma determinada tensão aplicada, Ω_f pode ser definida pela seguinte expressão:

$$\Omega_f(\sigma, t, T) = \sigma \cdot \dot{\epsilon}(\sigma, t, T) \cdot V(\sigma, T) \quad (5.1)$$

onde V é o volume da região na qual ocorre a deformação e/ou danos por fluência, σ é a tensão que age na região compreendida pelo volume onde ocorre a fluência e $\dot{\epsilon}$ é a correspondente taxa de fluência.

Pôde-se verificar nos ensaios de fluência que cada região do corpo é solicitada diferentemente, sobretudo, nos ensaios de flexão a três pontos. Assim sendo, cada região pode estar em um estágio de fluência diferente também devido à heterogeneidade da microestrutura do material e/ou ao perfil

da distribuição de tensão ao longo do corpo-de-prova. Dessa maneira, cada região do corpo-de-prova está sujeita a uma taxa de fluência distinta. Por exemplo, região próxima à ponta de uma trinca que apresenta maior concentração de tensão.

Para averiguar a afirmação mencionada acima foram construídos alguns modelos pelo método dos elementos finitos. A Figura 5.50 mostra os modelos para um corpo-de-prova cilíndrico, com diâmetro externo de 50 mm, diâmetro interno 12,5 mm e altura de 50 mm, sob carregamento estático de compressão e sob carga aplicada de 835 N. Como esperado, neste caso, observa-se que todo o volume do corpo-de-prova está sob compressão. Porém, o perfil de distribuição de tensão do modelo indica valores diferentes de tensão pode atuar em cada região.

A Figura 5.51 mostra os modelos de elementos finitos de um corpo-de-prova prismático, 25 mm x 25 mm x 150 mm, sobre apoios espaçados de 125 mm, sob uma carga aplicada de 150 N. O perfil da distribuição de tensão do modelo mostra que as regiões mais solicitadas ficam na parte central inferior do corpo-de-prova.

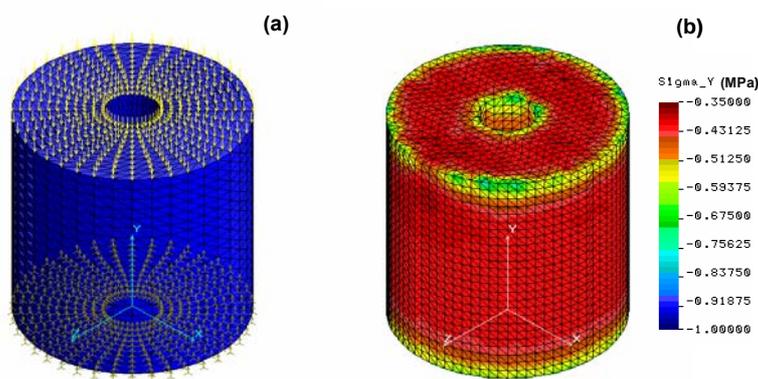


Figura 5.50 Modelos de elementos finitos de um corpo-de-prova cilíndrico para ensaio de fluência sob compressão. (a) Mostra o carregamento estático uniaxial de 835 N na face superior e os vínculos na face inferior. (b) Apresenta o perfil da distribuição de tensão ao longo do corpo-de-prova, na direção y.

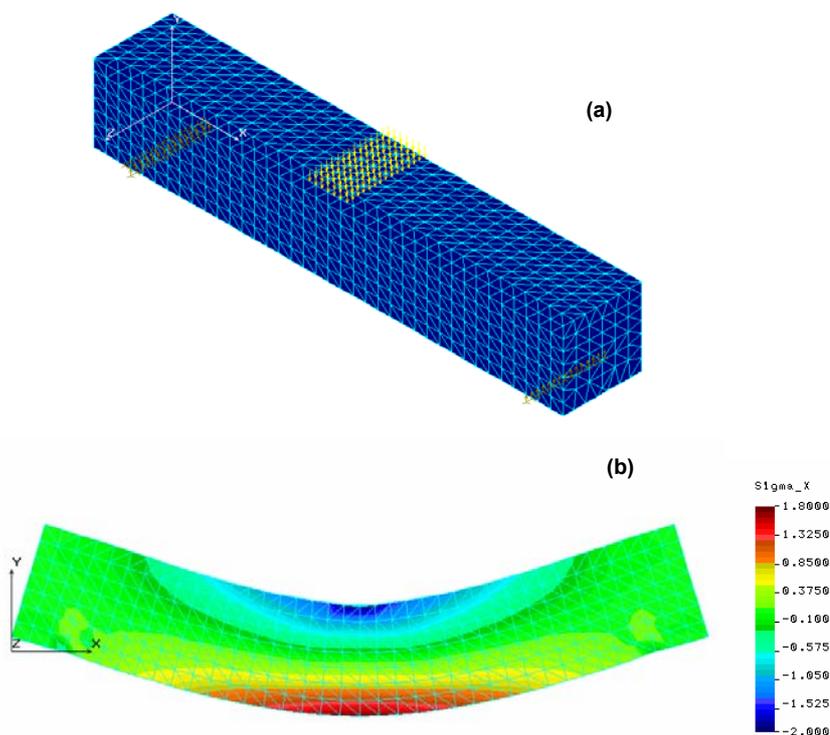


Figura 5.51 Modelos de elementos finitos de um corpo-de-prova prismático sob flexão a três pontos. (a) Carregamento estático uniaxial de 150 N na face superior e os vínculos nos apoios. (b) Distribuição de tensão ao longo do corpo-de-prova na direção x.

No entanto, sob flexão, quando o corpo contém um entalhe, a distribuição de tensão altera-se completamente em relação ao corpo sem entalhe. A Figura 5.52 apresenta um modelo de elementos finitos de um corpo-de-prova prismático, 25 mm x 25 mm x 150 mm, sobre apoios espaçados de 125 mm, com um entalhe inferior e central, sob uma carga aplicada de 150 N. Como esperado, o resultado indica que as principais regiões sujeitas à tensão concentram-se em torno da ponta do entalhe, além de mostrar uma elevação nos valores de tensão em relação ao modelo sem entalhe.

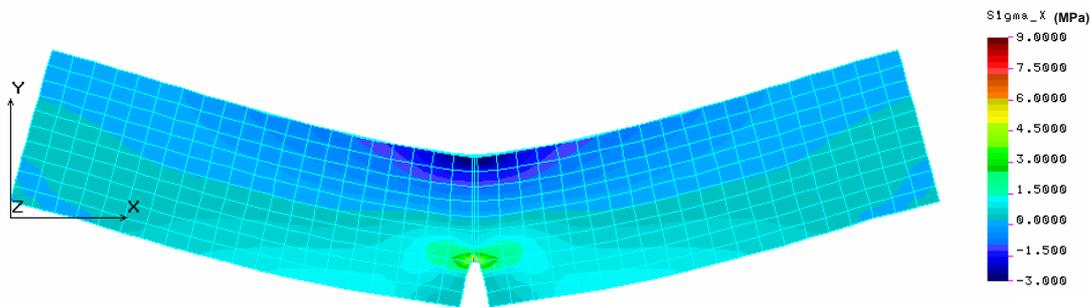


Figura 5.52 Modelo de elementos finitos de um corpo-de-prova prismático com um entalhe inferior e central.

Dentro deste contexto, a taxa total de energia de deformação por fluência pode assumir um valor diferente para cada região do corpo-de-prova, pois para cada tensão existe uma correspondente taxa de fluência, como observado nos ensaios de fluência sob flexão a três pontos sob diversas tensões aplicadas. Com isso, Ω_f deve ser redefinido como a soma das taxas de cada região do corpo sob fluência.

Através dos resultados obtidos dos ensaios de fluência e das avaliações pelos modelos de elementos finitos assumiu-se que as regiões mais solicitadas são as que determinam os principais mecanismos de fluência. Com isso, medir a deformação por fluência da região mais solicitada equivale a medir Ω_f predominante. Sendo assim, mais importante do que descrever analiticamente Ω_f será obter o seu valor médio, experimentalmente. Resta, então, descrever a abordagem utilizada.

5.5.2 Medida da taxa média da energia de fluência

O valor médio da taxa de energia de fluência, Ω_m , pode ser obtido calculando-se o trabalho de deformação de fluência a partir da área sob a curva carga, P , em função do deslocamento do ponto de aplicação da carga, Δ ,

de um ensaio de fluência, seja ele, sob compressão ou sob flexão, e dividindo-a pelo tempo de ensaio, t_f , conforme a seguinte equação:

$$\Omega_m = \frac{1}{t_f} \int_0^{\Delta_f} P d\Delta . \quad (5.2)$$

onde Δ_f é o deslocamento final correspondente ao t_f . Para efeito de comparação, t_f é definido como o período de ensaio do corpo-de-prova que foi submetido a uma condição mais severa de temperatura e/ou de tensão, ou seja, o tempo mais curto dentre os ensaios.

É oportuno observar que o deslocamento total do atuador, Δ_f , registrado pela máquina no ensaio de fluência sob flexão, inclui, além da deformação plástica das regiões sob tração e sob compressão, a abertura da trinca por fluência, como discutido no início da seção 5.5.

O valor de Ω_m pode ser relacionado com os valores médios do volume, V_m , e da taxa de fluência, $\dot{\epsilon}_m$, conforme a seguinte expressão:

$$\Omega_m(\sigma_m, T) = \sigma_m \cdot \dot{\epsilon}_m(\sigma_m, T) \cdot V_m(\sigma_m, T), \quad (5.3)$$

onde σ_m é a tensão média na região mais solicitada, que dependendo da temperatura de ensaio e da variação da geometria do corpo-de-prova em função do tempo, o seu valor se aproxima da tensão inicial aplicada pela máquina. A taxa de fluência média, $\dot{\epsilon}_m$, é a média das taxas instantâneas no período t_f , adotado como referência e, por conseqüência, pode não incluir, necessariamente, as taxas dos estágios secundário e/ou terciário. Adicionalmente, $\dot{\epsilon}_m$, pode ser mais representativa para a análise de fluência do que a taxa de um determinado estágio de fluência, escolhida arbitrariamente, visto que o valor médio está relacionado com a história do material sob fluência no período total do ensaio.

As Figura 5.53 a Figura **5.63** mostram Ω_m e $\dot{\varepsilon}_m$ dos ensaios de fluência sob compressão e sob flexão a três pontos, dos materiais aqui estudados, em função da temperatura e da tensão aplicadas. Cabe ressaltar que Ω_m foi calculado a partir da equação 5.2 e $\dot{\varepsilon}_m$ foi determinado, independentemente, usando a definição de taxa média, mencionada acima.

Como esperado, Ω_m e $\dot{\varepsilon}_m$ aumentam com o aumento da temperatura e da tensão aplicada. Evidencia-se que valores expressivos destas grandezas aparecem quando o material é submetido às condições que favorecem altas taxas de fluência e/ou crescimento de trinca por danos por fluência. Por exemplo, no ensaio de flexão sob três pontos, para o refratário sílico-aluminoso, sob tensão de 2,5 MPa a 1150 °C e sob tensão de 18 MPa a 1000 °C (Figura 5.48) promoveu um aumento acentuado nos valores de Ω_m e de $\dot{\varepsilon}_m$, como apresentados nas Figura 5.60 e Figura **5.61**.

Nota-se, ainda, que há uma proporcionalidade entre Ω_m e $\dot{\varepsilon}_m$. Desse modo, o produto entre o volume médio e a tensão aplicada, em princípio, mantém-se constante.

Pôde-se inferir, através dos valores de Ω_m e de $\dot{\varepsilon}_m$ obtidos dos ensaios de fluência sob compressão, com a tensão aplicada de 0,45 MPa, que o volume médio está em torno de $8,9 \times 10^{-5} \text{ m}^3$ (volume geométrico da amostra igual a $9 \times 10^{-5} \text{ m}^3$), ou seja, envolve todo volume do corpo-de-prova cilíndrico utilizado no ensaio. Este fato concorda com o modelo de elementos finitos (Figura 5.50) que indica que em grande parte do volume solicitado a tensão está na ordem de 0,42 MPa.

Com relação ao ensaio de fluência sob flexão a três pontos, sob tensão de 2,1 MPa, foi observado que o volume médio da principal região submetida a fluência está entre $7 \text{ e } 9 \times 10^{-6} \text{ m}^3$. Esse valor é 5 a 6 vezes menor do que o valor do triângulo prismático que representa teoricamente a região na qual atua o momento fletor no corpo-de-prova. De fato, este volume médio está relacionado com as regiões mais solicitadas como ilustra os modelos de elementos finitos (Figura 5.51 e Figura 5.52).

Outro ponto importante observado nos ensaios de fluência sob flexão a três pontos é a elevação brusca no valor de Ω_m e de $\dot{\epsilon}_m$ em uma determinada temperatura. Em relação à tensão, os valores de Ω_m e de $\dot{\epsilon}_m$ aumentaram suavemente. Há, portanto, uma distinção de comportamento da fluência dos materiais quando esta é acelerada termicamente, que propicia o amolecimento de uma fase vítrea e/ou surgimento de um líquido eutético, daquela acelerada pelo aumento da tensão aplicada. Considerando que a viscosidade da fase vítrea depende exponencialmente da temperatura, pequenas variações na temperatura causam indiretamente, fortes alterações nas propriedades termomecânicas dos materiais refratários que contêm esta fase.

Portanto, apesar da relativa simplicidade do ensaio de propagação estável de trinca em altas temperaturas, com as medidas de Ω_m e de $\dot{\epsilon}_m$ e os modelos de elementos finitos, fica evidente a complexidade da tarefa de dissociar as contribuições da fluência e do fator de intensidade de tensão na medida da energia de fratura, como será discutido na próxima seção.

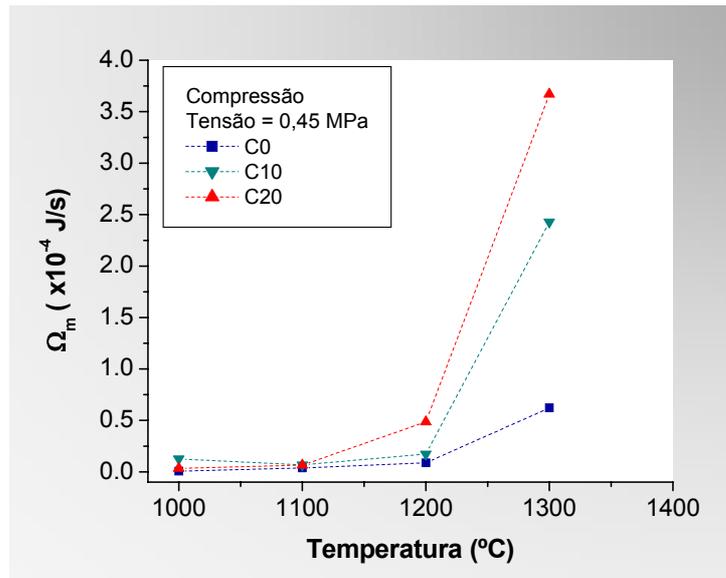


Figura 5.53 Taxas médias de energia de deformação de fluência, Ω_m , em função da temperatura, obtidas dos ensaios de fluência sob compressão, dos compósitos alumina-vidro.

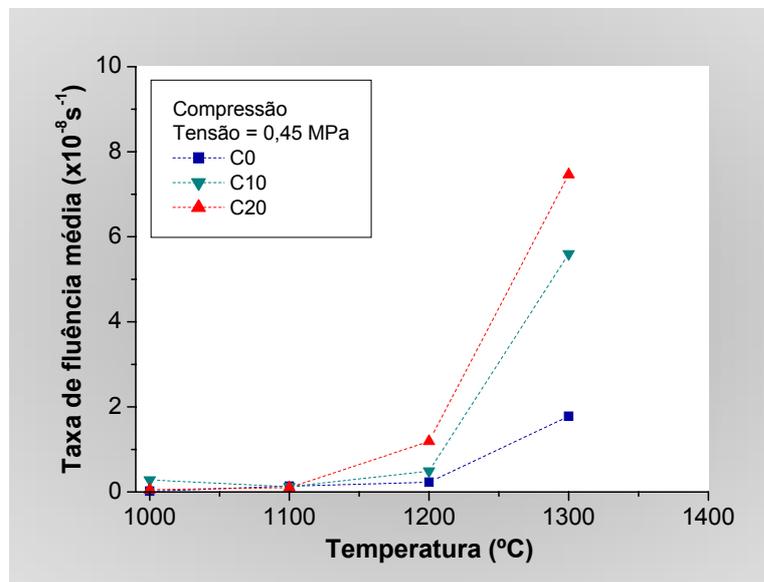


Figura 5.54 Taxas de fluência médias em função da temperatura obtidas dos ensaios de fluência sob compressão, dos compósitos alumina-vidro.

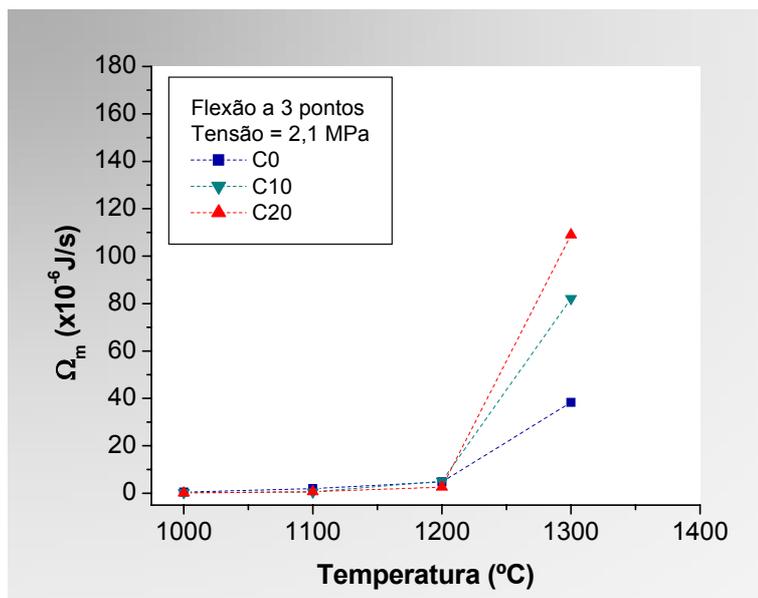


Figura 5.55 Taxas médias de energia de deformação por fluência, Ω_m , em função da temperatura, obtidas dos ensaios de fluência sob flexão dos compósitos alumina-vidro.

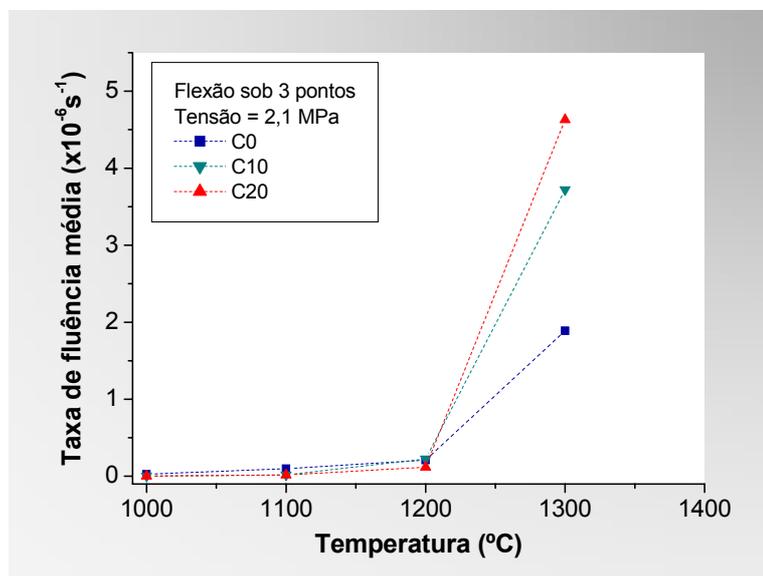


Figura 5.56 Taxas de fluência médias em função da temperatura, obtidas dos ensaios de fluência sob flexão dos compósitos alumina-vidro.

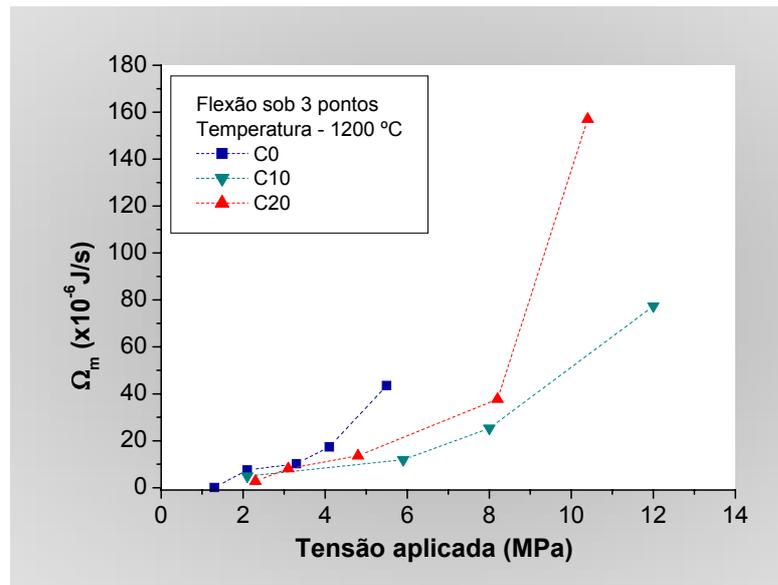


Figura 5.57 Taxas médias de energia de deformação por fluência, Ω_m , em função da tensão aplicada, obtidas dos ensaios de fluência sob flexão a três pontos, dos compósitos alumina-vidro.

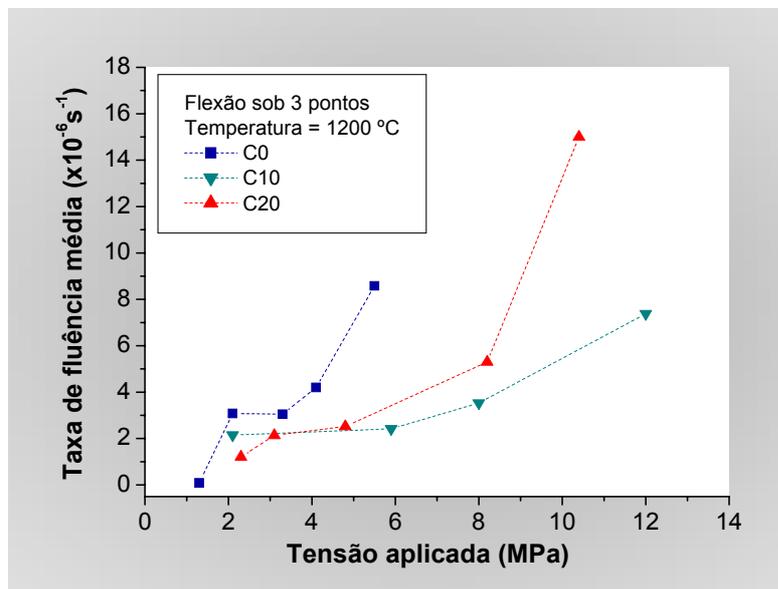


Figura 5.58 Taxas de fluência médias em função da tensão aplicada, obtidas dos ensaios de fluência sob flexão dos compósitos alumina-vidro.

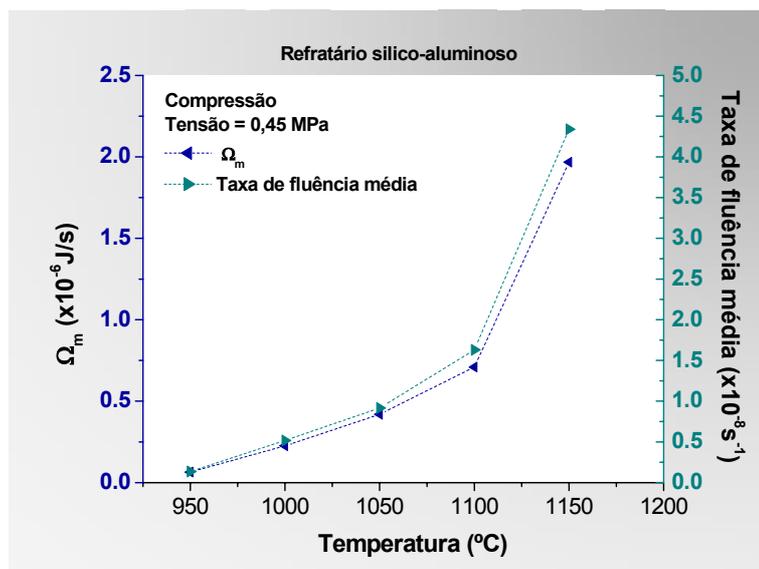


Figura 5.59 Taxas médias de energia de deformação de fluência, Ω_m , e taxas de fluência médias, em função da temperatura, obtidas dos ensaios de fluência sob compressão, do refratário sílico-aluminoso.

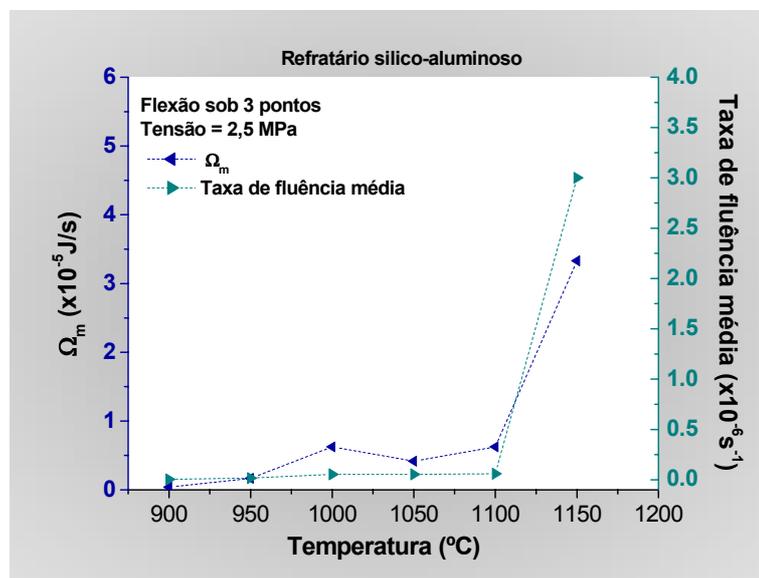


Figura 5.60 Taxas médias de energia de deformação de fluência, Ω_m , e taxas de fluência médias em função da temperatura, obtidas dos ensaios de fluência sob flexão do refratário sílico-aluminoso.

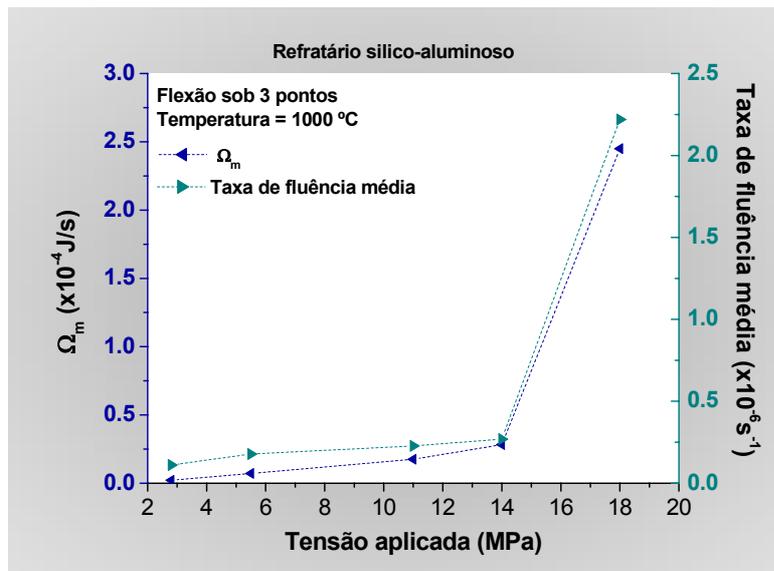


Figura 5.61 Taxas médias de energia de deformação de fluência, Ω_m , e taxas de fluência médias em função da tensão aplicada, obtidas dos ensaios de fluência sob flexão a três pontos para o refratário sílico-aluminoso.

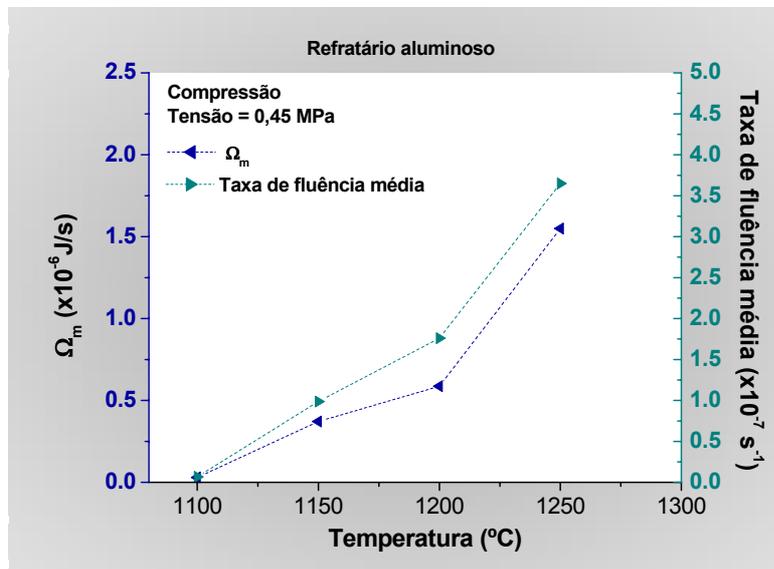


Figura 5.62 Taxas médias de energia de deformação de fluência, Ω_m , e taxas de fluência médias em função da temperatura, obtidas dos ensaios de fluência sob compressão do refratário aluminoso.

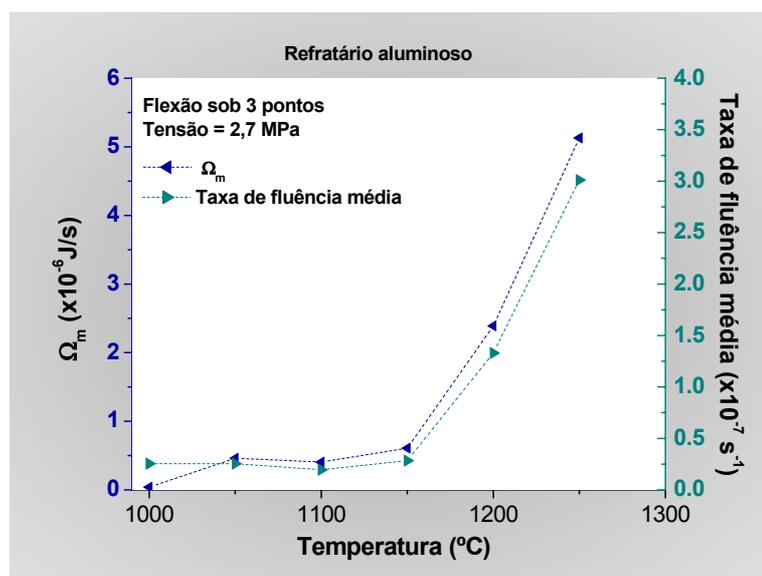


Figura 5.63 Taxas médias de energia de deformação de fluência, Ω_m , e taxas de fluência médias em função da temperatura, obtidas dos ensaios de fluência sob flexão a três pontos do refratário aluminoso.

5.6 Energia de fratura em altas temperaturas

Para os compósitos alumina-vidro e o refratário aluminoso a propagação de trinca foi suficientemente estável para extrair das curvas carga em função do deslocamento o trabalho realizado pela máquina para fraturar e/ou deformar o corpo-de-prova e daí calcular a energia de fratura.

Entretanto, para o refratário sílico-aluminoso não foi possível obter propagação estável de trinca, em todas as temperaturas de ensaio, embora significativos esforços tenham sido despendidos. Além disso, nos ensaios realizados em altas temperaturas, nas quais os corpos-de-prova se deformaram excessivamente, não foram registrados os dados completos (carga e deslocamento) por causa da limitação da medida de deslocamento do atuador do equipamento HBST 422. Assim sendo, para este refratário foi calculado, tão somente, o trabalho necessário para fraturar e/ou deformar o corpo-de-prova até a carga máxima aplicada.

5.6.1 Compósitos alumina-vidro: Energia de fratura

As Figura 5.64 à Figura 5.66 mostram as curvas carga em função do deslocamento dos compósitos alumina-vidro.

A Figura 5.67 mostra que o material C0 apresentou maior energia de fratura em alta temperatura, ao contrário dos resultados obtidos com o módulo de ruptura (Figura 5.24). A Tabela 5.10 lista os valores da energia de fratura dos compósitos alumina-vidro. É interessante observar que há uma leve tendência de aumento de energia de fratura do material C0, na faixa de 1000 °C e 1200 °C, que pode ser consequência do fechamento de microtrincas, devido a diferenças de coeficientes de dilatação térmica lineares provocadas pela anisotropia da alumina.

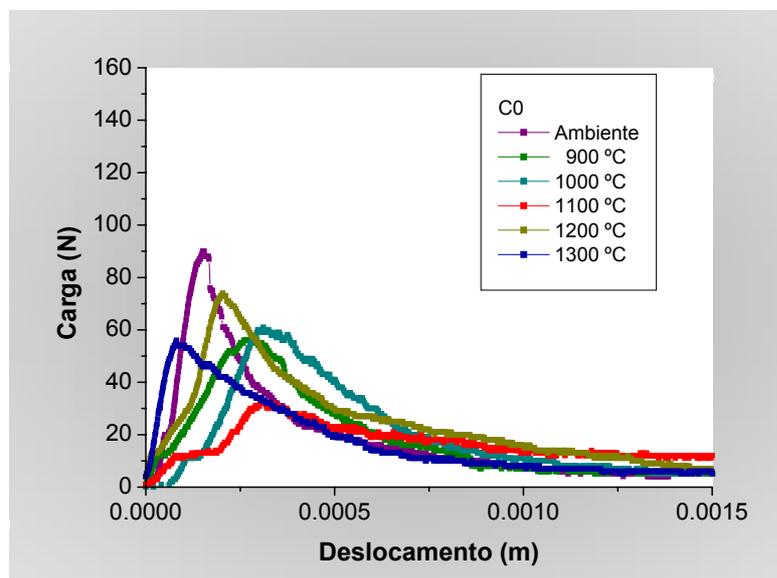


Figura 5.64 Curvas carga em função do deslocamento obtidas dos ensaios de propagação estável de trinca do material de referência C0.

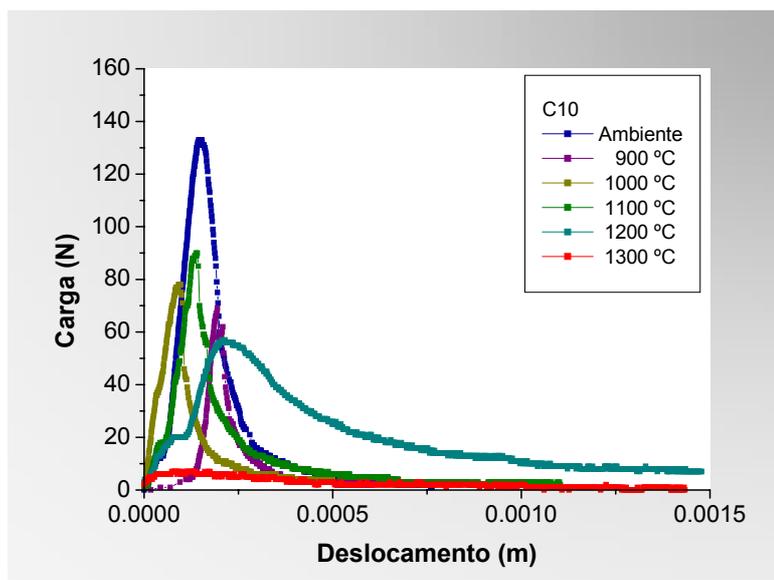


Figura 5.65 Curvas carga em função do deslocamento obtidas dos ensaios de propagação estável de trinca do compósito alumina-vidro C10.

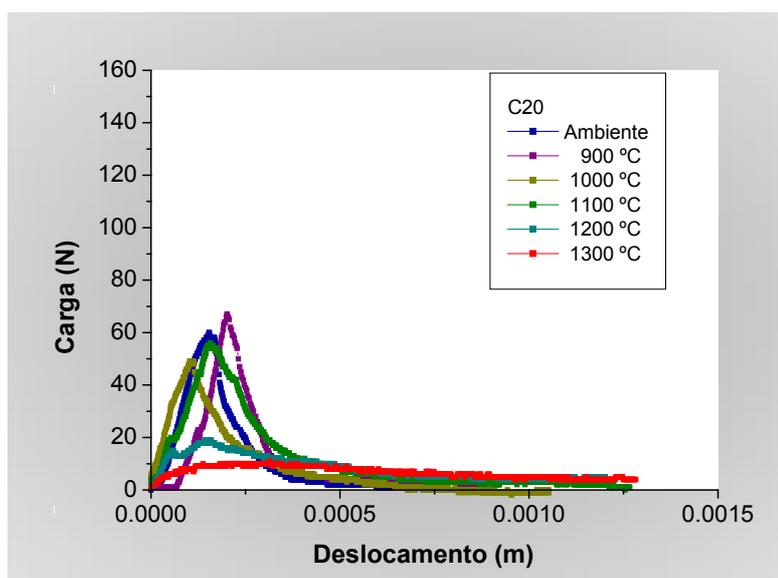


Figura 5.66 Curvas carga em função do deslocamento obtidas dos ensaios de propagação estável de trinca do compósito alumina-vidro C20.

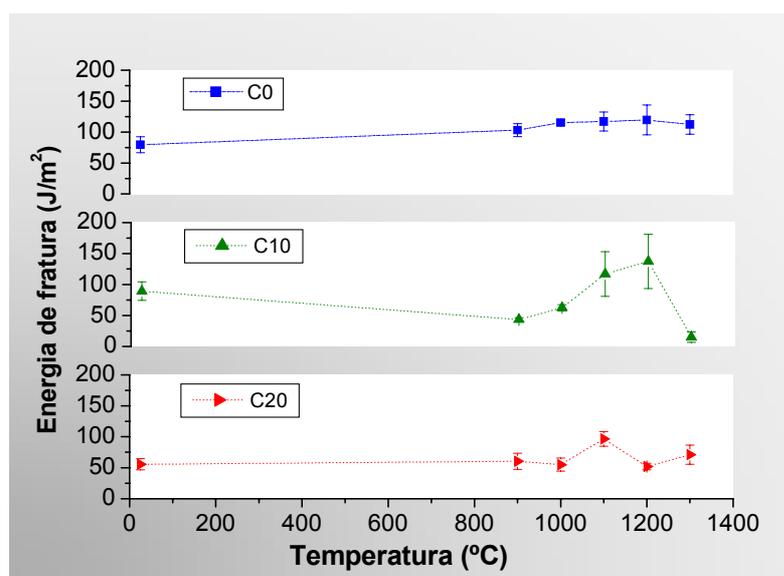


Figura 5.67 Energia de fratura em função da temperatura dos compósitos alumina-vidro.

Tabela 5.10 Energia de fratura, γ_{WoF} , em função da temperatura dos compósitos alumina-vidro.

Temperatura (°C)	Referência	Compósitos		
	C0	C10	C20	
	γ_{WoF} (J/m ²)	γ_{WoF} (J/m ²)	γ_{WoF} (J/m ²)	
Ambiente	78±13	89±15	56±9	
900	103±10	43±3	60±13	
1000	115±4	62±5	55±10	
1100	117±15	117±36	97±12	
1200	120±24	137±44	52±5	
1300	113±16	15±8	71±15	

Porém, comparando-se as superfícies de fratura dos corpos-de-prova, do material C0, submetidos aos ensaios de propagação estável de trinca em temperatura ambiente e a 1200 °C, não foram encontradas diferenças significativas na topografia, que justificassem essa tendência de aumento de energia de fratura entre essas temperaturas (Figura 5.68).

É oportuno ressaltar que a fluência no material C0 inicia-se em torno de 1214 °C (Figura 5.23), além de Ω_m e de $\dot{\epsilon}_m$ aumentarem acentuadamente a partir de 1200 °C (Figura 5.53 e Figura 5.58).

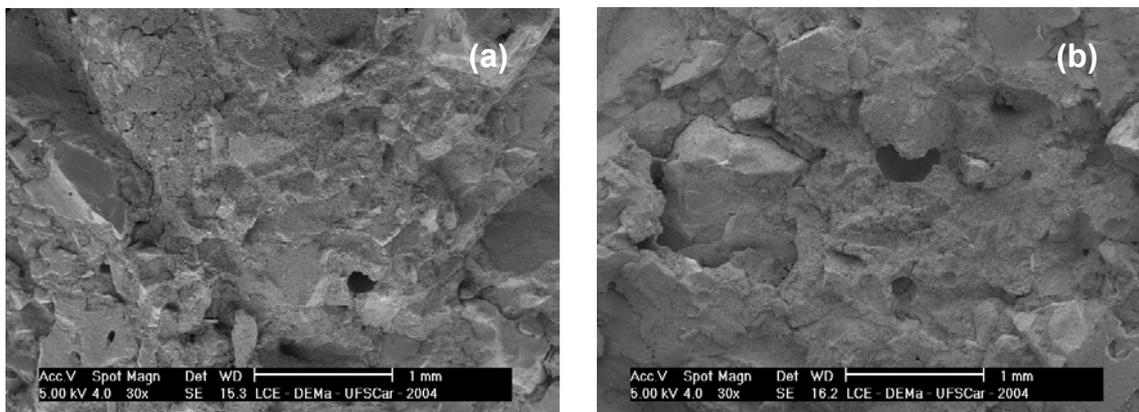


Figura 5.68 Micrografias das superfícies de fratura dos corpos-de-prova submetidos ao ensaio de propagação estável de trinca, do material C0, (a) em temperatura ambiente e (b) a 1200 °C.

Notou-se que o valor da energia de fratura do compósito C10, Figura 5.67, depois de uma acentuada queda a 900 °C passa por um máximo a 1200 °C, seguido de uma forte redução a 1300 °C. Levando-se em consideração a dispersão da medida, este fato fica pouco evidente para o compósito C20, como mostra Figura 5.67. No entanto, para este compósito, pode-se afirmar que seu valor de energia de fratura passa por um máximo a 1100 °C.

A forte variação da energia de fratura dos compósitos C10 e C20 revelam efeitos combinados de enfraquecimento da microestrutura, devido à fluência, e da presença da alta porosidade. Há fortes evidências de que a fluência tenha sido promovida pela presença de fase vítrea e de microconstituente eutético, como discutido nas seções 5.1 e 5.5.2.

Diferenças de topografia foram encontradas entre as superfícies de fratura dos corpos-de-prova submetidos aos ensaios de propagação estável de trinca em temperatura ambiente e a 1200 °C, dos compósitos C10 e C20, como mostra a Figura 5.69. Estas diferenças indicam a atuação da fase vítrea e/ou de microconstituente eutético no processo de fratura. Em altas temperaturas e dependendo da viscosidade, estas fases podem preencher os poros e as microtrincas da matriz e possibilitar maior resistência à propagação de trinca ou

enfraquecer a microestrutura do material refratário. A Figura 5.70 mostra as pontes de fase vítrea formadas em um poro na superfície de fratura de um corpo-de-prova do compósito C20.

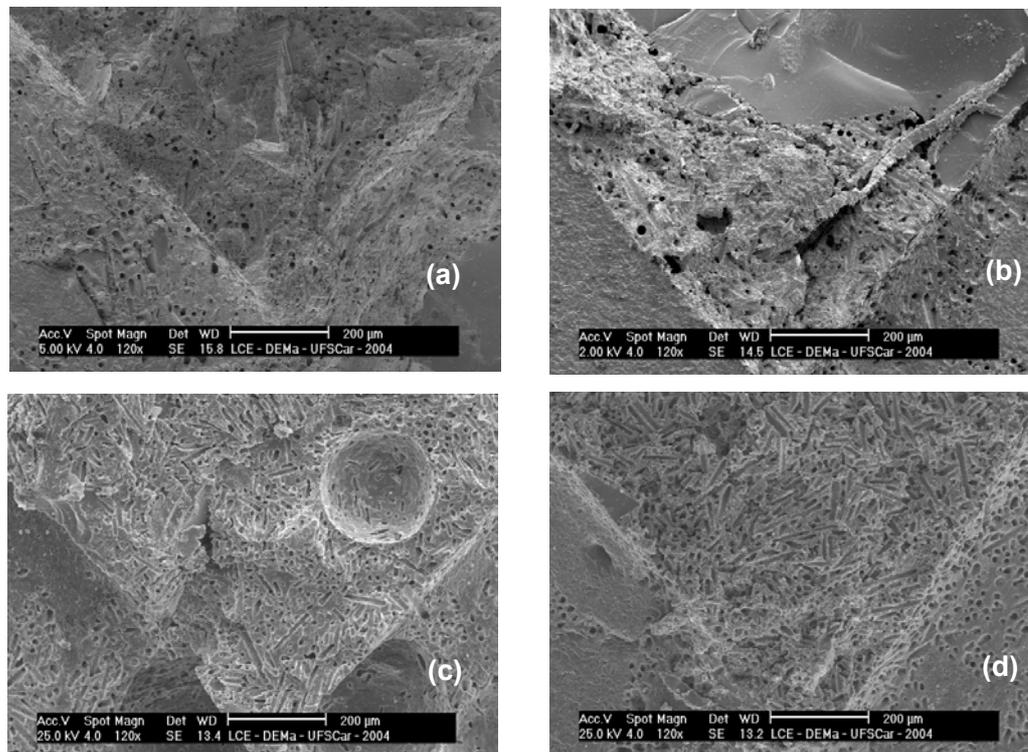


Figura 5.69 Micrografias das superfícies de fratura de corpos-de-prova dos compósitos alumina-vidro: (a) C10 ensaiado em temperatura ambiente e (b) a 1200 °C. (c) C20 ensaiado em temperatura ambiente e (d) a 1200 °C.

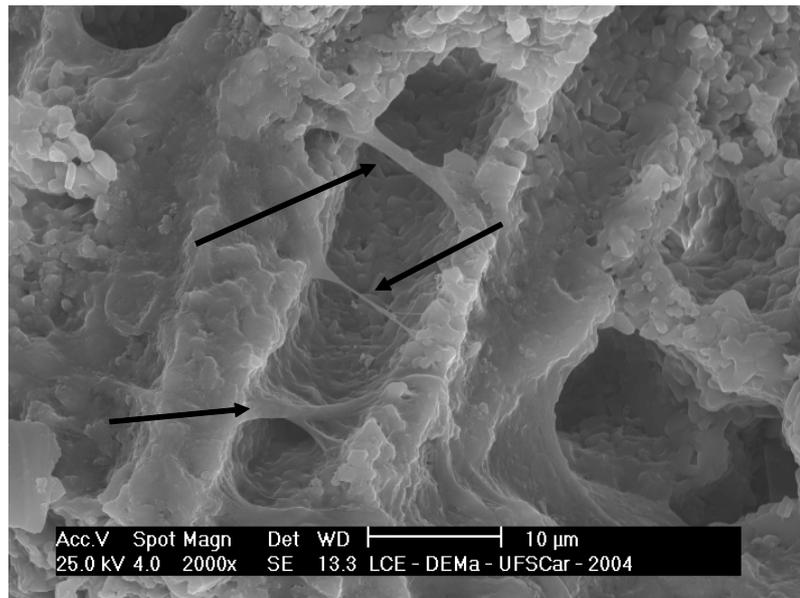


Figura 5.70 Micrografia mostrando pontes de fase vítrea em uma superfície de fratura de um corpo-de-prova do compósito C20 de um ensaio de propagação estável de trinca a 1200 °C.

5.6.2 Refratário sílico-aluminoso: Energia de fratura

A Figura 5.71 mostra as correspondentes curvas carga em função do deslocamento do refratário sílico-aluminoso para diferentes temperaturas. Nesses ensaios, entre a temperatura ambiente e 975 °C, esse material apresentou um comportamento frágil. Em temperatura ambiente, a propagação da trinca foi estável. A 600 °C a propagação foi semi-estável, ou seja, as curvas carga em função do deslocamento contêm trechos de instabilidade, indicadas pelo pequeno número de pontos logo após a carga máxima atingida, quando comparadas com as curvas obtidas em temperatura ambiente. Entre 800 °C e 975 °C as fraturas ocorreram de modo catastrófico.

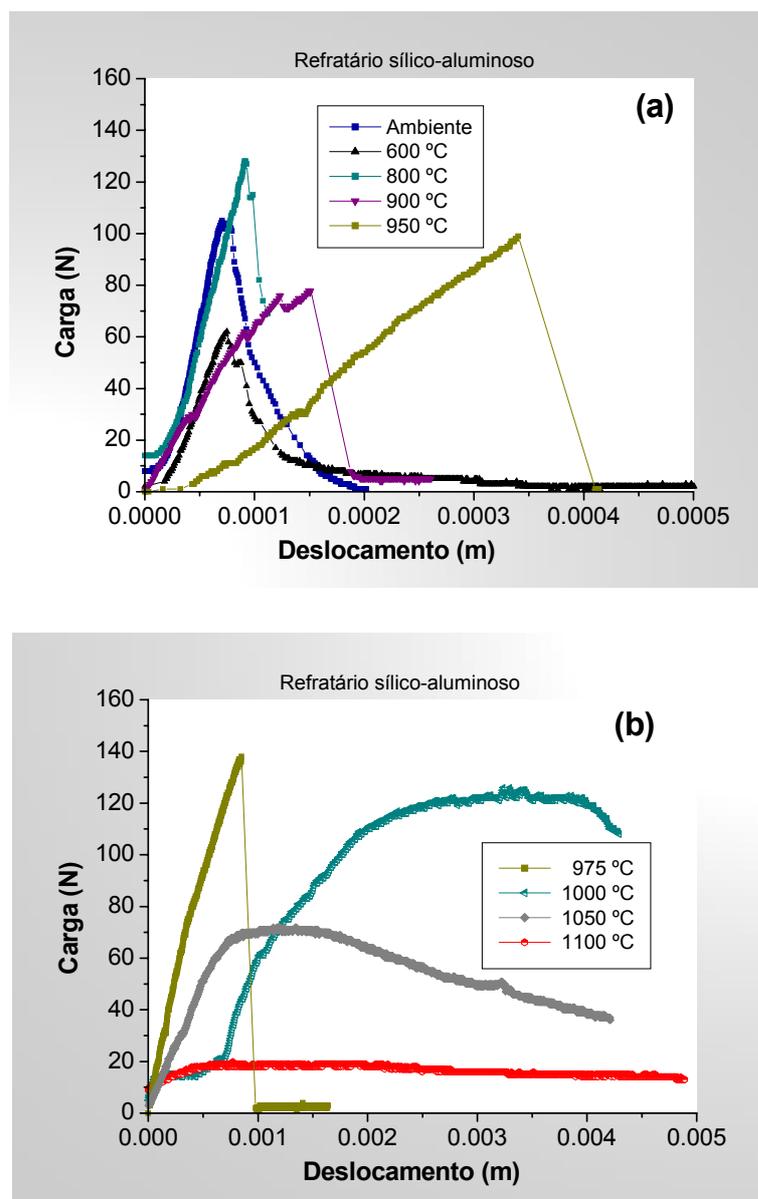


Figura 5.71 Curvas carga em função do deslocamento obtidas do ensaio de propagação estável de trinca do refratário sílico-aluminoso. (a) Curvas de ensaios realizados de ambiente a 950 °C. (b) Curvas de ensaios realizados de 975 °C a 1100 °C.

De 1000 °C a 1100 °C, o refratário sílico-aluminoso apresentou um comportamento dúctil, como ilustrado na Figura 5.71. Essa transição de comportamento frágil para dúctil, situada entre as temperaturas de 975 °C e 1000 °C, é atribuída à presença de fase vítrea, como discutido na seção 5.2. Supõe-se que de 1000 °C a 1100 °C o mecanismo de fluência por fluxo viscoso

interferiu fortemente no processo de fratura (Figura 5.59 a Figura 5.61). Uma evidência deste efeito pode ser vista nas Figura 5.72 e Figura 5.73, que mostram as diferenças de rugosidade e de danos entre as superfícies de fratura de corpos-de-prova, sobretudo na ponta do entalhe Chevron, ensaiados em temperatura ambiente e 1000 °C. Nesta última temperatura, a superfície de fratura, na região tracionada, é bastante porosa e com topografia irregular. Destaca-se a Figura 5.73 por apresentar a fase vítrea entre os grãos.

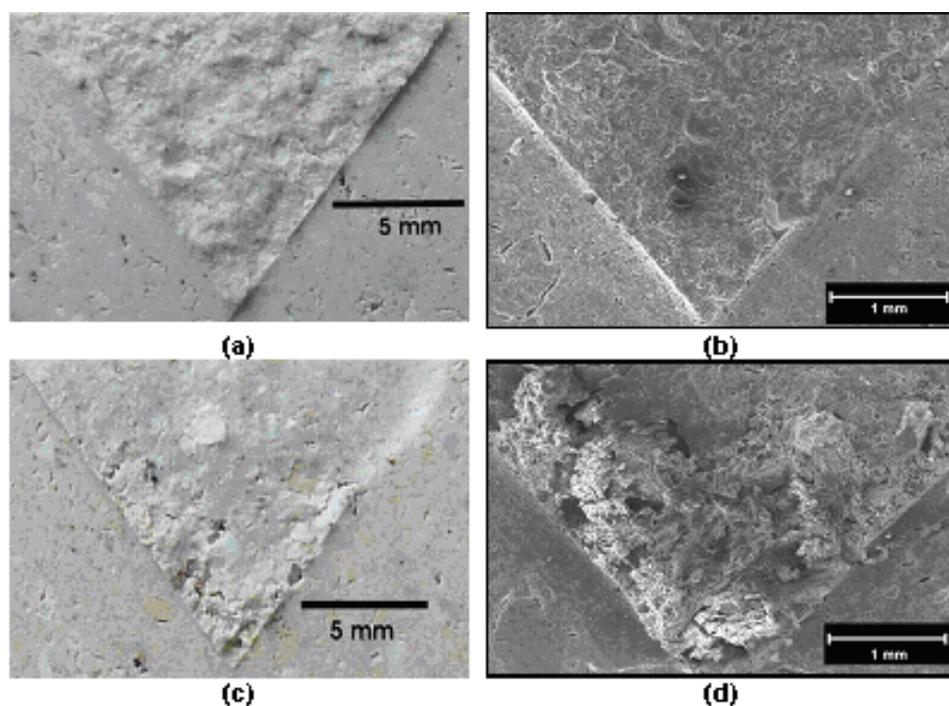


Figura 5.72 Superfícies de fratura de corpos-de-prova com entalhe Chevron ensaiados (a) e (b) em temperatura ambiente e (c) e (d) a 1000 °C. (a) e (c) mostram todo o entalhe Chevron (fotografia ótica) e (b) e (d) são imagens ampliadas dentro da região da fratura (MEV).

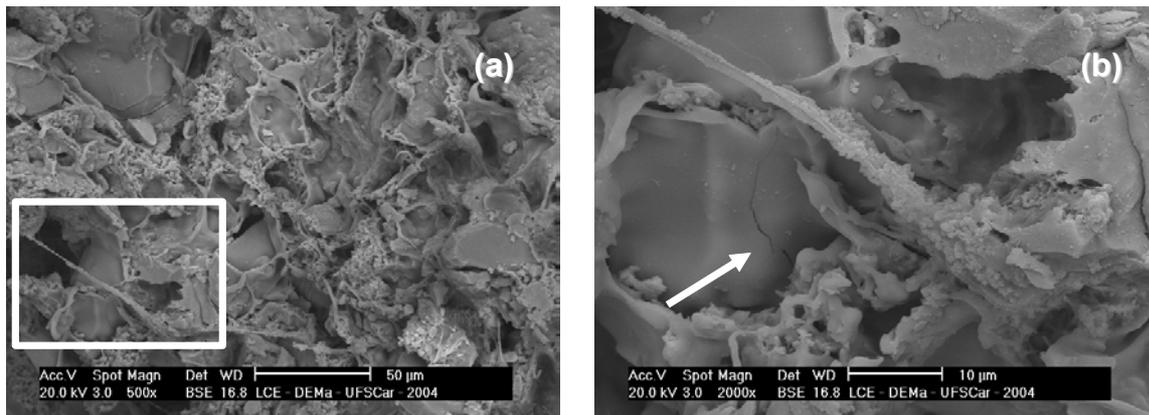


Figura 5.73 (a) Micrografia mostrando detalhe de uma superfície de fratura de um corpo-de-prova do refratário sílico-aluminoso submetido a um ensaio de propagação estável de trinca a 1000 °C. (b) micrografia mostra uma ampliação da região indicada na micrografia ao lado. A flecha indica uma microtrinca.

Cabe ressaltar que a 950 °C a fratura foi catastrófica enquanto que a 1000 °C o corpo-de-prova se deformou plasticamente sem se fraturar completamente. Isto indica a efetiva contribuição da fluência no processo de fratura do refratário sílico-aluminoso.

Embora não tenha ocorrido propagação estável de trinca em todas as temperaturas, para se ter um parâmetro comparativo de análise, calculou-se o trabalho para máquina fraturar e/ou deformar o corpo-de-prova (que inclui também o de fluência, quando for o caso) computando-se a área abaixo da curva carga em função do deslocamento até o ponto de carga máxima atingida no teste. Considerando-se as mesmas condições de usinagem e dimensões dos corpos de prova deste material, verificou-se que o trabalho também passa por um valor máximo em torno de 1000 °C, conforme mostram a Figura 5.74 e a Tabela 5.11. A Tabela 5.11 também indica se os corpos-de-prova foram completamente fraturados ou não.

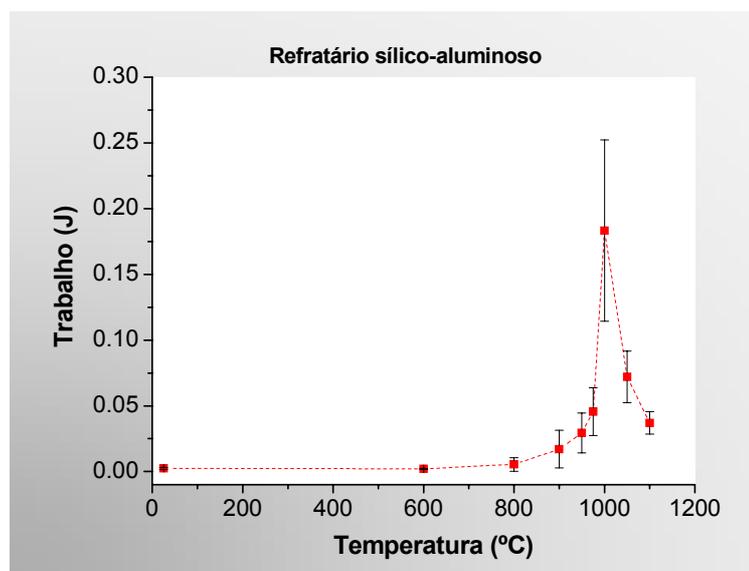


Figura 5.74 Trabalho total realizado pela máquina de ensaio até a carga máxima atingida para o caso do refratário sílico-aluminoso.

Tabela 5.11 Valores do trabalho realizado até a carga máxima atingida no teste de propagação estável de trinca do refratário sílico-aluminoso. O trabalho relativo tem como referência aquele realizado em temperatura ambiente.

Temperatura (°C)	Trabalho (J)	Trabalho Relativo	Estado dos corpos-de-prova após o ensaio
Ambiente	0,002±0,001	1	FE
600	0,002±0,001	1	FE
800	0,006±0,005	3	FC
900	0,02±0,01	10	FC
950	0,03±0,02	15	FC
975	0,05±0,02	25	FC
1000	0,2±0,1	100	NF
1050	0,07±0,02	35	NF
1100	0,04±0,01	20	FE

FC = fratura catastrófica; FE = fratura estável; NF = não fraturado.

Como o início da deformação por fluência ocorre a partir de 790 °C, como indicado na refratariedade-sob-carga (Figura 5.31), seção 5.4, pode-se supor que o alto valor do trabalho realizado a 1000 °C se deve à capacidade do fluxo viscoso de aliviar as tensões internas e possibilitar a formação de pontes

de fase vítrea no rastro da trinca e/ou o arredondamento da sua ponta. Isto pode ser observado na Figura 5.75, onde se verificam pontes de fase vítrea interligando as duas superfícies de fratura.

Mecanismos semelhantes foram observados por Baudín e Fernandez [33]. Esses pesquisadores observaram pontes de fase vítrea no interior de trincas em corpos-de-prova de mulita submetidos a ensaios de fluência sob flexão a quatro pontos a 1200 °C. Ramamurty [72] também relata sobre observações de pontes de fase vítrea, que retardaram o crescimento de trinca, em uma larga variedade de cerâmicas estruturais que foram submetidas a ensaios de fadiga em altas temperaturas. Soboyejo e colaboradores [27] sugerem que essas pontes podem minimizar os danos por choque térmico em materiais refratários que contêm fase vítrea.

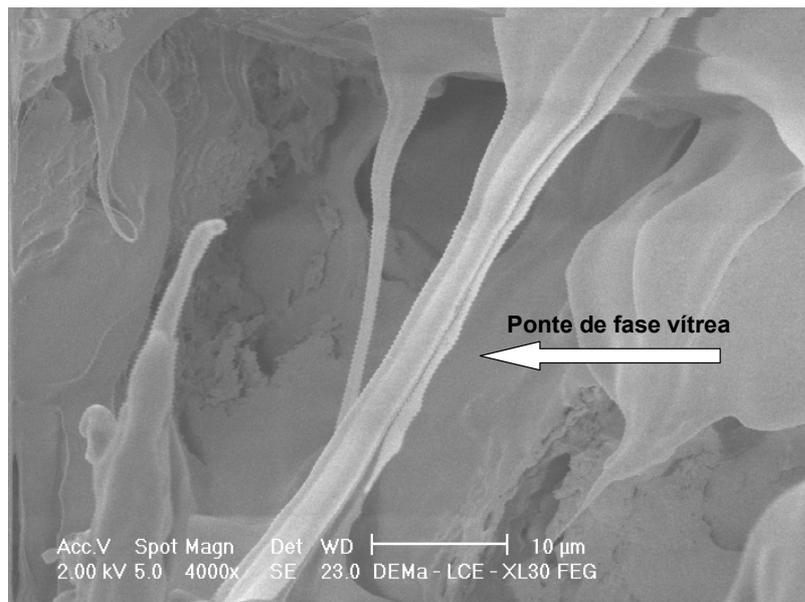


Figura 5.75 Micrografia mostrando o detalhe da ponta do entalhe ilustrando as pontes de fase vítrea formadas durante o ensaio de propagação estável de trinca a 1000 °C de um refratário silico-aluminoso.

Por outro lado, a fase vítrea enfraquece a microestrutura do material quando sujeito a temperaturas bem acima da transição vítrea, como pode ser observado na curva carga em função do deslocamento do ensaio de propagação estável de trinca realizado a 1100 °C (Figura 5.71).

Os ensaios acima de 800 °C indicam que grande parte do trabalho de fratura e de fluência realizado pela máquina foi utilizado para deformar as pontes de fase vítrea. Por exemplo, nota-se que a razão entre o trabalho realizado a 1000 °C e aquele efetuado à temperatura ambiente é em torno de 100 (Tabela 5.11). Deve-se considerar ainda que, adicionalmente, pontes formadas pelos próprios grãos e/ou agregados também são atuantes na região do rastro da trinca, como destacado na Figura 5.48.

Nos ensaios de propagação estável de trinca, realizados de 1000 °C a 1100 °C, notou-se que a deformação do refratário foi muito extensa (Figura 5.71). Verificaram-se, nestes ensaios, processos de relaxação da carga aplicada e de abertura do entalhe e que, principalmente a 1100 °C, as cargas resultantes ficaram em níveis muito baixos. Por conseqüência, de 1000 °C a 1100 °C, grande parte do trabalho realizado é resultado dos efeitos combinados do enfraquecimento da microestrutura, pelo excessivo amolecimento da fase vítrea, e da deformação plástica que ocorre no refratário.

Considerando-se que o refratário sílico-aluminoso pode ser aplicado muitas vezes em situações em que as faixas de temperatura estão acima da transição vítrea das correspondentes fases amorfas, ocasionando a transição frágil-dúctil, justifica-se o estudo e o desenvolvimento de técnicas de caracterização para avaliar esses materiais nessas condições, principalmente a avaliação da contribuição da fluência.

5.6.3 Refratário aluminoso: Energia de fratura

A Figura 5.76 mostra as curvas carga em função do deslocamento obtidas dos ensaios de propagação estável de trinca do refratário aluminoso.

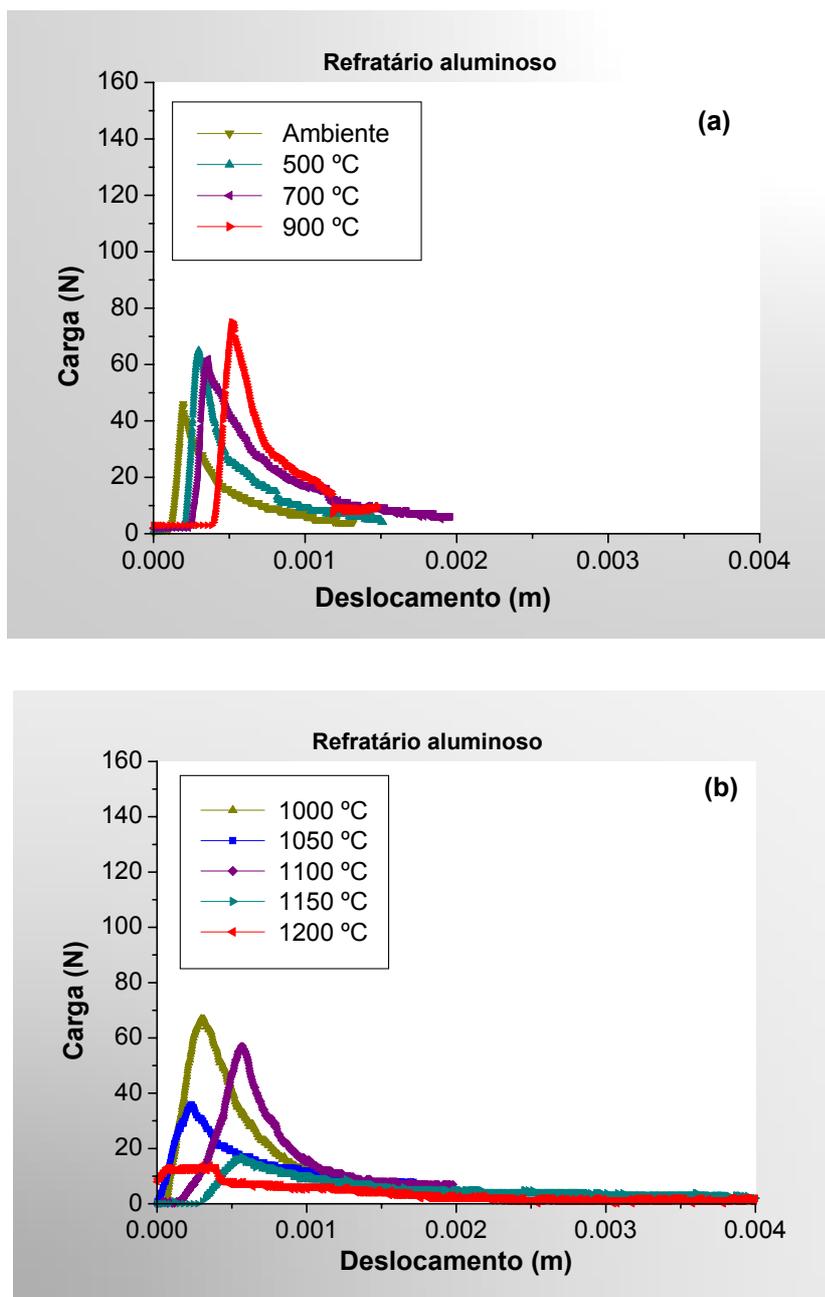


Figura 5.76 Curvas carga em função do deslocamento obtidas do ensaio de propagação estável de trincas do refratário aluminoso. (a) Curvas dos ensaios na temperatura ambiente a 900 °C. (b) ensaios realizados de 900 °C a 1200 °C.

A Figura 5.77 e a Tabela 5.12 apresentam, respectivamente, a curva e os valores de energia de fratura em função da temperatura. Nota-se um aumento significativo no valor da energia de fratura da temperatura ambiente para 500 °C. Este fato, pode ter ocorrido também como consequência da tendência

de fechamento das microtrincas pela elevação da temperatura, causado pela diferença de coeficiente de dilatação térmica linear das fases que compõem a microestrutura do refratário. Devido ao grande desvio padrão das medidas feitas entre 500 °C e 1100 °C deve-se admitir que não há uma variação no valor da energia de fratura nessa faixa de temperatura. A partir de 1100 °C a energia de fratura se reduz acentuadamente pelos efeitos da fluência do refratário (Figura 5.62 e Figura 5.63), causando o enfraquecimento da sua microestrutura (Figura 5.40).

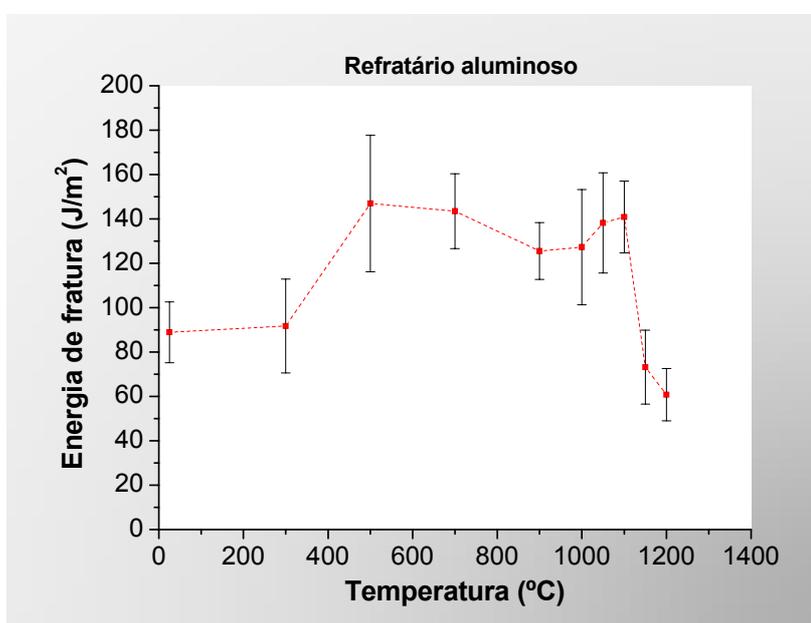


Figura 5.77 Energia de fratura em função da temperatura do refratário aluminoso.

Tabela 5.12 Energia de fratura, γ_{Wof} , em função da temperatura do refratário aluminoso.

Temperatura (°C)	Refratário aluminoso
	γ_{Wof} (J/m ²)
25	89±14
300	92±21
500	147±31
700	144±17
900	126±13
1000	127±26
1050	138±23
1100	141±16
1150	73±17
1200	61±12

Analisando-se a superfície de fratura de um corpo-de-prova submetido ao ensaios de propagação estável de trinca, a 1200 °C, Figura 5.78, pôde-se verificar que a fratura ocorreu de modo diferenciado, nesta temperatura, pois foi encontrado indício da participação de fase vítrea, como mostra a Figura 5.78 (b), embora esta fase não tenha sido detectada pelo difratômetro de raios-X (limite de sensibilidade da técnica). Como visto, a composição química deste refratário (Tabela 4.4) favorece a formação de pequena quantidade fase vítrea. Além disso, nota-se observando a topografia da superfície de fratura do refratário aluminoso que este material tem uma microestrutura muito heterogênea (Figura 5.78).

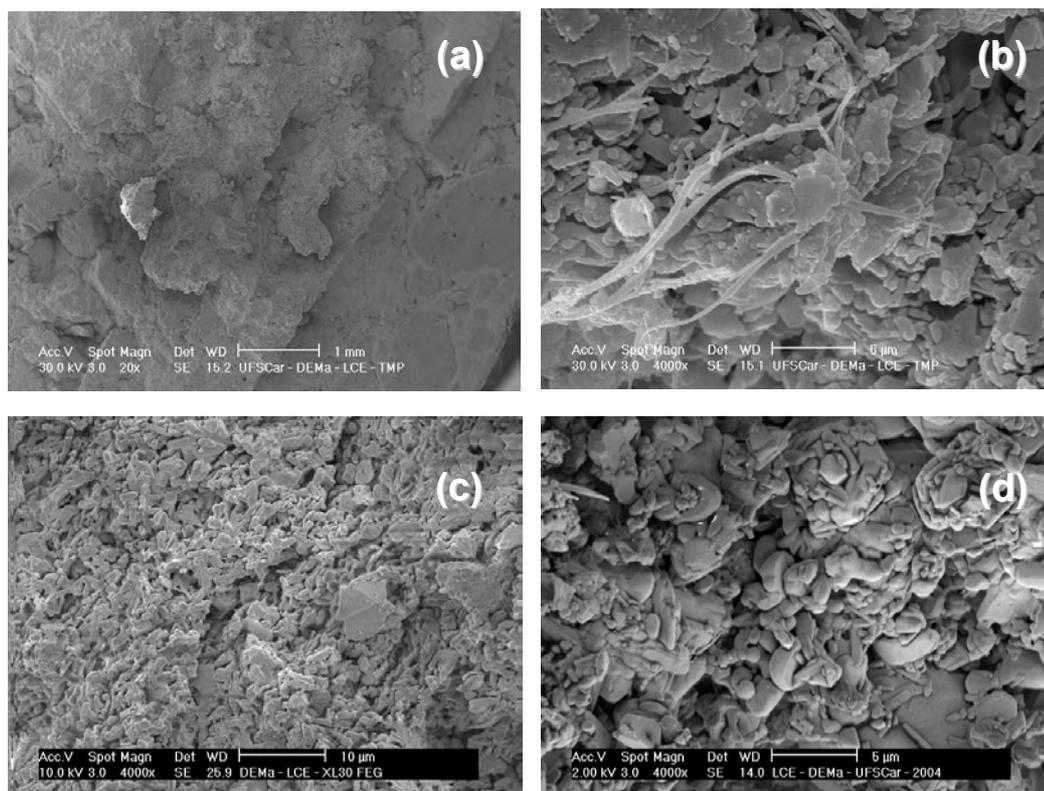


Figura 5.78 Micrografias de (a) a (d) são da superfície de fratura de um corpo-de-prova submetido a um ensaio de propagação estável de trinca a 1200 °C do refratário aluminoso.

5.6.4 Considerações gerais sobre a medida da energia de fratura em altas temperaturas

Os resultados aqui apresentados mostram que a propagação de trincas em altas temperaturas em materiais cerâmicos, que contêm fase vítrea, apresenta-se de modo diferenciado daquela em temperatura ambiente. Os ensaios de propagação estável de trincas e evidências micrográficas indicam que as pontes de fase vítrea influenciam fortemente a medida da energia de fratura.

Cabe ressaltar que nos ensaios de propagação estável de trinca conduzidos neste trabalho, a carga resultante passa por um valor máximo e, portanto, a fluência ocorre na condição de temperatura constante, porém de carga variável. Desse modo, verificou-se que a fluência, devido ao aumento de carga até atingir um valor máximo operando nos ensaios de propagação

estável de trinca em altas temperaturas, passou pelos estágios primário, secundário e terciário, uma vez que foram constatados danos por fluência nas temperaturas mais elevadas.

A partir das curvas carga em função do deslocamento obtidas nos ensaios de propagação estável de trinca em altas temperaturas foram feitas algumas análises. A Figura 5.79 ilustra, esquematicamente, com curvas hipotéticas, os formatos da carga em função do deslocamento do ponto de aplicação de carga de ensaios de flexão a três pontos de propagação estável de trinca, para três temperaturas diferentes. As áreas sob essas curvas representam o trabalho total realizado pela máquina para fraturar completamente e/ou deformar os respectivos corpos-de-prova.

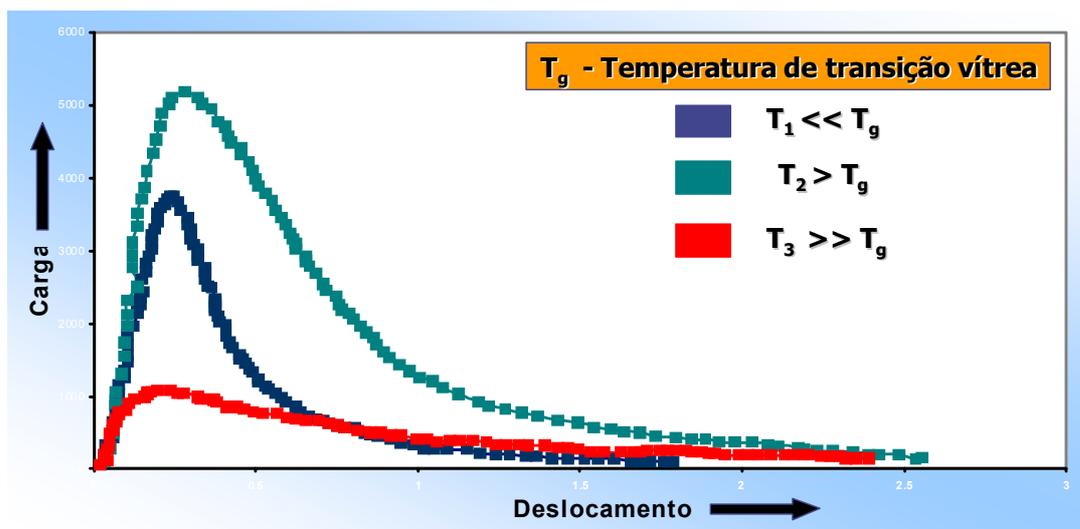


Figura 5.79 Esquema das curvas carga em função do deslocamento do ensaio de propagação estável de trinca afetadas pela temperatura. T_g simboliza a temperatura de transição vítrea de uma fase vítrea.

Quando o material contém fase vítrea, a medida de γ_{WoF} em temperaturas acima da transição vítrea, T_g , torna-se dependente da viscosidade desta fase. Em materiais refratários, este comportamento se manifestará de acordo com a razão fase vítrea-partículas na matriz e dependerá da quantidade e da forma dos agregados, além da distância entre eles, como observado nos ensaios de

refratariedade-sob-carga dos compósitos completos (C0, C10 e C20) e de suas respectivas matrizes (M0, M10 e M20), na seção 5.1.2.1.

No entanto, como consequência, é razoável supor que quando a viscosidade é ainda suficientemente alta (temperatura ligeiramente acima de T_g) ocorreria um aumento da resistência à propagação da trinca, através do trabalho adicional para estirar pontes de fase vítrea entre as duas superfícies da trinca (ver Figura 5.75). Este comportamento também pode ser ilustrado pela Figura 5.80. Notar pelas fotos (a) e (c) dessa figura, como predominou o processo de fluência nesse teste de propagação de trinca, sendo muito claro o “dobramento” do corpo-de-prova e a geração de defeitos de fluência. Notar, também, a ação de pontes, nessa ampliação, formada por grandes partículas e/ou por pedaços do material.

Sendo assim, a formação e atuação das pontes de fase vítrea no rastro da trinca estão inseridas no termo γ_R da equação 2.1. Paralelamente, o fluxo viscoso, em um volume à frente da trinca pode também dissipar energia e contribuir para o aumento de γ_p (equação 2.1). Com isso, há um aumento no valor de γ_{WOF} e/ou no trabalho necessário para fraturar o corpo na faixa de temperatura em que ocorre uma transição de comportamento frágil para dúctil (ver Figura 5.67 e Figura 5.74).

Por outro lado, em temperaturas bem acima da transição vítrea, ainda conforme a Figura 5.79, a carga atinge valores menores, devido aos danos causados pela fluência, ao consequente enfraquecimento da microestrutura e à diminuição da rigidez do material. Assim, o tempo de ensaio, neste caso, pode se estender devido à grande deformação plástica sem que, necessariamente, o material se fracture completamente, como ilustrado na Figura 5.80 e constatado nas Figura 5.64 a Figura **5.66**, Figura **5.71** e Figura **5.76**.

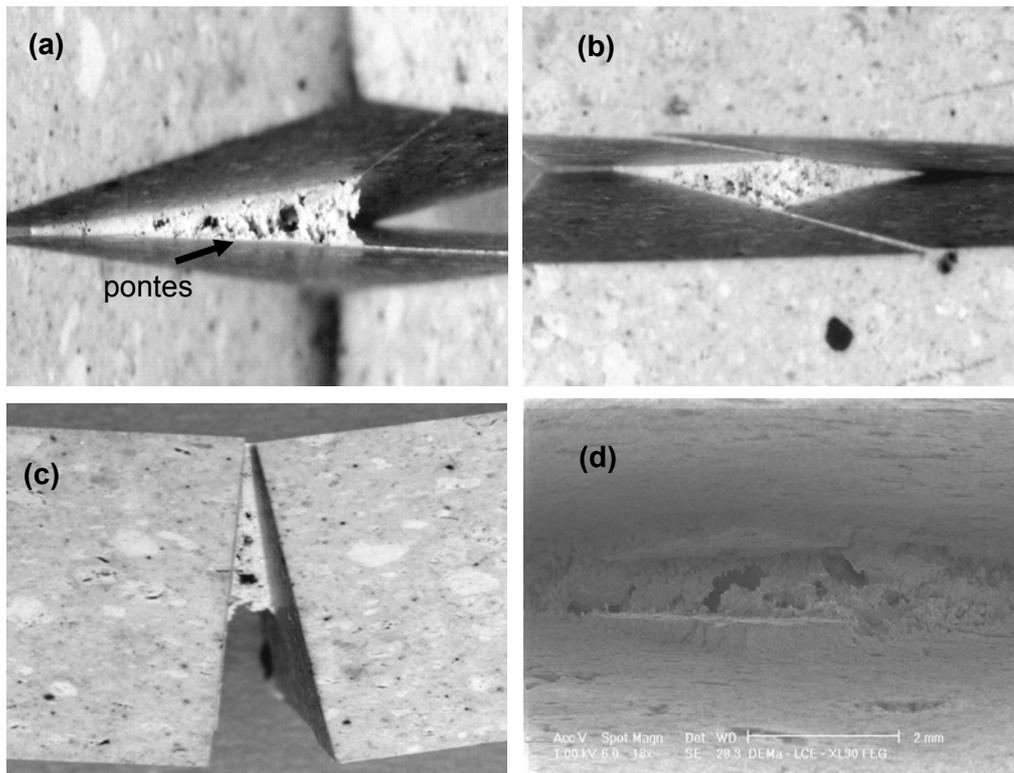


Figura 5.80 (a) Fotografia de um corpo-de-prova do refratário sílico-aluminoso mostrando o entalhe Chevron após o ensaio de energia de fratura a 1000 °C. (b) Vista frontal da ponta do entalhe. (c) Vista lateral do entalhe. (d) Micrografia de um detalhe da ponta do entalhe do mesmo corpo.

Analisando-se modelos de elementos finitos de um corpo-de-prova, com seção quadrada de 25 mm, com entalhe Chevron, sob carregamento estático, submetido a uma carga de 150 N (carga máxima atingida pelos corpos-de-prova nos ensaios de energia de fratura), verificam-se as mudanças de distribuição de tensão em torno do entalhe, em vários estágios da propagação de uma trinca, como ilustra a Figura 5.81. É oportuno lembrar que não foi considerada, nos modelos, a relaxação de tensão em decorrência da fluência.

A Figura 5.81 mostra que a maior concentração de tensão está na ponta do entalhe no início da propagação. Ilustra, também, que à medida que a trinca avança, o efeito combinado de diminuição da área ligada e o alargamento da frente da trinca modifica a distribuição e os valores de tensão em torno do entalhe.

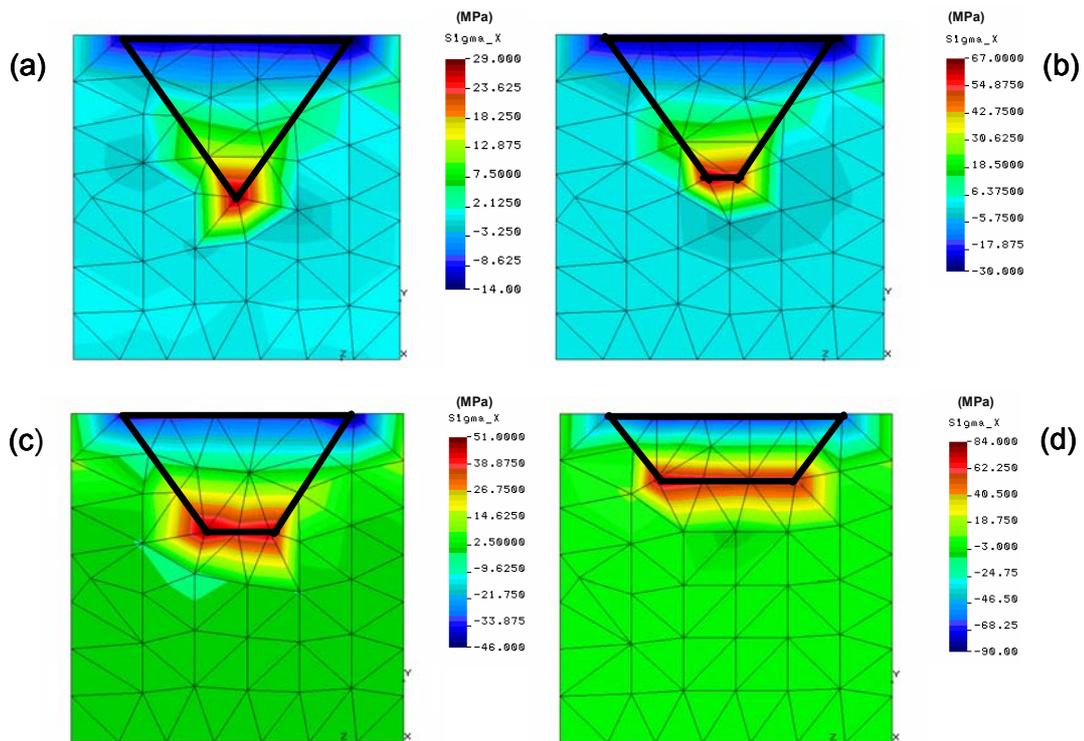


Figura 5.81 Modelos de elementos finitos de corpos-de-prova, com entalhe Chevron, submetidos a uma carga de 150 N, simulando diferentes estgios de propagao de uma trinca (entalhe Chevron) seguindo a seqncia de (a) para (d). Mostra-se a seco do corpo que passa ao longo do entalhe Chevron.

Embora estes modelos de elementos finitos no levem em conta a relaxao de tenso devido  fluncia, indicam que nas regies em torno do entalhe os mecanismos de fluncia so acelerados devido  concentrao de tenso, nos ensaios de energia de fratura em altas temperaturas, principalmente, nos casos de materiais refratrios com fase vtreas, bem acima da sua T_g , e/ou com um lquido de reao euttica, que por sua vez contribuem para o aumento expressivo dos valores da taxa mdia de energia de fluncia, Ω_m , e da taxa de fluncia mdia, $\dot{\epsilon}_m$. Neste caso, h um aumento no valor do termo γ_{ir} e uma diminuio, no valor dos termos γ_R e γ_p na equao 2.1.

Os termos γ_p e γ_R , da equao 2.1, esto associados ao valor do fator de intensidade de tenso, K_I na ponta da trinca, que suficientemente alto, pode promover a propagao dessa trinca. Quando o fator de intensidade de tenso, K_I , est no limite do valor necessrio para se promover a extenso da trinca,

ela se propaga, mas a sua propagação é retardada pelo arredondamento da ponta, promovido pela fase vítrea. Finalmente, quando o valor do fator de intensidade de tensão está abaixo do valor crítico, a propagação da trinca não ocorrerá, por causa da relaxação da tensão promovida pela fluência (rever a Figura 2.24).

Dentro desta perspectiva, o termo γ_{ir} , em altas temperaturas, está associado à fluência e baseando-se no conceito de taxa de energia de fluência na ponta da trinca, pode ser proposta a seguinte expressão:

$$\gamma_{ir} = \frac{1}{2A} \int_0^t \Omega_m dt \quad (5.4)$$

onde t é a duração do ensaio de energia de fratura e A é a área projetada da superfície de fratura e Ω_m é a taxa média de energia de fluência.

Este trabalho mostrou que estudos sistemáticos da transição frágil-dúctil, através da medida da energia de fratura em altas temperaturas, podem ajudar, sobretudo, no projeto de concretos refratários levando-se em consideração uma distribuição granulométrica constituída de partículas grossas e finas, que possibilite a formação de uma microestrutura com poros e barreiras que dificultem a propagação de trincas. Além disso, com estes estudos pode-se projetar uma microestrutura com a presença de uma fase vítrea (quando esta é inevitável) de alta viscosidade que alivie as tensões térmicas internas e proporcione o aparecimento de pontes a altas temperaturas para reduzir o dano por choque térmico.

5.7 Parâmetros R''' e R_{st}

Combinando-se os estudos, aqui apresentados, principalmente aqueles dos ensaios de fluência e de energia de fratura, pode-se compreender os

efeitos da transição frágil-dúctil, aliados aos da porosidade e como esses efeitos interferem no desempenho termomecânico dos refratários cerâmicos em altas temperaturas.

Devido a estes efeitos os ensaios de energia de fratura indicam que quando a fluência já está operando nas estruturas refratárias, devido à alta tensão ou temperatura, os parâmetros de resistência ao dano por choque térmico podem ser diferentes daqueles observados sem a existência dos mecanismos de fluência.

Os parâmetros de resistência ao dano por choque térmico, R''' e R_{st} , foram calculados baseando-se, respectivamente, nas equações 2.7 e 2.8.

5.7.1 Compósitos alumina-vidro: Parâmetros R''' e R_{st}

As Figura 5.82 e Figura 5.83 mostram o quanto os parâmetros de resistência ao dano por choque térmico foram afetados pela temperatura. A Tabela 5.13 mostra os valores dos parâmetros e adicionalmente os valores do coeficiente de dilatação térmica linear necessário para se completar esse cálculo. Os compósitos alumina-vidro mostram que a fluência interfere sobremaneira nos parâmetros de resistência ao dano por choque térmico.

O gráfico do parâmetro R_{st} (Figura 5.82) mostrou que os compósitos C10 e C20 sofreram uma significativa modificação de comportamento termomecânico, como discutido nas seções anteriores, devido à presença de fase vítrea e de microconstituintes eutéticos. Comportamento semelhante destes compósitos pode ser observado pelo parâmetro R''' (Figura 5.83).

É interessante mencionar que o parâmetro R_{st} mostra que o compósito C20 apresenta um desempenho ao dano por choque térmico, a 1200 °C, pior do que em temperatura ambiente. Esse fato reforça a importância de realização de ensaios em materiais cerâmicos em condições reais de utilização.

Destaca-se, ainda, que os valores dos parâmetros R_{st} e R''' do material C0 são maiores, em relação aos compósitos C10 e C20, por este material apresentar menores valores de módulo de ruptura e de módulo de Young.

Embora não analisados neste trabalho, cabe ressaltar que, os resultados referentes aos parâmetros R_{st} e R''' apontam que o choque térmico de variações térmicas de mesmos intervalos de temperatura e de tempo, porém realizados em faixas de temperatura diferentes podem levar a comportamentos termomecânicos diferentes. Por exemplo, um corpo sujeito a choque térmico no intervalo de 1200 °C a 1000 °C pode ter um comportamento termomecânico distinto de quando sujeito a um choque térmico no intervalo de 1000 °C a 800 °C.

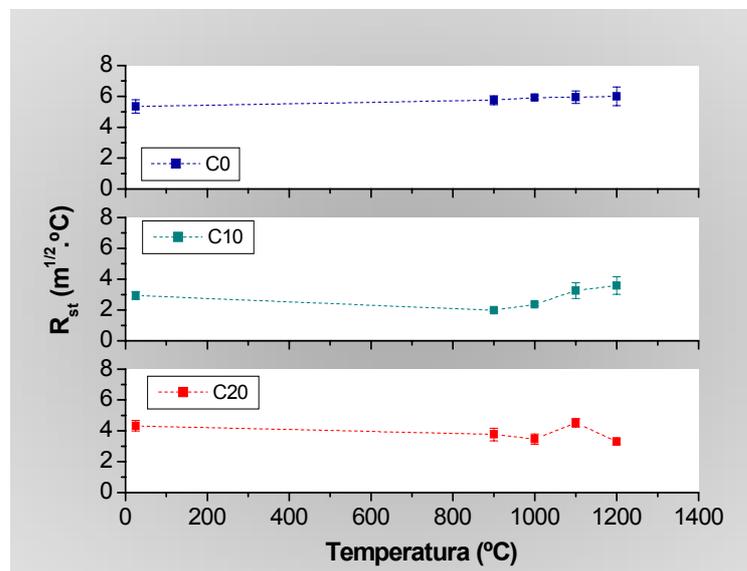


Figura 5.82 Parâmetro de estabilidade da trinca, R_{st} , dos compósitos alumina-vidro, em função da temperatura.

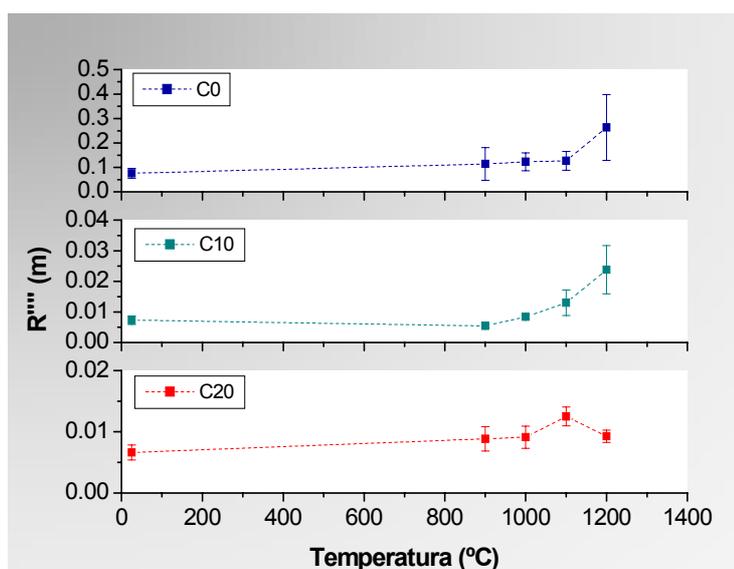


Figura 5.83 Parâmetro de resistência ao dano por choque térmico, R''' , dos compósitos alumina-vidro, em função da temperatura.

Tabela 5.13 Valores dos parâmetros de resistência ao dano por choque térmico e do coeficiente de dilatação térmica linear dos compósitos alumina-vidro.

Temperatura (°C)	Referência		Compósitos			
	C0		C10		C20	
	R''' ($\times 10^{-2}$ m)	R_{st} ($m^{1/2} \text{ } ^\circ\text{C}$)	R''' ($\times 10^{-2}$ m)	R_{st} ($m^{1/2} \text{ } ^\circ\text{C}$)	R''' ($\times 10^{-2}$ m)	R_{st} ($m^{1/2} \text{ } ^\circ\text{C}$)
25	7±2	5,3±0,4	0,7±0,1	2,9±0,2	0,7±0,1	4,3±0,3
900	10±7	5,8±0,3	0,5±0,1	2,0±0,1	0,9±0,1	3,8±0,4
1000	12±4	5,9±0,1	0,8±0,1	2,4±0,1	0,9±0,1	3,5±0,3
1100	12±4	6,0±0,4	1,3±0,4	3,2±0,5	1,2±0,1	4,5±0,3
1200	30±10	6,0±0,6	2,3±0,1	3,6±0,6	0,9±0,2	3,3±0,2
α ($\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)	8±1		9,0±0,6		8±1	
300-1200 °C						

5.7.2 Refratário aluminoso: Parâmetros R''' e R_{st}

As Figura 5.85 e Figura 5.84 mostram o quanto os parâmetros de resistência ao dano por choque térmico foram afetados pela temperatura. A Tabela 5.14 mostra os valores dos parâmetros e do coeficiente de dilatação térmica linear, respectivamente.

Considerando-se as barras de erro na Figura 5.84, R_{st} passa por um máximo, mesmo que pequeno, na faixa de 500 °C a 700 °C. Tanto em temperatura ambiente como na faixa dos 900 °C a 1100 °C, R_{st} apresenta valores aproximados. Por outro lado, R''' mostra uma tendência nítida de aumento com a temperatura (Figura 5.85). Por esse parâmetro, o material aqui estudado é mais resistente ao dano por choque térmico na faixa de altas temperaturas do que nas de baixas. Isso significaria, por exemplo, que num choque térmico de resfriamento a partir de 1100 °C, os maiores danos seriam causados quando a temperatura estaria passando pela sua faixa mais baixa. Outro aspecto interessante é que um choque térmico de mesma variação de temperatura e no mesmo intervalo de tempo, em torno de 1100 °C causaria menos danos do que em torno de 800 °C, por exemplo.

Os dois comportamentos descritos no parágrafo anterior devem-se ao fato de que: (1) R_{st} é proporcional à raiz quadrada do quociente γ_{Wof}/E e como ambos aumentam com a temperatura, ocorre uma compensação e R_{st} se torna pouco dependente da temperatura; (2) R''' é proporcional ao produto $\gamma_{Wof} \cdot E$ e essas duas propriedades tiveram os seus valores crescentes até 1100 °C.

O comportamento dos parâmetros de resistência ao dano por choque térmico em função da temperatura sugere que se deve levar em conta as condições operacionais de trabalho do refratário. Adicionalmente, os resultados apresentados, em relação ao refratário aluminoso, indicam que do ponto vista de custo de controle e de caracterização de materiais, os ensaios poderiam ser conduzidos apenas em temperatura ambiente, pois uma vez determinado o valor de R''' , esse parâmetro apresentará melhor desempenho com o aumento da temperatura. A caracterização em altas temperaturas se tornaria obrigatória

se o comportamento de R''' fosse o contrário. Essa conclusão corrobora aquela encontrada por Rodrigues e colaboradores [23].

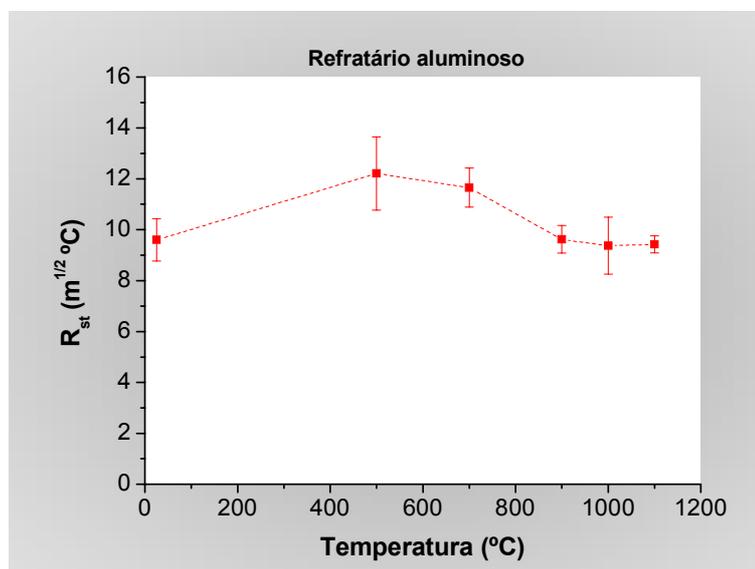


Figura 5.84 Parâmetro de estabilidade da trinca, R_{st} , do refratário aluminoso em função da temperatura.

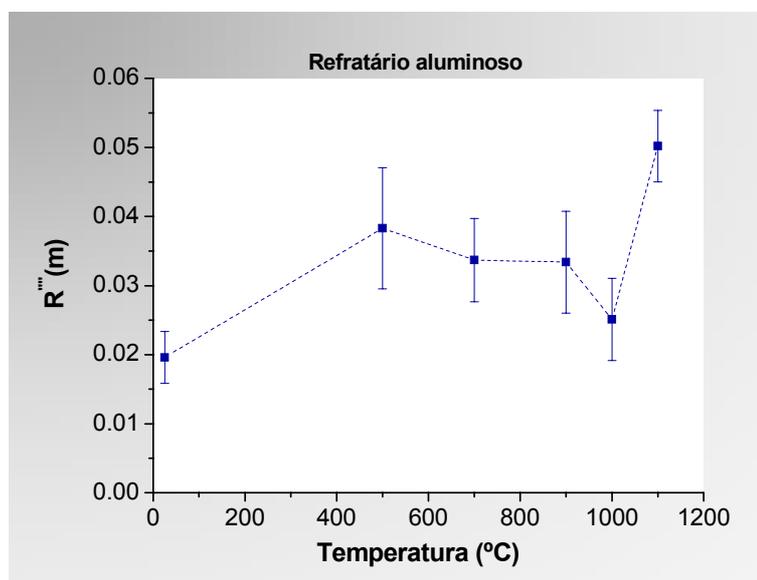


Figura 5.85 Parâmetro de resistência ao dano por choque térmico, R''' , do refratário aluminoso em função da temperatura.

Tabela 5.14 Valores dos parâmetros de resistência ao dano por choque térmico e do coeficiente dilatação térmica linear do refratário aluminoso.

Temperatura (°C)	Refratário aluminoso	
	R'''' ($\times 10^{-2}$ m)	R_{st} ($m^{1/2} \text{ } ^\circ\text{C}$)
25	2,0±0,3	9,6±0,8
500	4,0±0,9	12±1
700	3,0±0,6	11,7±0,8
900	3,0±0,7	9,6±0,5
1000	2,5±0,6	9±1
1100	5,0±0,1	9,4±0,3
α ($\times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)	6,4±0,4	
300-1200 °C		

6 CONCLUSÕES

Os compósitos alumina-vidro permitiram uma averiguação mais criteriosa da influência da presença de fase vítrea e de microconstituente eutético, por consequência, da fluência sobre o desempenho termomecânico, sobretudo, na medida da energia de fratura em altas temperaturas desses materiais.

A medida da energia de fratura em altas temperaturas mostrou-se necessária para se inferir sobre os mecanismos de transição frágil-dúctil e resistência ao dano por choque térmico em temperaturas típicas de trabalho de materiais refratários.

Constatou-se que a energia de fratura em função da temperatura passa por um valor máximo, devido à formação de pontes de fase vítrea no rastro da trinca, ao preenchimento progressivo de poros pela fase vítrea e pelo próprio fluxo viscoso. Todos esses processos dificultam a propagação de trinca e consomem parte significativa do trabalho realizado pela máquina. Por outro lado, notou-se que devido ao surgimento de líquido eutético e/ou ao excessivo amolecimento (baixa viscosidade) da fase vítrea a fluência contribui para o enfraquecimento da microestrutura dos materiais aqui analisados.

A forte queda nos valores da energia de fratura em altas temperaturas dos compósitos alumina-vidro e dos refratários aqui estudados, após o seu máximo, revela os efeitos combinados do enfraquecimento da microestrutura devido à fluência e à alta porosidade.

Os resultados experimentais obtidos neste trabalho demonstraram que aos mecanismos de fluência exerce profunda influência, tanto na medida da energia de fratura em altas temperaturas como nos parâmetros de resistência ao dano por choque térmico em função da temperatura. Além do que,

confirmam que a resistência ao dano por choque térmico depende de efeitos combinados da microestrutura e das propriedades termomecânicas.

A taxa média de energia de fluência e a taxa de fluência média mostraram-se adequadas para, semi-quantitativamente, avaliar a intensidade da fluência sob carregamento em compressão e em flexão a três pontos. No entanto, estudos sistemáticos devem ser realizados para consolidar o conceito e a medida dessas grandezas, além de relacioná-las analiticamente com a medida da energia de fratura em temperaturas elevadas.

7 SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

Os resultados alcançados neste trabalho, relacionados com a análise da influência da fluência sobre o comportamento termomecânico de cerâmicas refratárias, enfatizando a medida da energia de fratura em altas temperaturas, possibilitaram a ampliação da visão sobre vários aspectos que devem ser considerados sobre a caracterização de propriedades mecânicas desses materiais em condições operacionais de trabalho.

Entretanto, por ser tratar de um assunto complexo, muitos estudos devem ainda ser realizados para consolidar e complementar o conhecimento nesta área. Com isso, algumas propostas para futuros trabalhos são sugeridas a seguir.

O desenvolvimento da matriz de um concreto refratário, com diversos teores de vidro que não se cristalice facilmente e não reaja com outras matérias-primas pode ser utilizada para a realização dos seguintes trabalhos:

- a) analisar a medida da energia de fratura em altas temperaturas empregando o métodos dos elementos finitos;
- b) medir o fator de intensidade de tensão crítico em função da temperatura por meio de medidas de K_{Ic} , de J_{Ic} e do trabalho essencial de fratura e estabelecer uma relação deste fator com a energia de fratura em altas temperaturas;
- c) estudar os modelos analíticos para a avaliação de fluência sob flexão a três pontos em refratários, com a finalidade de dissociar os modos básicos de carregamento de compressão e de tração;
- d) aprimorar o conceito e as medidas da taxa média de energia de fluência;
- e) estudar e aplicar o método da cunha para o estudo de propagação estável da trinca com o objetivo de medir a energia de fratura em altas

temperaturas, visto que este método é utilizado corpo-de-prova com dimensões mais representativas em relação ao usado nos ensaios de flexão a três pontos. Além disso, mostra-se adequado para se realizar ensaios mais rápidos e com maior capacidade de estabilidade na propagação da trinca.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] BUYUKOZTURK O.; TSENG, T. M. Thermomechanical behavior of refractory concrete linings. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 65, n. 6, p. 301-307, 1982.
- [2] CHIEN, T.; KO, Y. C. High temperature fracture energy and thermal stress resistance parameters of bauxite brick. **Ceram. Bull.**, v. 64, n. 7, p. 1017-1020, 1985.
- [3] CHOU, C. C. et. al. Fracture energy and thermal stress resistance parameter of high alumina brick. **Ceram. Bull.**, v. 65, n. 7, p. 1042-1046, 1986.
- [4] SAKAI, M.; ICHIKAWA, H. Work of fracture of brittle materials with microcracking and crack bridging. **Int. J. Fracture**, v. 55, p. 65-79, 1992.
- [5] SAKAI, M. Fracture mechanics of refractory materials. **Taikabutsu**, v. 39, n. 11, p. 604-612, 1987.
- [6] BARINOV, S. M.; SAKAI, M. The work of fracture of brittle materials: Principle, determination and applications. **J. Mat. Res.**, v. 9, n. 6, p. 1412-1425, 1994.
- [7] SAKAI, M.; BRADT, R. C. Fracture toughness testing of brittle materials. **Int. Mat. Reviews**, v. 38, n. 2, p. 53-78, 1993.
- [8] LAWN, B. **Fracture of brittle solids**. Cambridge: University Press, 1995, 372 p.
- [9] NAKAYAMA, J. Direct measurement of fracture energies of brittle heterogeneous materials. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 48, n. 11, p. 583-587, 1965.
- [10] TATTERSALL, H. G.; TAPPIN, G. The work of fracture and its measurement in metals, ceramics and other materials. **J. Mat. Sci.**, v. 1, p. 296-301, 1966.
- [11] NAKAYAMA, J.; ABE, H.; BRADT, R. C. Crack stability in work of fracture test: refractory applications. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 64, n. 11, p. 671-675, 1981.

- [12] BARINOV, S.M. Work of fracture determination for brittle materials. **J. Mat. Sci. Letters**, v. 12, p. 674-676, 1993.
- [13] HARMUTH, H.; TSCHEGG, E. K. A fracture mechanics approach for the development of refractory materials with reduced brittleness. **Fatigue Fract. Eng. Mat. Sctructure**, v. 20, n. 11, p. 1585-1603, 1997.
- [14] ALAPIN, B.; OLLIG, M.; PÖTSCHKE, J. Thermomechanical properties of selected refractory materials up to 1500 °C. In: INTERNATIONAL COLLOQUIUM ON REFRACTORIES: REFRACTORIES FOR METALLURGY, 46th, 2003, Aachen, Germany, **Proceedings...Düsseldorf**: Verlag Stahleisen GmbH, 2003, p. 107 a 112.
- [15] ROUXEL, T.; WAKAI, F. The brittle to ductile transition in a Si₃N₄/SiC composite with a glassy grain boundary phase. **Acta Metall. Mat.**, v. 41, n. 11, p. 3203-3213, 1993.
- [16] ROUXEL, T.; SANGLEBOEUF, J.C. The brittle to ductile transition in soda-lime-silica glass. **J. Non-crystalline Solids**, v. 271, p. 224-235, 2000.
- [17] CAMPBELL, G. H.; DALGLEISH, B. J.; EVANS, A. G. Brittle-to-ductile transition in silicon carbide. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 72, n. 8, p.1402-1408, 1989.
- [18] WIEDERHORN, S. M. et. al. Creep and fracture of a vitreous bonded aluminium oxide. **J. Mat. Sci.**, v. 21, p. 810-824, 1986.
- [19] DONALDSON, K.; VENKASTESWARAN, A.; HASSELMAN, D. P. H. Observation on the crack enhanced creep fracture of a polycrystalline alumina with a glassy grain boundary phase. **J. Mat. Sci.**, v. 27, p. 4501-4510, 1992.
- [20] AINSWORTH, J. H.; HERRON, R. H. High temperature fracture energy of refractories. **Ceram. Bull.**, v. 55, n. 7, p. 655-664, 1976.
- [21] SKROVANEK, P.; HERRON, R. H. High temperature properties of blast furnace castables. **Ceram. Bull.**, v. 57, n. 7, p. 690-691, 1978.
- [22] HASSELMAN, D. P. H. Unified theory of thermal shock fracture initiation and crack propagation in brittle ceramics. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 52, n. 11, p. 600-604, 1969.

- [23] RODRIGUES, J. A.; PANDOLFELLI, V. C.; RIGAUD, M. Elevated temperature thermal shock parameters for refractories. **Interceram**, v. 51, n. 5, p. 322-326, 2002.
- [24] RODRIGUES, J. A.; PANDOLFELLI, V. C. Thermal Treatment Temperature and its influence on the thermal shock parameters of refractory castables. **Interceram**, v. 51, n. 3, p. 186-189, 2002.
- [25] HASSELMAN, D. P. H. Elastic energy at fracture and surface energy as design criteria for thermal shock. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 46, n. 11, p. 535-540, 1963.
- [26] HASSELMAN, D. P. H. Approximate theory of thermal stress resistance of brittle ceramics involving creep. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 50, n. 9, p. 454-457, 1967.
- [27] SOBOYEJO W.O. et. al. Investigation of thermal shock in high-temperature refractory ceramic: a fracture mechanics approach. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 84, n 6, p. 1309-1314, 2001.
- [28] EVANS, R. W.; WILSHIRE, B. **Introduction to creep**. London: The Institute of Materials, 1993, 115 p.
- [29] CANNON, W. R.; LANGDON, T. G. Review: Creep of ceramics – Part 1 Mechanical characteristics. **J. Mat. Sci.**, v. 18, p. 1-50, 1983.
- [30] CANNON, W. R.; LANGDON, T. G. Review: Creep of ceramics – Part 2 an examination of flow mechanics. **J. Mat. Sci.**, v. 23, p. 1-20, 1988.
- [31] HYNES, A.; DOREMUS, R. Theories of creep in ceramics. **Critical Reviews Solids Mat. Sci.**, v. 21, n. 2, p. 129-187, 1996.
- [32] HOLLENBERG, G. W.; TERWILLIGER, G. R.; GORDON, R. S. Calculation of stresses and strains in four-point bending creep tests. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 54, n. 4, p. 196-199, 1971.
- [33] BAUDIN, C.; FERNANDEZ, E. Creep damage in different $3Al_2O_3-2SiO_2$ mullites tested in 4-point testing. **J. Eur. Ceram. Soc.**, v. 21, p. 2243-2251, 2001.
- [34] PONRAJ, R.; IYER, S. R. A simple four-point bend creep testing apparatus for brittle ceramics materials. **J. Mat. Sci. Letters**, v. 11, p. 1000-1003, 1992.

- [35] FETT, T. Measurement of nonsymmetric creep in Al_2O_3 with a glass phase. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 71 n. 6, p. 1691-1693, 1992.
- [36] FETT, T. et. al. Creep parameters of alumina containing a glass phase determined in bending creep tests. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 71, n. 12, p. 1046-1049, 1988.
- [37] ROSENFELD, A. R.; DUCKWORTH, W.H.; SHETTY, D. K. Damage analysis of creep in bending. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 68, n. 9, p. 483-485, 1985.
- [38] FETT, T.; KELLER, K.; MUNZ, D. An analysis of the creep of the hot pressed silicon nitride in bending. **J. Mat. Sci.**, v. 23, p. 467-474, 1988.
- [39] JAKUS, K.; WIEDERHORN, S. M. Creep deformation of ceramics in four-point bending. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 71, n. 10, p. 832-836, 1988.
- [40] QUINN, G. D.; MORRELL, R. Design Data for engineering ceramics: a review of the flexure test. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 74, n 9, p. 2037-2065, 1991.
- [41] HERRING, C. Diffusional viscosity of a polycrystalline solid. **J. Appl. Phys.**, v. 21, n. 5, p. 437-445, 1950.
- [42] COBLE, R. L. A model of boundary diffusion controlled creep in polycrystalline materials. **J. Appl. Phys.**, v. 34, n. 6, p. 1679-1682, 1963.
- [43] RAJ, R.; CHYUNG, C. K. Solution-precipitation creep in glass ceramics. **Acta Metall.**, v. 29, p. 159-166, 1981.
- [44] DRYDEN, J. R. et. al. Creep deformation due to a viscous grain boundary phase. **Acta Metall.**, v. 37, n. 7, p. 2007-2015, 1989.
- [45] EVANS, A. G.; LANGDON, T. G. Structural ceramics. **Prog. Mat. Sci.**, v. 21, n.3-4, p. 350-425, 1976.
- [46] BRAY, D. J.; SMYTH, J. R.; MCGEE, T. D. Thermal/Strain history effects on creep of refractory concrete. **J. Am. Ceram. Soc.**, v.65, n. 6, p. 275-280, 1982.
- [47] BRAY, D. J. et. al. Effect of cement content on the creep of 90% Al_2O_3 refractory concrete. **Ceram. Bull.**, v. 63, n. 2, p. 287-289, 1984.
- [48] JOKANOVIC, V.; DJORKOVIC, G.; CURCIC, R. Creep and microstructure in refractory materials. **Ceram. Bull.**, v. 77, n. 7, p. 61-65, 1998.

- [49] WOLF, C. et. al. Effect of mullite-zirconia addition on the creep behaviour of high alumina refractories. **J. Eur. Ceram. Soc.**, v. 15, p. 913-920, 1995.
- [50] LANDGON, T. G. Dependence of creep rate on porosity. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 55, n. 12, p. 630-631, 1972.
- [51] STROTHMANN, M. et. al. High temperature performance of cement-free and low cement alumina castables. In: UNITECR'95, 1995, Kyoto, Japan, **Proceedings...Kyoto: The American Ceramics Society, 1995, v. 2, p. 373-380.**
- [52] RENDTEL, A. et. al. Interpretation of the creep behavior of low-cement refractory castable based on the properties of the interaggregate glassy phase. In: UNITECR'97, 1997, New Orleans, USA, **Proceedings...News Orleans: The American Ceramics Society, 1997, p. 71-80.**
- [53] HART, E. W. A phenomenological theory for plastic deformation of polycrystalline metals. **Acta Metall.**, v. 18, n. 6, p. 599-610, 1970.
- [54] CHAN, K. S.; PAGE, R. A. Creep damage development in structural ceramics. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 76, n. 4, p. 803-826, 1993.
- [55] ANDERSON, T. L. Fracture mechanics – fundamentals and applications. Florida: CRC Press, Florida, 1995, 688 p.
- [56] EVANS, A. G.; RANA, A. High temperature failure mechanisms in ceramic. **Acta Metall.**, v. 28, p. 129-141, 1980.
- [57] EVANS, A. G. Deformation and failure caused by grain boundary sliding and brittle cracking. **Acta. Metall.**, v. 28 p. 1155-1163, 1980.
- [58] HASSELMAN, D. P. H.; VENKATESWARAN, A. Role of cracks in the creep deformation of brittle polycrystalline ceramics. **J. Mat. Sci.**, v. 18, p. 161-172, 1983.
- [59] PAGE, R. A.; CHAN, K. S.; DAVIDSON, D. L.; LANKFORD, J. Micromechanics of creep crack grow in a glass ceramic. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 73, n. 10, p. 2977-2986, 1990.
- [60] PHARR, G. M.; ASHBY, M. F. On creep enhanced by a liquid phase. **Acta Metall.**, v. 31, p. 129-138, 1983.

- [61] DEY, N.; HSIA, K. J.; SOCIE, D. F. The effects of grain size distribution on cavity nucleation and creep deformation in ceramics containing viscous grain boundary phase. **Acta Mat.**, v. 10, p. 4117-4129, 1997.
- [62] PILEGGI, R. G. et. al. Desenvolvimento e aplicação de um software que automatiza o processo de combinação de matérias-primas na obtenção de produtos cerâmicos. **Cerâmica**, v. 44, n. 289, p. 189-195, 1998.
- [63] PILEGGI, R. G. **Ferramentas para o estudo e desenvolvimento de concretos refratários**, 2001, 187p. Tese (Doutorado em ciência e engenharia de materiais) - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2002.
- [64] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. C 583-8: standard test method modulus of rupture of refractory materials at elevated temperatures, Philadelphia, 1991, v.15, pt. 1, p. 147-149.
- [65] 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: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 45º, 2001, Florianópolis, S.C., Brasil, **Anais...** Florianópolis: Associação Brasileira de Cerâmica, 01 CD-ROM, 2001.
- [66] FREITAS NETO, J. A. F. et. al. **Cadernos de estruturas**: introdução ao método dos elementos finitos, 3º ed., Curitiba, Universidade Federal do Paraná, Setor de Tecnologia, Departamento de Construção Civil, 1979, v. 5, 141 p..
- [67] Structural Research & Analysis Corporation - S.R.A.C., **COSMOS 2.0**: manual eletrônico. Los Angeles, 1998. 1 CD-ROM.
- [68] CHIANG, Y. M.; BIRNIE III, D. P.; KINGERY, W. D. **Physical ceramics: principles for ceramic science and engineering**, New York, John Willey & Sons, 1997, 522 p..
- [69] **PHASE Diagrams for Ceramists**. Columbus, Ohio, The American Ceramic Society, 1975, 601 p..

- [70] RODRIGUES, J. A.; KLYUEV, V. P.; PANDOLFELLI, V. C. Comportamento da viscosidade de um compósito vidro-partícula de alumina. **Cerâmica**, v. 49, n. 310, p. 82-86, 2003.
- [71] PAULSEN, O.; STEINMO, M.; SELTVEIT, A. Mechanical degradation of refractories due to thermal cycling measured at high temperatures. In: UNITECR'91, 1991, Aachen, Germany, **Proceeding**...Düsseldorf: Verlag Stahleisen GmbH, 1991, p. 577-582.
- [72] RAMAMURTY, U. Retardation of fatigue crack growth in ceramics by glassy ligament: a rationalization. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 79, n. 4 p. 945-952, 1996.

APÊNDICE - A

ASPECTOS GERAIS SOBRE O EQUIPAMENTO DE MÓDULO DE RUPTURA A QUENTE, HBST 422, PARA A MEDIDA DA ENERGIA DE FRATURA E DE FLUÊNCIA SOB FLEXÃO A TRÊS PONTOS

A vantagem de se utilizar o equipamento de módulo de ruptura a quente, HBST (High Bending Strength Tester) 422, da Netzsch, para os ensaios de energia de fratura é o arranjo que o torna capaz de medir esta propriedade termomecânica num processo seqüencial, ou seja, não é necessário desligá-lo e esperar o resfriamento do forno para colocar um novo corpo-de-prova para iniciar o próximo ensaio. Além disso, as dimensões do corpo-de-prova utilizado no equipamento são adequadas para materiais refratários.

O equipamento contém uma pista que permite dispor os corpos-de-prova em fila (Figura 0.1). A pista tem a capacidade de acomodar em torno de 25 corpos-de-prova com dimensões de 25 mm x 25 mm x 150 mm. Para isto, os corpos-de-prova são introduzidos pela entrada da pista e empurrados, com duas varas de alta alumina, permitindo que o primeiro corpo da fila atinja o suporte de flexão a três pontos.

Quando o equipamento está operando em altas temperaturas, a zona de pré-aquecimento tem a função de evitar que os corpos-de-prova sofram um choque térmico.

Para evitar que os corpos-de-prova fiquem muito próximos, durante a aplicação de carga, eles são distanciados um em relação ao outro com separadores de alumina. Desse modo, com apenas uma etapa de aquecimento e de resfriamento, pode-se realizar vários ensaios, em seqüência.

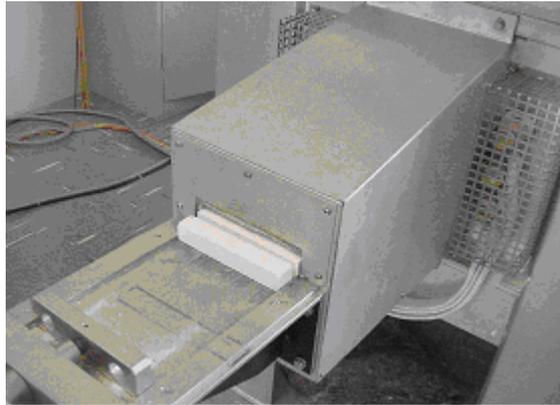


Figura 0.1 Início da pista e a zona de pré-aquecimento para a colocação de corpos-de-prova do equipamento de módulo de ruptura a quente.

Devido às vantagens mencionadas anteriormente, adaptou-se ao equipamento um dispositivo de taxa de deformação constante, desenvolvido pela empresa Netzsch, que permite controlar a velocidade de deslocamento do atuador e aplicar, gradualmente, um carregamento sobre o corpo-de-prova (Figura 0.2), com o objetivo de promover a propagação estável de trinca. O dispositivo consiste de uma rosca sem fim, com um apoio na sua extremidade superior, para sustentar a alavanca principal do equipamento, cuja velocidade de descida e de subida é controlada por um sistema com polias, uma correia dentada e um motor de passo. A velocidade do parafuso é determinada pelo usuário pelo painel do módulo de potência. De acordo com as configurações: escala de medida da alavanca (Figura 0.3) e a velocidade da rosca sem fim escolhidas, obtém-se uma determinada velocidade de deslocamento do atuador.

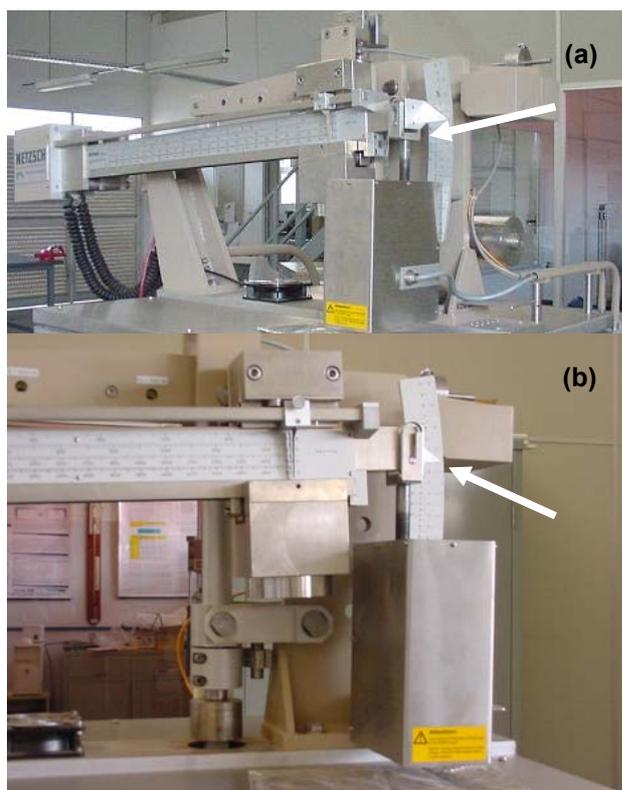


Figura 0.2 Detalhes da alavanca apoiada no dispositivo da taxa de deformação constante do equipamento de módulo de ruptura a quente (a) e (b).

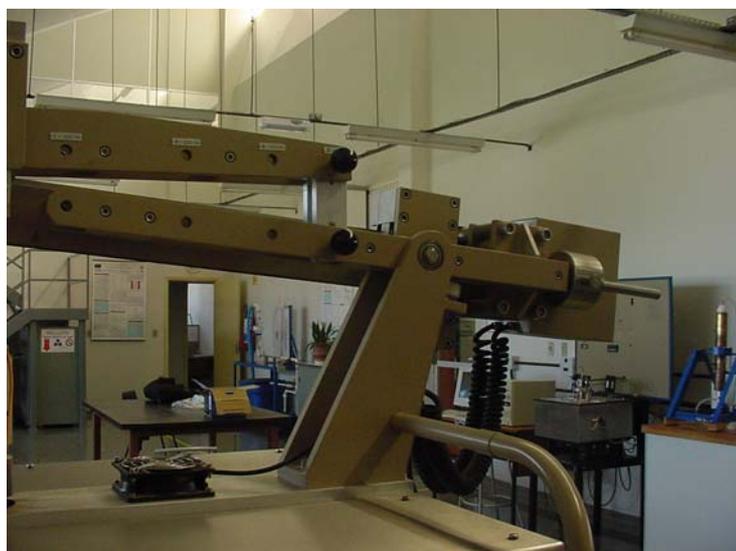


Figura 0.3 Detalhe da vista lateral da dupla-alavanca do equipamento do módulo de ruptura a quente.

No entanto, a velocidade de deslocamento do atuador real dependerá da resposta do material que está sendo ensaiado, ou seja, dependerá da rigidez e da resistência mecânica do material. Por exemplo, no caso de um ensaio de propagação estável de trinca, a velocidade real de deslocamento não se manterá constante ao longo do ensaio, conforme mostra a Figura 0.4. Isto cria certa dificuldade para a comparação de valores de energia de fratura entre materiais com microestruturas muito diferentes.

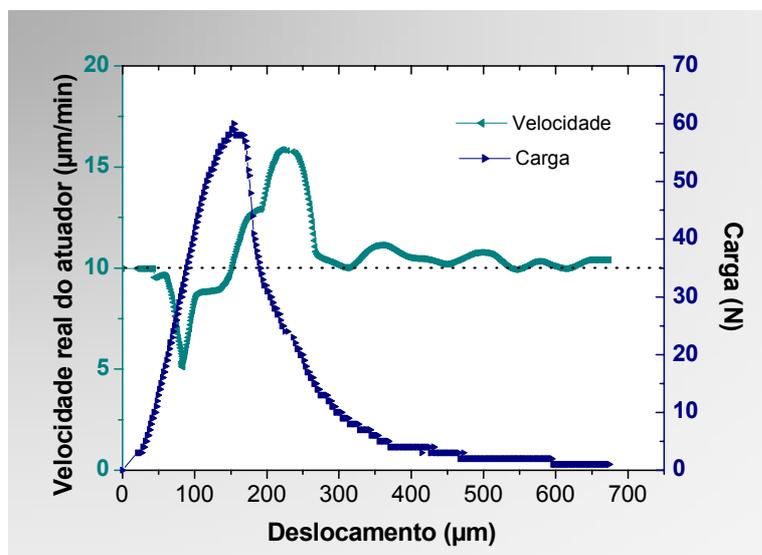


Figura 0.4 Exemplo da variação da velocidade da ponta do atuador durante um ensaio de propagação estável de trinca. A linha pontilhada indica a velocidade programada.

A carga é aplicada com o auxílio do dispositivo de taxa de deformação constante. Inicialmente, a carga total fica apoiada no suporte superior do parafuso do dispositivo. À medida que o parafuso do dispositivo desce, a alavanca principal acompanha a descida e a ponta do atuador começa encostar no corpo-de-prova. Desse modo, gradualmente, a carga é aliviada do apoio do parafuso (Figura 0.2). A carga aplicada sobre o corpo-de-prova é medida pela célula de carga, a qual está acoplada na parte superior do atuador (Figura 0.5).



Figura 0.5 Em destaque a célula de carga, com capacidade de 5000 N, do equipamento do módulo de ruptura a quente, HBST.

O acessório de ensaio consiste de um suporte para o ensaio de flexão a três pontos, com os apoios fixos e um atuador superior. Tanto suporte como o atuador são confeccionados em carbeto de silício. Este suporte encontra-se no fim da pista e montado sobre tijolos isolantes térmicos, com baixa rigidez, que compõem o forno (Figura 0.6). Por consequência, a flexibilidade da máquina será aumentada. No caso de um ensaio de propagação estável de trinca de um corpo-de-prova muito rígido significa que os tijolos isolantes podem comprimidos e acumular uma grande quantidade de energia elástica. Quando a trinca no corpo-de-prova começa a se propagar a carga aplicada sobre o mesmo será aliviada e parte da energia elástica acumulada nos tijolos isolantes se transferirá para o corpo-de-prova, promovendo-se, assim, uma propagação catastrófica de trinca.

No ensaio de propagação estável de trinca, para se medir a flecha do corpo-de-prova o equipamento tem um sistema de medida que consiste num transdutor diferencial variável linear indutivo (LVDT) e uma haste de compensação. O LVDT está fixado na parte superior do atuador e sua ponta está apoiada sobre uma haste de compensação, que por sua vez, está apoiada na base do suporte de flexão a três pontos (Figura 0.6 e Figura 0.7). A haste de compensação permite que seja subtraída da flecha total a deformação dos tijolos isolantes sob o suporte de flexão. (Figura 0.6).

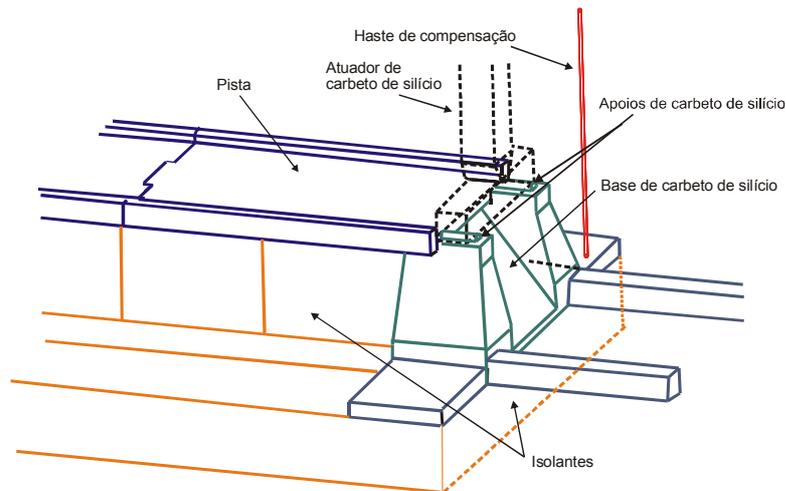


Figura 0.6 Esquema da parte interna e do suporte de flexão a três pontos do equipamento de módulo de ruptura a quente.

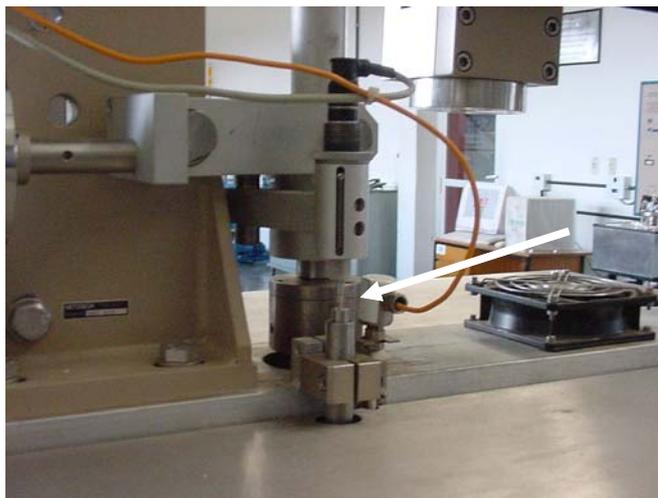


Figura 0.7 Sistema de medida, transdutor diferencial variável linear, LVDT, acoplado ao atuador. A ponta do LVDT está apoiada no topo da haste de compensação do equipamento HBST 422.

Embora o equipamento de módulo de ruptura a quente não esteja totalmente adaptado para a realização de ensaio de propagação estável de trinca, pode-se conseguir uma propagação de trinca suficientemente estável e uma razoável reprodutibilidade das curvas carga em função do deslocamento, para a obtenção da energia de fratura (Figura 0.8). Pode-se comparar estas curvas com aquelas obtidas de ensaios de propagação estável de trinca em

uma máquina universal de ensaios mecânicos, servo-hidráulica, MTS 810, TestStar IIs, com a velocidade do atuador de 5 $\mu\text{m}/\text{min}$ sob controle eletrônico fino. Nota-se uma maior estabilidade das curvas obtidas na MTS (Figura 0.9), quando se analisa o número de pontos e a queda da carga aplicada, após o ponto de carga máxima. Isto se deve, sobretudo, à alta rigidez da máquina e à sua capacidade de manter a velocidade do atuador constante usando um sistema eletrônico de circuito fechado “closed loop”.

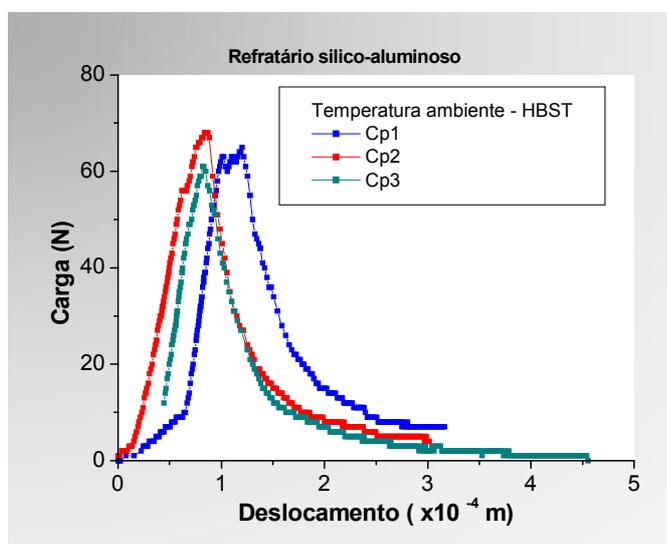


Figura 0.8 Gráfico de curvas carga em função do deslocamento obtidas pela repetição do ensaio de propagação estável de trinca do refratário silico-aluminoso, usando-se o equipamento de módulo de ruptura a quente, HBST 422, da Netzsch, em temperatura ambiente.

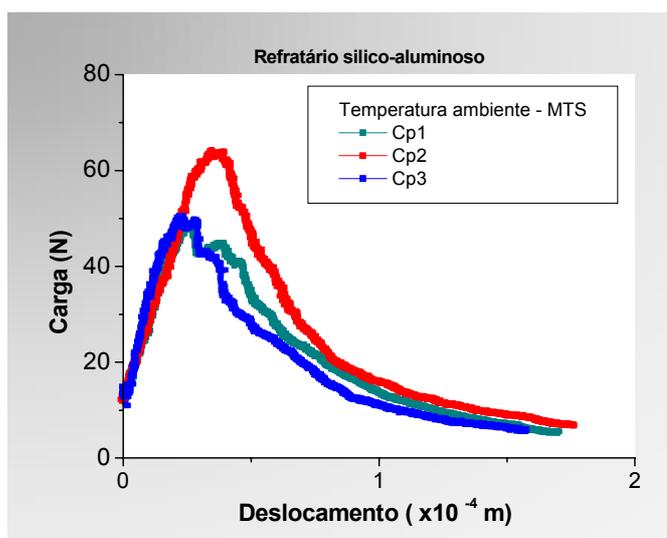


Figura 0.9 Gráfico das curvas carga em função do deslocamento obtidas no ensaio de propagação de trinca do refratário silico-aluminoso, utilizando-se uma máquina universal de ensaios mecânicos, MTS 810, TestStar IIs, em temperatura ambiente.

A Tabela 0.1 mostra os valores da energia de fratura, em temperatura ambiente, do refratário silico-aluminoso, obtidos das curvas carga em função do deslocamento dos ensaios de propagação estável de trinca, realizados nos equipamentos HBST 422 e MTS 810. Nota-se que o valor médio da energia de fratura conseguido pelo HBST 422 é 38% maior do que pela MTS 810. Além disso, observa-se uma dispersão maior com o uso do equipamento HBST 422.

Tabela 0.1 Energia de fratura, em temperatura ambiente, do refratário silico-aluminoso, obtida através dos equipamentos HBST 422 e MTS 810.

Equipamento	Energia de fratura (J/m^2)
HBST 422	29 ± 4
MTS 810	21 ± 1

O equipamento HBST 422 também pode ser utilizado para ensaio de fluência sob flexão a três pontos. O equipamento permite a aplicação de carga e de temperatura constantes. O tempo de ensaio de fluência depende do tempo de funcionamento do dispositivo de taxa de deformação constante, cujo valor máximo é de 7 horas e 40 minutos. Isto porque para coletar os dados

(deformação do corpo-de-prova, tempo e deslocamento do atuador) o dispositivo tem de ser acionado. Para este trabalho, este tempo foi suficiente, visto que o objetivo foi analisar o efeito da fluência sobre a medida de energia de fratura, que por sua vez, em geral, durou menos de 7 horas.

Constatou-se, através de alguns testes, que o tempo de encharque do corpo-de-prova no equipamento HBST 422 é fundamental no ensaio de fluência. Estes testes consistiram em realizar ensaios de fluência sob três pontos, aplicando-se 600 N, numa barra de alumina extrudada, à temperatura ambiente e a 800 °C, sendo que nesta última temperatura o corpo de prova foi submetido aos tempos de encharque de 1h30min e de 20 horas antes de iniciar de fato os ensaios. Com isso, verificou-se que existem acomodações no sistema do equipamento HBST ao longo do tempo (Figura 0.10). Quando se observa o resultado do teste na temperatura ambiente, estas acomodações não são significativas em relação às dos testes a 800 °C. Contudo, focando-se apenas os resultados obtidos a 800 °C, verifica-se que estas acomodações dependem da temperatura e do tempo de encharque.

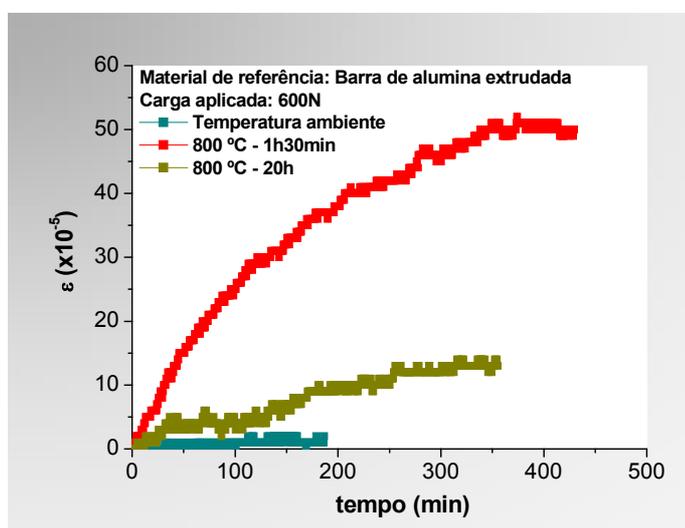


Figura 0.10 Deformação em função do tempo, de uma barra de alumina extrudada, em um ensaio de fluência sob flexão sob três pontos, à temperatura ambiente e 800 °C. A 800 °C o corpo-de-prova foi submetido a um tempo de encharque de 1h30min e de 20 horas.

Para os ensaios de fluência sob flexão a três pontos as acomodações serão consideradas significativas quando o corpo-de-prova sofre uma deformação da mesma ordem de grandeza. Neste caso, considera-se que o corpo-de-prova não sofreu nenhuma deformação observável.

APÊNDICE B

TABELAS DOS VALORES DE FREQUÊNCIAS, FLEXIONAL E TORCIONAL, OBTIDOS NO ENSAIO DE MÓDULOS ELÁSTICOS PELO MÉTODO DE RESSONÂNCIA DE BARRA.

Os valores listados nas tabelas com o símbolo (*) foram estimados baseando-se nas frequências obtidas experimentalmente e nas relações teóricas entre as frequências de mesmo modo de vibração.

Tabela 0.1 Valores das frequências, flexional e torcional, obtidos no ensaio de módulos elásticos pelo método de ressonância de barra do material C0.

Temperatura (°C)	C0					
	1º flex. (Hz)	2º flex. (Hz)	3º flex. (Hz)	1º torc. (Hz)	2º torc. (Hz)	3º torc. (Hz)
25	2570	7100	12780	6775*	13550	19900
100	2600	7220	13490	6745*	13490	19870
200	2580	7180	12680	6695*	13390	19750
300	2590	7140	12610	6655*	13310	19700
400	2600	7170	12620	6670*	13340	19710
500	2650	7190	12670	6680*	13360	19830
600	2670	7260	12770	6760*	13520	20030
700	2690	7340	12910	6830*	13660	20250
800	2720	7420	13100	6910*	13820	20530
900	2790	7540	13360	7045*	14090	20930
1000	2850	7680	13660	7195*	14390	21585*
1100	2880	7830	13580	7370*	14740	22110*
1200	3186*	8190	13700	7695*	15390	23085*

Tabela 0.2 Valores das frequências, flexional e torcional, obtidos no ensaio de módulos elásticos pelo método de ressonância de barra do compósito C10.

Temperatura (°C)	C10					
	1° flex. (Hz)	2° flex. (Hz)	3° flex. (Hz)	1° torc. (Hz)	2° torc. (Hz)	3° torc. (Hz)
25	4270	11210	20420	10210	20420	31310
100	4270	11260	20390	10190	20390	31280
200	4260	11230	20320	10160	20320	31160
300	4250	11210	20280	10140	20280	31090
400	4260	11210	20270	10130	20270	31070
500	4260	11210	20260	10130	20260	31050
600	4260	11340	22640	11210	22640	33860
700	4280	11370	22680	11260	22680	33930
800	4350	11520	22890	11410	22890	34280
900	4430	11690	23160	11600	23160	34760
1000	4450	11670	21093*	11670	23340*	34740
1100	4450	11450	21093*	11450	22900*	34740
1200	4404*	11320	20878*	11320	22640*	34080

Tabela 0.3 Valores das frequências, flexional e torcional, obtidos no ensaio de módulos elásticos pelo método de ressonância de barra do compósito C20.

Temperatura (°C)	C20					
	1° flex. (Hz)	2° flex. (Hz)	3° flex. (Hz)	1° torc. (Hz)	2° torc. (Hz)	3° torc. (Hz)
25	2710	7060	12820	6920	14540	21480
100	2740	7150	12920	7020	14360	21660
200	2770	7260	13070	7260	14570	21900
300	2840	7370	13360	7370	14850	22380
400	2850	7420	13460	7420	14930	22500
500	2880	7520	13610	7520	15020	22730
600	2930	7670	13960	7670	15420	23010
700	3000	7840	14980	7840	15810	23860
800	3080	8060	14820	8060	16210	24450
900	3220	8410	15540	8410	16860	25430
1000	3362*	8710	16036*	8710	17390	26240
1100	3416*	8850	16094*	8850	17700*	26730
1200	3347*	8930	15965*	8930	17860*	26790*

Tabela 0.4 Valores das freqüências, flexional e torcional, obtidos no ensaio de módulos elásticos pelo método de ressonância de barra do refratário sílico-aluminoso.

Temperatura (°C)	Refratário sílico-aluminoso					
	1º flex. (Hz)	2º flex. (Hz)	3º flex. (Hz)	1º torc. (Hz)	2º torc. (Hz)	3º torc. (Hz)
25	3350	8720	15840	8720	18158*	27750
100	3465	8869	16200	8869	17738*	26607*
200	3515	9095	16410	8855	17710*	26565*
300	3500	8995	16315	8995	17790*	26985*
400	3595	9180	16815	9080	18015	27240*
500	3675	9280	17165	9280	18410	27660
600	4030	10445	18860	10175	20190	30345
700	4080	10585	19020	10260	20335	30740
800	4110	10680	19185	10320	20400	30730
900	4120	10735	19185	10390	20500	31285
1000	4125	10500	19360	10500	20670	31275
1100	3830	9843*	17690	9970*	19940	30570

Tabela 0.5 Valores das freqüências, flexional e torcional, obtidos no ensaio de módulos elásticos pelo método de ressonância de barra do refratário aluminoso.

Temperatura (°C)	Refratário aluminoso					
	1º flex. (Hz)	2º flex. (Hz)	3º flex. (Hz)	1º torc. (Hz)	2º torc. (Hz)	3º torc. (Hz)
25	1830	4760	8640	5000	10590	15150
100	2050	4720	10590	5560	10560	16960
200	2050	4690	10470	5520	10470	16520
300	1946*	5060	9090	5600	11240	16710
400	2050	5120	9240	5610	11410	16770
500	2050	5240	9410	5670	11560	17410
600	2060	5340	9620	5790	11760	17780
700	2092*	5440	9860	5900	12030	18080
800	2150*	5590	10110	6130	12330	18650
900	2230*	5800	10820	6680	13060	19440
1000	2303*	5990	10760	7220	13130	21660*
1100	2469*	6420	11230	6420	13420	19260*

APÊNDICE C

FLUÊNCIA SOB COMPRESSÃO

Compósitos alumina-vidro

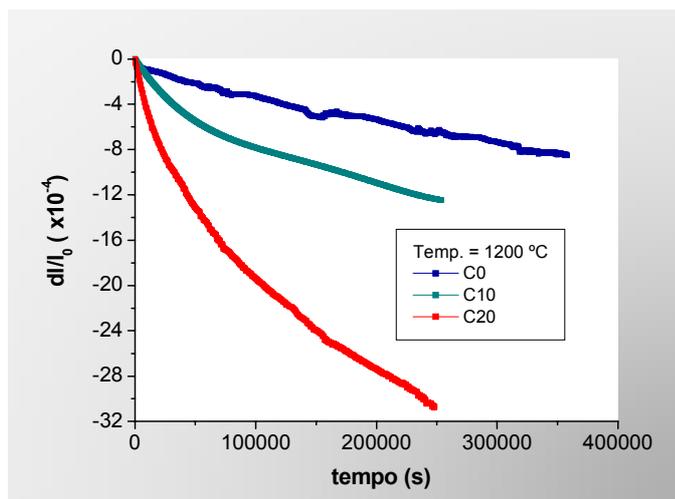


Figura 0.1 Fluência sob compressão do compósito alumina-vidro, a 1200 °C aplicando-se tensão de 0,45 MPa.

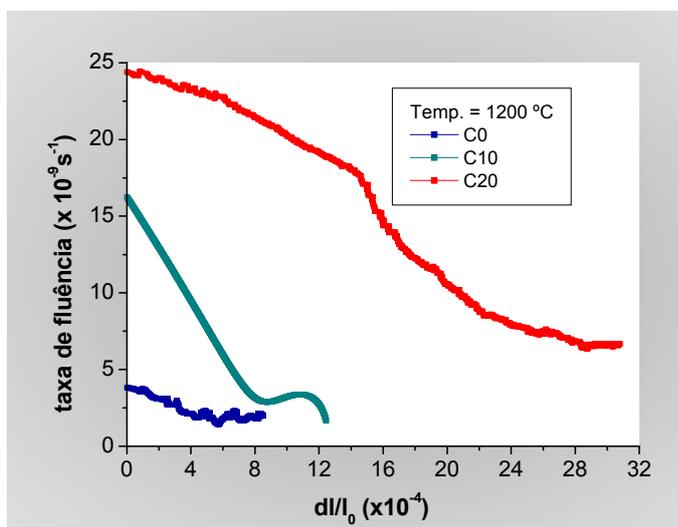


Figura 0.2 Taxa de fluência em função da deformação do compósito alumina-vidro, a 1200 °C e sob tensão de compressão de 0,45 MPa.

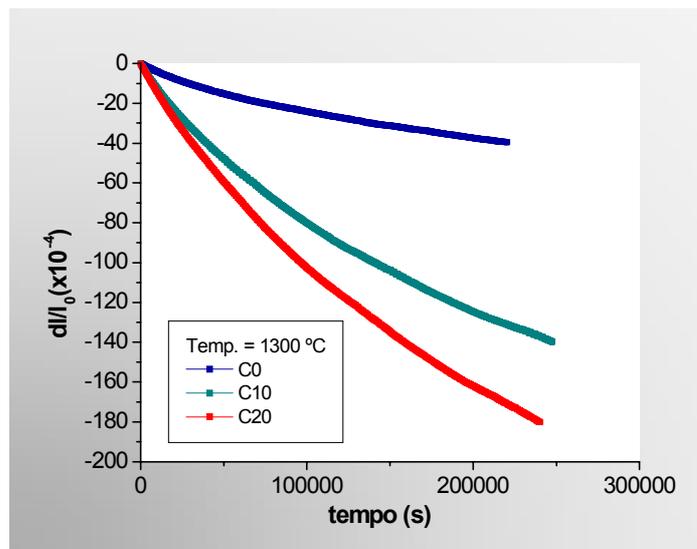


Figura 0.3 Fluência sob compressão do compósito alumina-vidro, a 1300 °C aplicando-se tensão de 0,45 MPa.

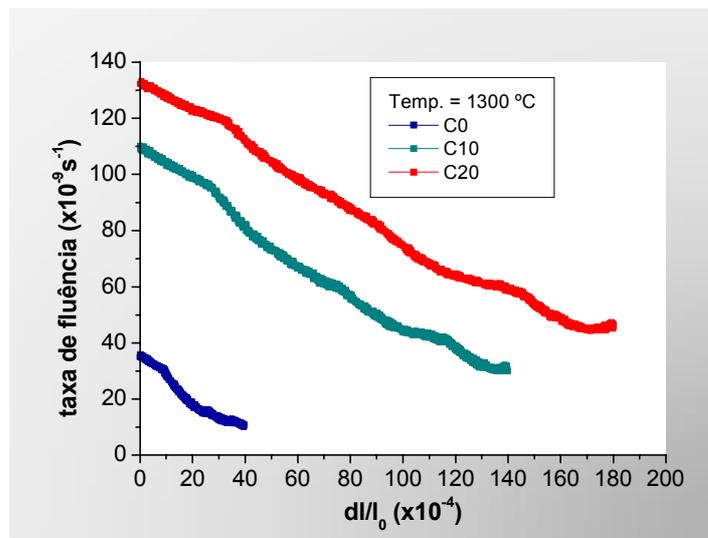


Figura 0.4 Taxa de fluência em função da deformação do compósito alumina-vidro, a 1300 °C e sob tensão de compressão de 0,45 MPa.

Refratário sílico-aluminoso

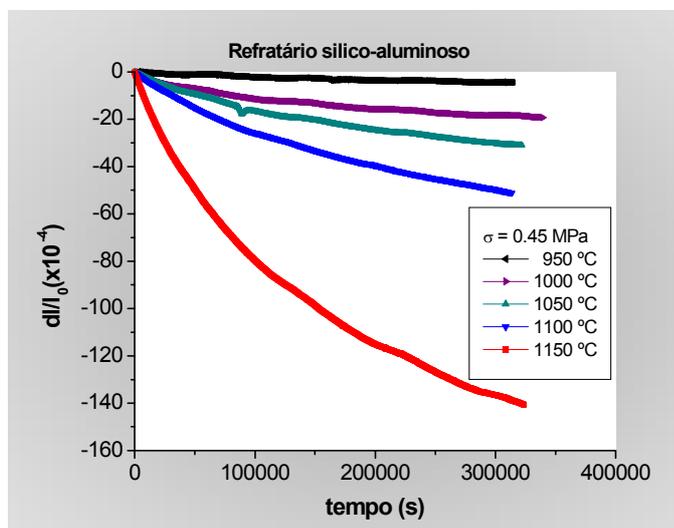


Figura 0.5 Curvas de fluência sob compressão do refratário sílico-aluminoso.

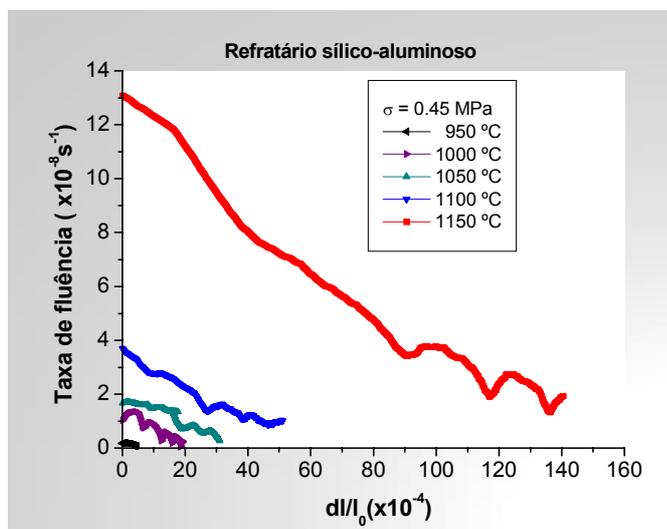


Figura 0.6 Taxa de fluência sob compressão versus deformação do refratário sílico-aluminoso.

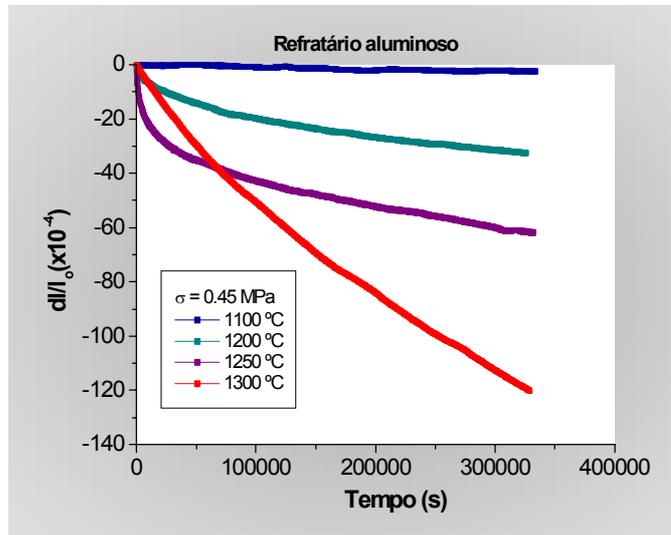
Refratário aluminoso

Figura 0.7 Curvas de fluência sob compressão do refratário sílico-aluminoso.

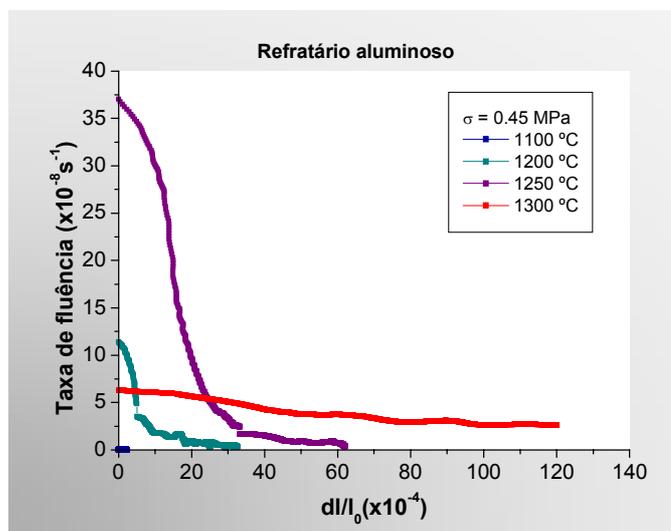


Figura 0.8 Taxa de fluência sob compressão versus deformação do refratário aluminoso.

APÊNDICE D

FLUÊNCIA SOB FLEXÃO A TRÊS PONTOS.

Compósitos alumina-vidro

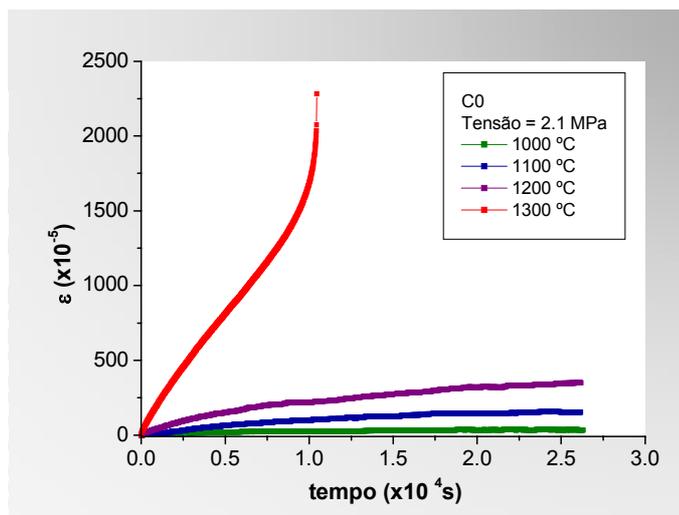


Figura 0.1 Curvas de fluência sob flexão a três pontos, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C0.

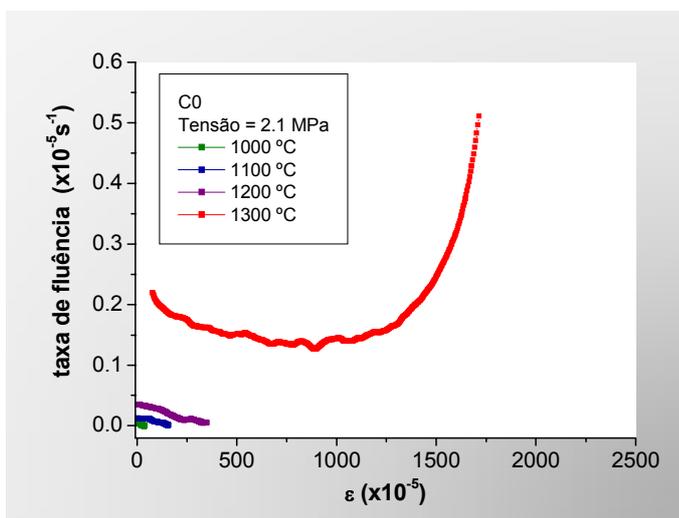


Figura 0.2 Taxas de fluência sob flexão a três pontos em função da deformação, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C0.

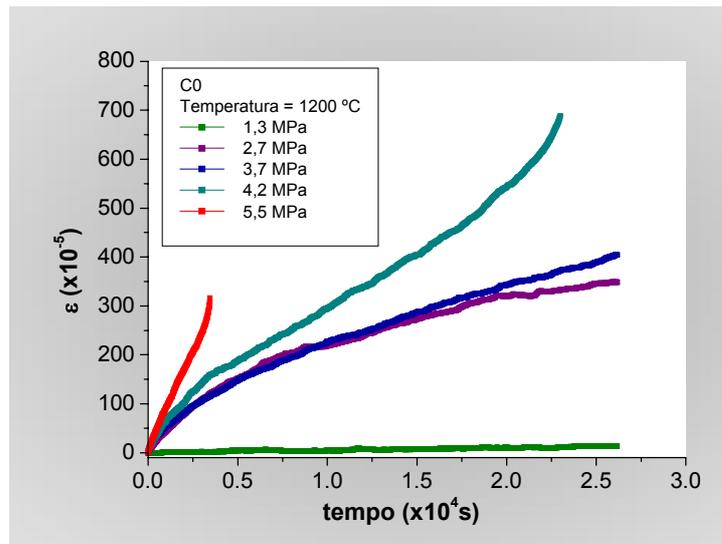


Figura 0.3 Curvas de fluência sob flexão a três pontos, sob diferentes tensões aplicadas, do compósito alumina-vidro C0.

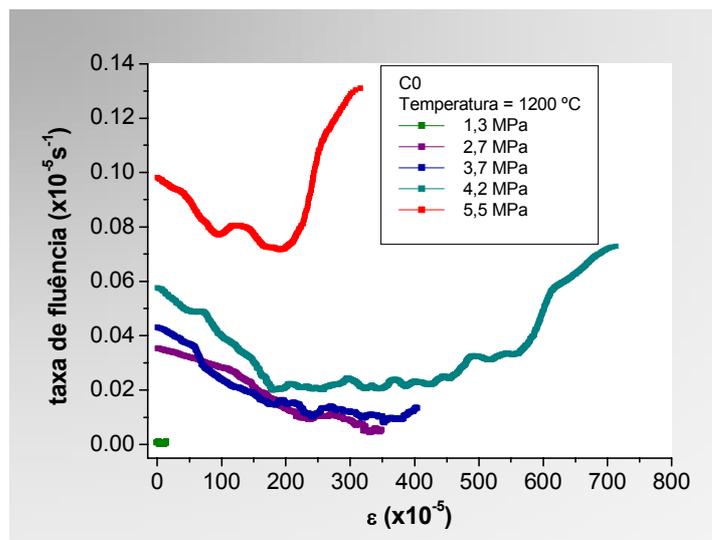


Figura 0.4 Taxas de fluência sob flexão a três pontos em função da deformação, sob diferentes tensões aplicadas, do compósito alumina-vidro C0.

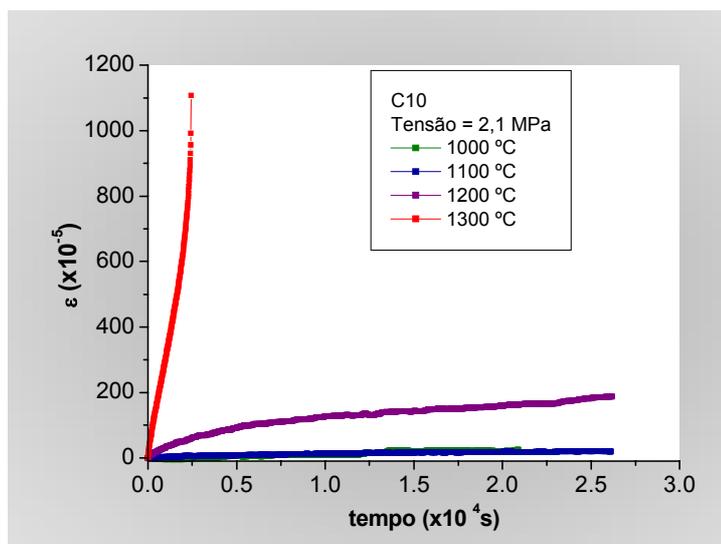


Figura 0.5 Curvas de fluência sob flexão a três pontos, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C10.

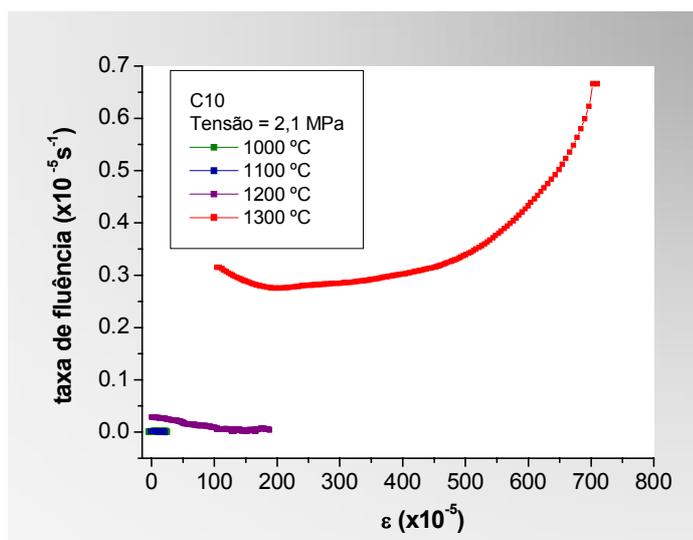


Figura 0.6 Taxas de fluência sob flexão a três pontos em função da deformação, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C10.

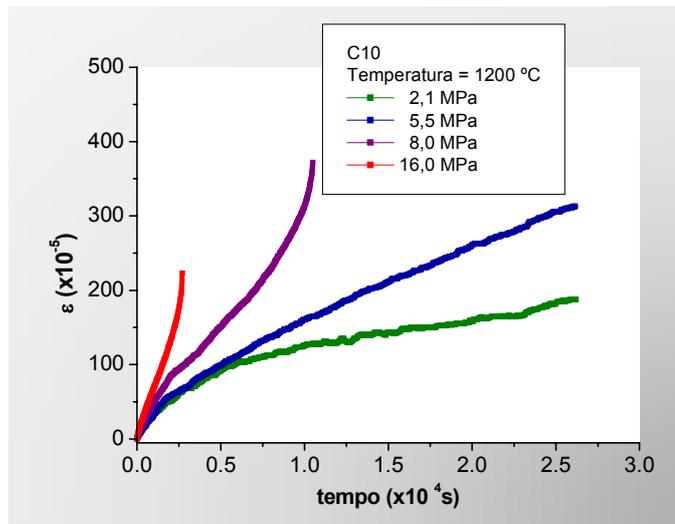


Figura 0.7 Curvas de fluência sob flexão a três pontos, sob diferentes tensões aplicadas, do compósito alumina-vidro C10.

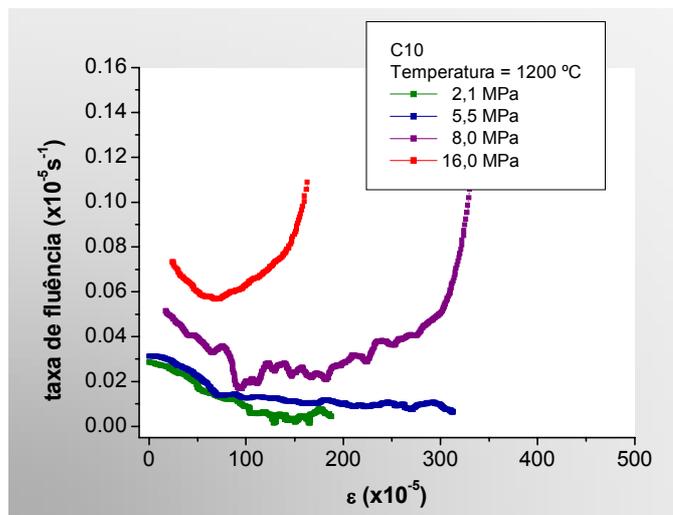


Figura 0.8 Taxas de fluência sob flexão a três pontos em função da deformação, sob diferentes tensões aplicadas, do compósito alumina-vidro C10.

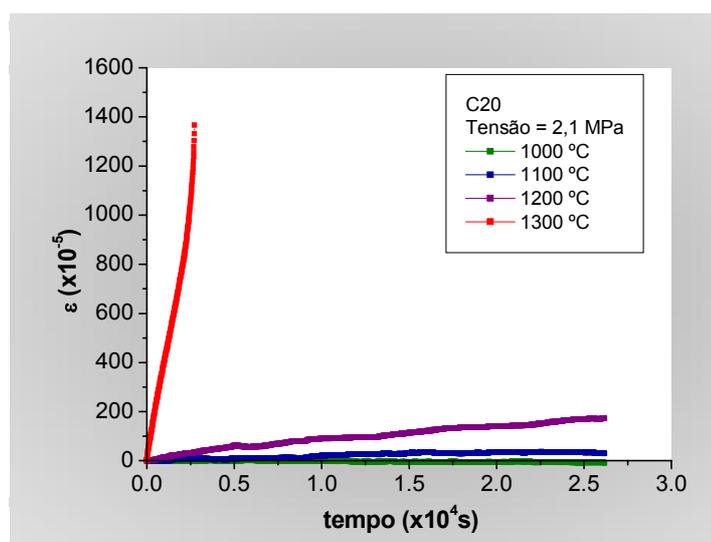


Figura 0.9 Curvas de fluência sob flexão a três pontos, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C20.

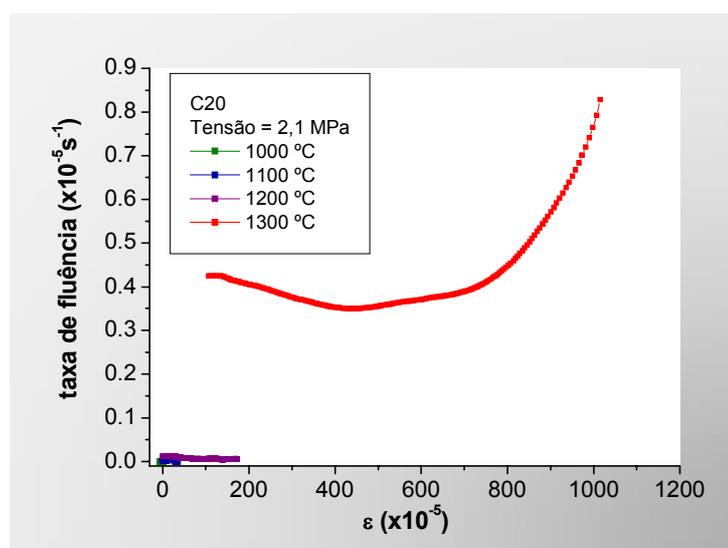


Figura 0.10 Taxas de fluência sob flexão a três pontos em função da deformação, em diferentes isotermas, do compósito alumina-vidro C20.

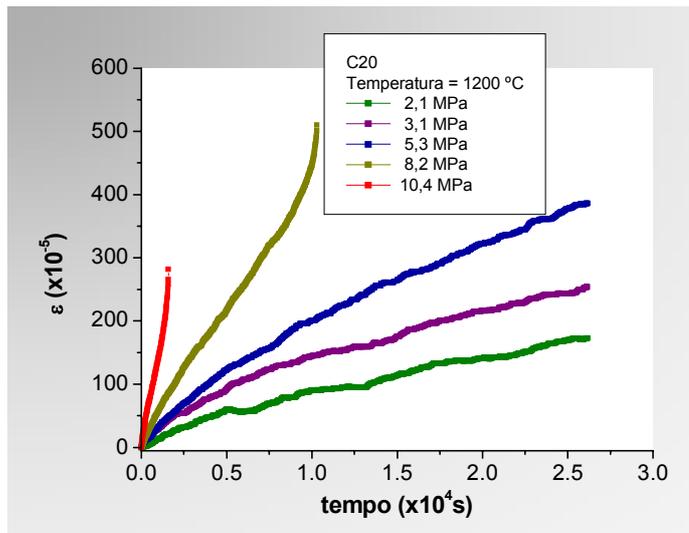


Figura 0.11 Curvas de fluência sob flexão a três pontos, sob diferentes tensões aplicadas, do compósito alumina-vidro C20.

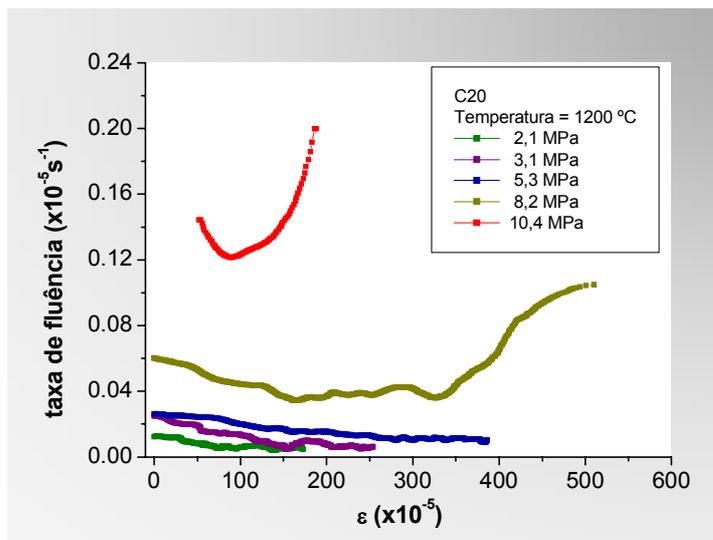


Figura 0.12 Taxas de fluência sob flexão a três pontos em função da deformação, sob diferentes tensões aplicadas, do compósito alumina-vidro C20.

Refratário sílico-aluminoso

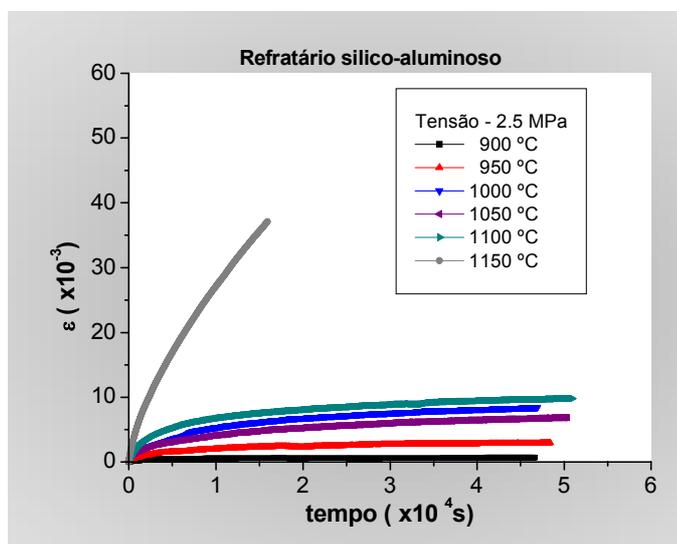


Figura 0.13 Curvas de fluência sob flexão a três pontos, em diferentes isotermas, do refratário sílico-aluminoso.

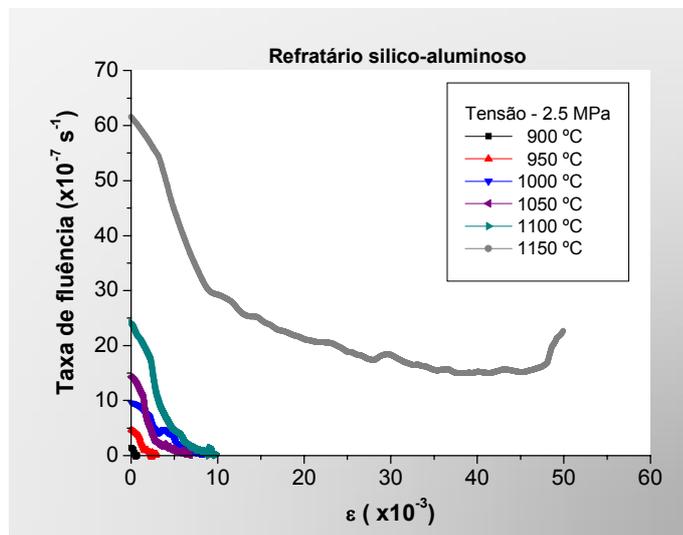


Figura 0.14 Taxas de fluência sob flexão a três pontos em função da deformação, em diferentes isotermas, do refratário sílico-aluminoso.

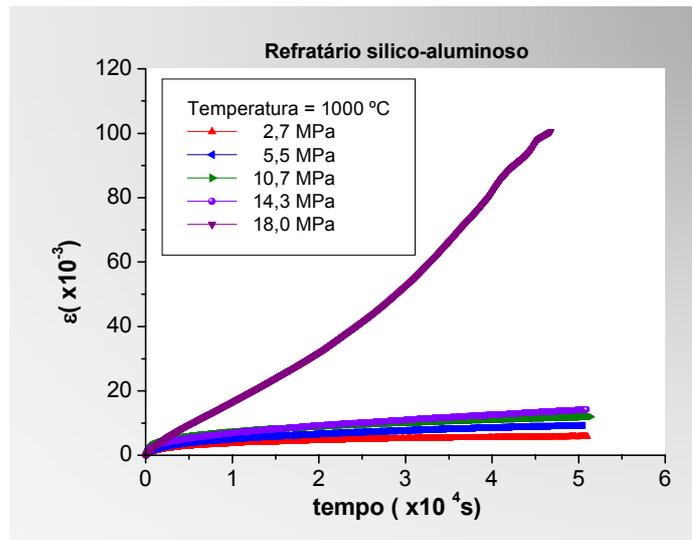


Figura 0.15 Curvas de fluência sob flexão a três pontos, sob diferentes tensões aplicadas, do refratário sílico-aluminoso.

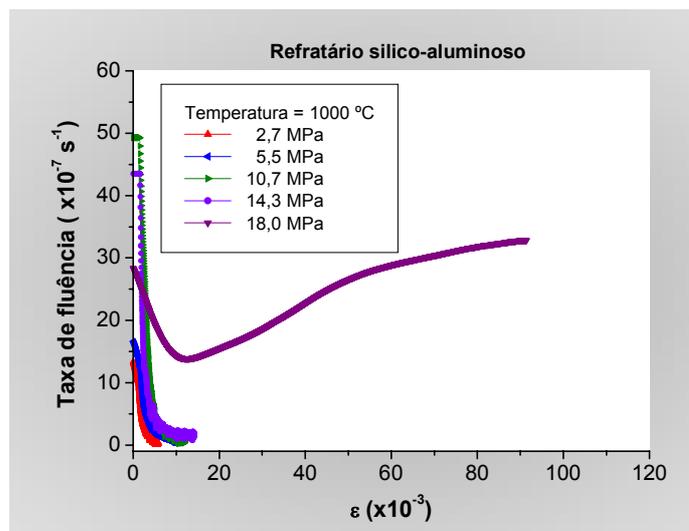


Figura 0.16 Taxas de fluência sob flexão a três pontos em função da deformação, sob diferentes tensões aplicadas, do refratário sílico-aluminoso.

Refratário aluminoso.

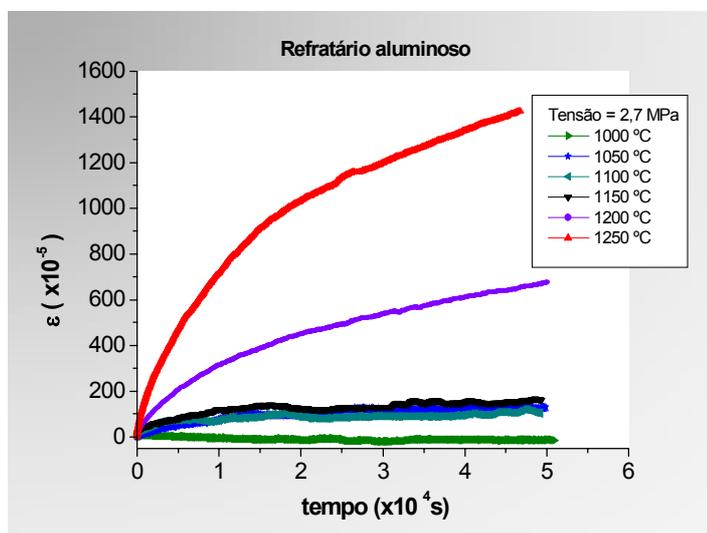


Figura 0.17 Curvas de fluência sob flexão a três pontos, em diferentes isotermas, do refratário aluminoso.

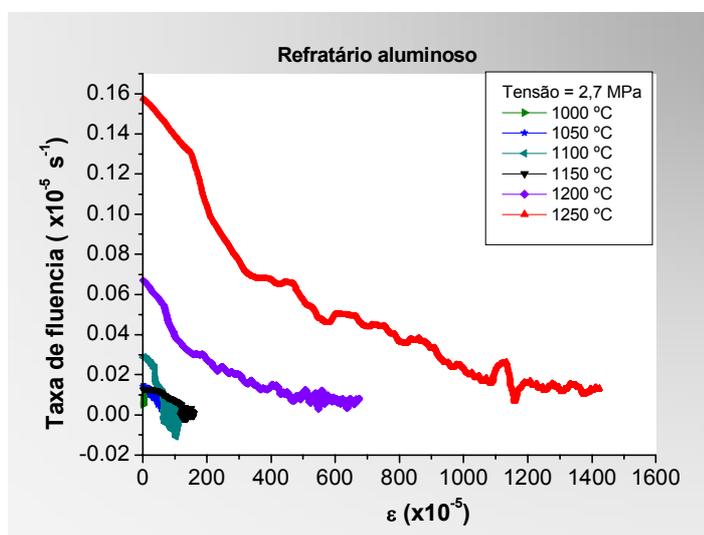


Figura 0.18 Taxas de fluência sob flexão a três pontos em função da deformação, em diferentes isotermas, do refratário aluminoso.