

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

IDENTIFICAÇÃO DE UM MODELO CONSTITUTIVO PARA  
SIMULAÇÃO COMPUTACIONAL DO PROCESSO DE PRENSAGEM A FRIO  
DE UM MATERIAL REFRAATÓRIO SÍLICO-ALUMINOSO

Fernanda Silveira Montilha

São Carlos  
2016



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

IDENTIFICAÇÃO DE UM MODELO CONSTITUTIVO PARA  
SIMULAÇÃO COMPUTACIONAL DO PROCESSO DE Prensagem a Frio  
DE UM MATERIAL REFRAATÓRIO SÍLICO-ALUMINOSO

Fernanda Silveira Montilha

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

Orientador: Dr. Rodrigo Bresciani Canto

Agência Financiadora: CAPES

São Carlos

2016

Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da Biblioteca Comunitária UFSCar  
Processamento Técnico  
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

M792i Montilha, Fernanda Silveira  
Identificação de um modelo constitutivo para  
simulação computacional do processo de prensagem a  
frio de um material refratário sílico-aluminoso /  
Fernanda Silveira Montilha. -- São Carlos : UFSCar,  
2016.  
115 p.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal de  
São Carlos, 2016.

1. Prensagem a frio. 2. Compacto verde. 3.  
Refratário. 4. Drucker-prager cap. 5. Elementos  
finitos. I. Título.

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho ao amigo Edson Fernandes Ribeiro - Pelé (*in memoriam*).

## **VITAE DO CANDIDATO**

Engenheira Mecânica pela Universidade Federal de São Carlos (2013).





## UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

---

### Folha de Aprovação

---

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado da candidata Fernanda Silveira Montilha, realizada em 05/08/2016:

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'R. Canto', is positioned above a horizontal line.

Prof. Dr. Rodrigo Bresciani Canto  
UFSCar

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'José de Anchieta Rodrigues', is positioned above a horizontal line.

Prof. Dr. José de Anchieta Rodrigues  
UFSCar

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'Ricardo A. Angélico', is positioned above a horizontal line.

Prof. Dr. Ricardo Afonso Angélico  
USP





## AGRADECIMENTOS

Agradeço ao Prof. Dr. Rodrigo Bresciani Canto pela orientação e constante disponibilidade em todas as etapas deste trabalho, pelo seu entusiasmo contagiante e pela amizade. Agradeço ao Prof. Dr. Victor Carlos Pandolfelli pela experiência e ensinamentos transmitidos nas oportunidades de discussão e por disponibilizar a estrutura do laboratório do Grupo de Engenharia de Microestruturas de Materiais (GEMM).

Agradeço à Magnesita Refratários S.A. pelo suporte técnico e pelo material fornecido para o projeto.

Agradeço aos técnicos Zé Luis, Walter, Leomar e aos amigos Guilherme e Jhosefer, pelo auxílio na execução de diversas atividades deste trabalho. Agradeço também à equipe do PPGCEM, em especial ao Geraldo, Marcelo e Fernando, sempre prestativos em todas as ocasiões durante o mestrado.

Agradeço aos amigos do grupo de pesquisa, Caiuã, Filipe, Vinicius, Rafael, Antônio e Otávio, por tornarem este mestrado o resultado de um trabalho em equipe e pelo ambiente bem humorado do nosso convívio diário.

Minha gratidão a todos os amigos que contribuíram de maneira direta ou indireta neste trabalho: Prof. Ricardo, Fernando, Ju, Debby, Eric, Natascha, Maika, Natálias, Sayuri, Desi, Cinthia, Victória, Heitor, Costela, Ka, Allisson, Sara, Luiz, Mi, Júlia, Tamilly e pessoal da Urze.

Agradeço de forma especial aos meus pais Ademar e Silvana pelo apoio, incentivo e amor. Pelo suporte e por saber da confiança em mim depositada, agradeço às minhas irmãs Marina e Juliana, aos meus avós, tios, primos e a todos os outros familiares.

Agradeço ao Bruno pelas discussões e contribuições ao trabalho e, principalmente, por ser meu “esconderijo”, pelo companheirismo, motivação e amor.



## RESUMO

Um dos métodos para o processamento de materiais refratários é a prensagem a frio do material particulado, seguida da etapa de sinterização. Durante a prensagem pode ocorrer uma distribuição heterogênea de densidades no compacto verde, causada pelo atrito entre as partículas do material e as paredes da cavidade do ferramental de prensagem, que pode prejudicar a etapa de sinterização. Neste contexto, a simulação computacional do processo de prensagem constitui-se em uma ferramenta importante para o estudo e aperfeiçoamento desta etapa, visando obter compactos verdes com boa homogeneidade microestrutural e também analisar as solicitações no ferramental a fim de otimizar seu projeto em aplicações industriais. A identificação de um modelo constitutivo que represente o material é necessária para realização das simulações e trata-se da etapa de maior complexidade. O modelo de Drucker-Prager/*Cap* implementado no software comercial de elementos finitos Abaqus<sup>TM</sup> é adequado principalmente para o estudo de compactação de solos e é capaz de simular o adensamento mecânico de materiais particulados. Os parâmetros deste modelo para um material refratário sílico-aluminoso foram identificados pela combinação de ensaios de compressão simples, diametral e hidrostática. Em trabalhos disponíveis na literatura, os modelos de material são parcialmente identificados e, em muitos casos, são aplicadas simplificações inadequadas. O presente estudo visou uma identificação mais precisa dos parâmetros do modelo de material, uma vez que os ensaios mecânicos foram auxiliados pela técnica de correlação de imagens digitais, que possibilitou a avaliação mais profunda dos mecanismos de escoamento e a obtenção de dados não alcançados por técnicas convencionais. Essa metodologia permitiu a identificação do modelo constitutivo e a validação consistiu na comparação entre resultados experimentais e os obtidos em simulações computacionais, aplicados a um caso de prensagem uniaxial seguida de prensagem isostática, apresentando boa concordância.

**Palavras-chave:** Prensagem a Frio; Compacto Verde; Refratário; Drucker-Prager *Cap*; Elementos Finitos; Correlação de Imagens Digitais; Dilatância.



**IDENTIFICATION OF A CONSTITUTIVE MODEL FOR  
NUMERICAL SIMULATION OF COLD PRESSING PROCESS  
OF A SILICO-ALUMINOUS REFRACTORY MATERIAL**

**ABSTRACT**

One of the methods for the processing of refractory material is cold pressing of the powder material, followed by sintering. Heterogeneous distribution of density can occur in the green compact during pressing because of the friction between the particles of the material and the pressing tools, that may hinder the sintering step. In this context, the simulation of the pressing process constitutes an important tool for the study and improvement of this step, to obtain green compacts with good microstructural homogeneity and also analyze the pressing tools to optimize its design in industrial applications. The identification of a constitutive model to represent the powder material is required to perform the simulation and it is the most complex step. The Drucker-Prager/*Cap* model implemented in the commercial software of finite elements, Abaqus<sup>TM</sup>, is suitable primarily for soil compaction study and is able to simulate the mechanical compaction of particulate materials. The parameters of this model have been obtained for a silico-aluminous refractory by a combination of simple, diametrical and hydrostatic compression tests. In studies available in the literature, the material models are partially identified, and in many cases, inadequate simplifications are applied. This study aimed to identify the parameters of the material model more precisely using the digital images correlation technique in the mechanical tests, which enabled a greater understanding of the yielding mechanisms and the achievement of data not obtained by conventional techniques. This methodology allowed the identification of a constitutive model and it was validated by the good agreement between experimental results and those obtained in computer simulations, applied to a uniaxial case followed by isostatic pressing.

**Keywords:** Cold Pressing; Green Compact; Refractory; Drucker-Prager *Cap*; Finite Elements; Digital Image Correlation; Dilatancy.



## **PUBLICAÇÕES**

MONTILHA, F. S.; MELO, C. C.; ROCCO, F. O.; PANDOLFELLI, V. C.; CANTO, R. B. Identificação de parâmetros elásticos de compactos verdes de um material cerâmico sílico-aluminoso para aplicação em simulação computacional In: Congresso Brasileiro de Cerâmica, Águas de Lindóia. Anais do 60º CBC, 2016.





## ÍNDICE DE ASSUNTOS

FOLHA DE APROVAÇÃO . . . . .	i
AGRADECIMENTOS . . . . .	iii
RESUMO . . . . .	v
ABSTRACT . . . . .	vii
ÍNDICE DE ASSUNTOS . . . . .	xi
ÍNDICE DE TABELAS . . . . .	xv
ÍNDICE DE FIGURAS . . . . .	xvii
LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS . . . . .	xxii
LISTA DE SÍMBOLOS . . . . .	xxv
1 INTRODUÇÃO . . . . .	1
1.1 Justificativas do trabalho . . . . .	2
1.1.1 Objetivo científico . . . . .	4
1.1.2 Objetivo tecnológico . . . . .	4
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA . . . . .	7
2.1 Prensagem de materiais refratários . . . . .	7
2.1.1 Massa e aditivos de prensagem . . . . .	8
2.1.2 Preenchimento da cavidade . . . . .	9
2.2 Comportamento mecânico de materiais granulares . . . . .	11
2.2.1 Identificação do limite de escoamento . . . . .	14
2.2.2 Identificação de parâmetros elásticos de compactados verdes . . . . .	16
2.2.3 Modelo de Drucker-Prager/ <i>Cap</i> (Abaqus <sup>TM</sup> ) . . . . .	17
2.3 Técnica da correlação de imagens digitais (CID) . . . . .	21
2.4 Aplicação da simulação computacional no estudo da prensagem de pós	23

3	MATERIAIS E MÉTODOS . . . . .	37
3.1	Material . . . . .	37
3.2	Métodos . . . . .	38
3.3	Projeto e fabricação de moldes e matrizes para a preparação de corpos de prova . . . . .	39
3.4	Metodologia para a fabricação dos corpos de prova verdes . . . . .	39
3.5	Identificação da lei de encruamento ( $p_b$ vs. $\varepsilon_{vol}^p$ ) . . . . .	42
3.6	Ensaio mecânico com auxílio da técnica CID . . . . .	45
3.6.1	Ensaio de compressão simples ou uniaxial (CS) . . . . .	46
3.6.2	Ensaio de compressão diametral ou ensaio brasileiro (BR) . . . . .	48
3.6.3	Identificação do limite de escoamento . . . . .	51
3.6.4	Parâmetros elásticos . . . . .	51
3.7	Ensaio complementares . . . . .	52
3.8	Análises das superfícies de fratura . . . . .	54
3.9	Ensaio de validação do modelo computacional . . . . .	54
3.10	Simulação do ensaio de validação em elementos finitos . . . . .	55
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES . . . . .	59
4.1	Prensagem dos CDPs verdes . . . . .	59
4.2	Lei de encruamento ( $p_b$ vs. $\varepsilon_{vol}^p$ ) . . . . .	60
4.3	Ensaio de compressão simples . . . . .	62
4.3.1	Exemplo de resultados típicos obtidos de um ensaio de CS . . . . .	63
4.3.2	Exemplo de avaliação da qualidade do ensaio via técnica de CID . . . . .	65
4.3.3	Avaliação da reprodutibilidade dos ensaios para uma dada condição de prensagem . . . . .	66
4.3.4	Identificação do limite elástico e determinação da tensão de escoamento por cisalhamento . . . . .	69
4.3.5	Identificação dos parâmetros elásticos . . . . .	73
4.4	Ensaio de compressão diametral (ou brasileiro - BR) . . . . .	77
4.4.1	Exemplo de resultados típicos obtidos de um ensaio BR . . . . .	77
4.4.2	Exemplo de avaliação da qualidade do ensaio via técnica de CID . . . . .	79

4.4.3 Identificação do limite elástico e determinação da tensão de escoamento por cisalhamento . . . . .	80
4.5 Identificação dos parâmetros da superfície $F_s$ do modelo de Drucker-Prager/Cap . . . . .	82
4.6 Fractografia . . . . .	85
4.7 Ensaio de validação . . . . .	88
4.8 Simulação computacional do ensaio de validação . . . . .	90
5 CONCLUSÕES . . . . .	95
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS . . . . .	97
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS . . . . .	99
APÊNDICE A . . . . .	107
APÊNDICE B . . . . .	111
ANEXO A . . . . .	115



## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1	Maiores e menores valores dos parâmetros do modelo de Drucker-Prager/ <i>Cap</i> adotados para pós cerâmicos . . . . .	27
Tabela 2.2	Parâmetros da superfície $F_s$ do modelo de Drucker-Prager para materiais cerâmicos . . . . .	33
Tabela 2.3	Parâmetros do modelo elastoplástico de Drucker-Prager/ <i>Cap</i> utilizado por Gruber e Harmuth [36] e Gruber et al. [37] . . . . .	35
Tabela 3.1	Composição química do material refratário fornecida pela Magnesita Refratários S.A. . . . .	37
Tabela 4.1	Caracterização experimental dos CDPs fabricados para realização dos ensaios de compressão simples . . . . .	59
Tabela 4.2	Caracterização experimental dos CDPs fabricados para realização dos ensaios de compressão diametral . . . . .	59
Tabela 4.3	Valores de $\varepsilon_{dev}^{esc}$ e da tensão de von Mises identificados graficamente segundo o critério da dilatância ( $q^{esc}$ ), e valores da tensão de von Mises na ruptura ( $q^{rup}$ ) utilizados para caracterizar os parâmetros $d$ e $\beta$ para CDPs compactados em todas as condições estudadas e utilizados em ensaios de compressão simples . . . . .	73
Tabela 4.4	Valores de $E$ obtidos por meio de ensaios de compressão simples via análise de CID . . . . .	75
Tabela 4.5	Valores de $E$ identificados pela aplicação da técnica de excitação por impulso . . . . .	76
Tabela 4.6	Valores de $\varepsilon_{dev}^{esc}$ e da tensão de von Mises identificados graficamente segundo o critério da dilatância ( $q^{esc}$ ), e valores da tensão de von Mises na ruptura ( $q^{rup}$ ) utilizados para caracterizar os parâmetros $d$ e $\beta$ para CDPs compactados em todas as condições estudadas e utilizados em ensaios de compressão diametral . . . . .	82
Tabela 4.7	Valores de $q^{esc}$ , $q^{rup}$ e $p$ para cada nível de pressão de compactação . . . . .	83

Tabela 4.8	Valores médios de $\beta$ e $d$ identificados segundo os critérios de escoamento (dilatância) e de ruptura a partir de ensaios de CS e BR . . . . .	83
Tabela 4.9	Parâmetros do modelo elastoplástico de Drucker-Prager/ <i>Cap</i> utilizado por Gruber e Harmuth [36] e Gruber et al. [37] . . . . .	92

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Prensagem uniaxial: (a) simples efeito e (b) duplo efeito . . .	8
Figura 2.2 Relação entre fluxo e o tamanho médio de grão - Adaptado de Albero [23] . . . . .	10
Figura 2.3 Representação esquemática do fenômeno da dilatação, em que há desempacotamento das partículas do pó associada a uma tensão cisalhante crítica [6] . . . . .	15
Figura 2.4 Modelo de Drucker-Prager/ <i>Cap</i> : superfícies de plastificação no plano meridional [6, 8, 40] . . . . .	19
Figura 2.5 Evolução da superfície <i>Cap</i> durante a simulação numérica de um processo de prensagem . . . . .	20
Figura 2.6 Lei de encruamento para pó de alumina e pó de carbeto de tungstênio. Adaptado de [69] . . . . .	27
Figura 2.7 Modelo Drucker-Prager/ <i>Cap</i> e os procedimentos experimentais para determinar a superfície de plastificação $F_s$ : (1) tração uniaxial, (2) torção simples (cisalhamento), (3) compressão diametral, (4) compressão uniaxial. A superfície <i>Cap</i> $F_c$ pode ser determinada por ensaios triaxiais: (5A) ensaio triaxial (5B) prensagem em matriz fechada, (5C) carregamento radial, (5D) ensaio isostático, (6) prensagem em matriz instrumentada para obtenção da curva relacionada ao ponto (5B). Adaptada de Shang et al. [70] . . . . .	28
Figura 2.8 Curvas de encruamento para vários compactados de alumina. Curva 1: 99,5% $Al_2O_3$ , Zeuch et al. [33]. Curva 2: 94% $Al_2O_3$ , Zeuch et al. [33]. Curva 3: Riedel e Kraft [79]. Curva 4: Foo et al. [78]. Curva A: utilizada como a curva de encruamento de referência no estudo. Curva B: utilizada para investigar o comportamento da amostra com uma curva de encruamento de evolução mais rápida que da curva de referência. Adaptada de Shin e Kim [71]	30
Figura 2.9 Ilustração esquemática para evolução das superfícies <i>Cap</i> com um valor elevado e um valor baixo do parâmetro $R$ . Adaptada de Shin e Kim [71] . . . . .	32

Figura 2.10 Curva de densificação de um material refratário - adaptada de Gruber et al. [37] . . . . .	36
Figura 3.1 Matriz 1 - com cavidade de seção transversal circular para a fabricação de CDPs com forma de cilindro e para a execução de ensaios de prensagem uniaxial, com algumas medidas de referência em [mm] . . . . .	40
Figura 3.2 Matriz 2 - com cavidade de seção transversal quadrada para a fabricação de CDPs com forma de paralelepípedo de elevada razão de aspecto (altura/largura), sendo que a altura da matriz é de 200 mm . . . . .	41
Figura 3.3 (a) Fabricação de CDPs para ensaios mecânicos de compressão simples e (b) fotografia de um CDP após a fixação em placas metálicas e pintura . . . . .	42
Figura 3.4 Preparação de CDPs para ensaios mecânicos de compressão diametral [6] . . . . .	43
Figura 3.5 Equipamento para análise da influência do preenchimento do molde . . . . .	44
Figura 3.6 Representação da obtenção da superfície de Drucker-Prager por meio da combinação dos resultados de dois ensaios mecânicos de trajetos de carregamentos distintos - compressão simples e diametral . . . . .	45
Figura 3.7 Aparatos para realização dos ensaios cíclicos de compressão simples com auxílio da técnica de CID e CDP ajustado com resina epóxi . . . . .	47
Figura 3.8 Campo de tensões no plano de carregamento do ensaio brasileiro para a condição de estado plano de tensões: solução analítica (extraída da dissertação de mestrado de Rocco, F. O. [6])	48
Figura 3.9 Fotografia do CDP ajustado as placas da máquina de ensaio para realização dos ensaios brasileiros . . . . .	50



Figura 3.10 Procedimento para identificação de $\varepsilon_{dev}^{esc}$ e de $q^{esc}$ para definir o início do escoamento plástico por cisalhamento (associado ao fenômeno da dilatância) . . . . .	51
Figura 3.11 Procedimento para identificação dos parâmetros elásticos: (a) curva $\varepsilon_{11}$ vs. $t$ ; (b) identificação do $\nu$ a partir da inclinação da curva $\varepsilon_{22}$ vs. $\varepsilon_{11}$ ; (c) curva $\sigma_{11}$ vs. $t$ e (d) identificação do $E$ a partir da inclinação da curva $\sigma_{11}$ vs. $\varepsilon_{11}$ . . . . .	52
Figura 3.12 Etapas do ensaio de validação: (a) Prensagem uniaxial, (b) Prensagem isostática e (c) Medição da geometria do corpo de prova	55
Figura 3.13 (a) Modelo tridimensional utilizando a simetria de um quarto e (b) condições de contorno e de interação apresentadas no plano XY . . . . .	57
Figura 3.14 Visão geral da metodologia abordada . . . . .	57
Figura 4.1 Medição da densidade aparente do pó para duas condições de preenchimento do molde - material depositado e preenchimento seguido de vibração - e para três diferentes razões altura da coluna de material /diâmetro da proveta ( $H/D$ ), com $D \approx 62$ mm . . . . .	60
Figura 4.2 Curva da densificação do material em função da pressão hidrostática aplicada em prensa isostática . . . . .	61
Figura 4.3 Lei de encruamento da superfície $Cap$ . . . . .	62
Figura 4.4 Ensaio de compressão simples cíclico de um CDP compactado com $p=120$ MPa (CS26): (a) deslocamento do atuador vs. tempo; (b) deformações vs. tempo; (c) tensão vs. deformações. . .	64
Figura 4.5 Campos obtidos pela técnica de CID em ensaio de compressão simples de um CDP compactado com pressão de 120 MPa (CDP 26): (a) deslocamentos na direção vertical ( $U_{11}$ ); (b) deslocamentos na direção horizontal ( $U_{22}$ ) e (c) deformação na direção vertical ( $\varepsilon_{11}$ ) . . . . .	66
Figura 4.6 Curvas da tensão aplicada no ensaio de CS em função da deformação axial para quatro CDPs prensados com $p=120$ MPa .	67

Figura 4.7	Curvas da tensão aplicada no ensaio de CS em função da deformação transversal para quatro CDPs prensados com $p=120$ MPa	67
Figura 4.8	Curvas da tensão aplicada no ensaio de CS em função da deformação desviadora para quatro CDPs prensados com $p=120$ MPa	68
Figura 4.9	Curvas da tensão aplicada no ensaio de CS em função da deformação volumétrica para quatro CDPs prensados com $p=120$ MPa	68
Figura 4.10	Identificação do escoamento plástico por cisalhamento pelo fenômeno da dilatância observado via técnica de CID aplicada em um ensaio de CS: (a) $(\varepsilon_{dev}, \varepsilon_{vol}$ e $\sigma_{11})$ vs. tempo; (b) $\varepsilon_{dev}$ vs. $\varepsilon_{vol}$ ; (c), (d), (e) e (f) campos de deformação máxima principal evidenciando o surgimento de vazios (dilatância) e trincas	70
Figura 4.11	Identificação do escoamento plástico por cisalhamento: (a) $\varepsilon_{dev}^{esc}$ a partir da dilatância e (b) $q^{esc}$	72
Figura 4.12	Curvas obtidas por análise de CID para um CDP compactado com pressão de 120 MPa: (a) $\varepsilon_{11}$ vs. t; (b) $\varepsilon_{22}$ vs. $\varepsilon_{11}$ , para aplicar ajustes lineares para obtenção de $\nu$ ; (c) $\sigma_{11}$ vs. t e (d) $\sigma_{11}$ vs. $\varepsilon_{11}$ para aplicar ajustes lineares para obtenção de $E$	74
Figura 4.13	Módulo de elasticidade em função da pressão de compactação	76
Figura 4.14	Ensaio de compressão diametral cíclico de um CDP compactado com $p=120$ MPa (BR26): (a) deslocamento do atuador vs. tempo; (b) deformações vs. tempo; (c) tensão vs. deformações	78
Figura 4.15	Campos obtidos pela técnica de CID em ensaio de compressão diametral de um CDP compactado com pressão de 120 MPa (CDP 26): (a) deslocamentos na direção vertical ( $U_{11}$ ); (b) deslocamentos na direção horizontal ( $U_{22}$ ); (c) deformação na direção vertical ( $\varepsilon_{11}$ ) e (d) deformação na direção horizontal ( $\varepsilon_{22}$ )	79
Figura 4.16	Identificação do escoamento plástico por cisalhamento: (a) $\varepsilon_{dev}^{esc}$ a partir da dilatância e (b) $q^{esc}$	80

Figura 4.17 Campos de deformações máximas principais $\varepsilon_1$ em alguns instantes do ensaio BR no CDP 26, evidenciando o surgimento de vazios (dilatância) e trincas . . . . .	81
Figura 4.18 Evolução da coesão ( $d$ ) com o aumento da pressão de compactação . . . . .	84
Figura 4.19 Evolução do ângulo de atrito interno ( $\beta$ ) com o aumento da pressão de compactação. . . . .	84
Figura 4.20 Fotografias da superfície de fratura de CDPs compactados em diferentes níveis de pressão de compactação e submetidos a ensaio de compressão diametral . . . . .	85
Figura 4.21 Micrografias de microscópio confocal da superfície de fratura de CDPs compactados em diferentes níveis de pressão e submetidos à compressão diametral . . . . .	87
Figura 4.22 Micrografias de MEV da superfície de fratura de CDPs compactados em diferentes níveis de pressão e submetidos à compressão diametral . . . . .	88
Figura 4.23 Corpo de prova do ensaio de validação após prensagem uniaxial confinada seguida de prensagem isostática. As dimensões apresentadas revelam indiretamente o gradiente de densidades imposto na prensagem uniaxial confinada de simples efeito . . . . .	89
Figura 4.24 Comparação entre as geometrias finais do CDP do ensaio de validação, obtidas experimentalmente e pelas simulações computacionais nas duas direções transversais . . . . .	91
Figura 4.25 Distribuição de densidades obtida na simulação do ensaio de validação . . . . .	92
Figura 4.26 Representação no plano $q$ vs. $p$ do modelo de Drucker-Prager/ $Cap$ para os quatro níveis de pressão de compactação em que os parâmetros foram identificados (40, 60, 80 e 120 MPa) . . . . .	93
Figura A1 CS25, $p = 40$ MPa . . . . .	107
Figura A2 CS27, $p = 60$ MPa . . . . .	108

Figura A3	CS23, $p = 80$ MPa . . . . .	109
Figura B1	BR15, $p = 40$ MPa . . . . .	111
Figura B2	BR11, $p = 60$ MPa . . . . .	112
Figura B3	BR21, $p = 80$ MPa . . . . .	113

## **LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS**

BR - Refere-se aos ensaios brasileiros ou de compressão diametral

CDPs - Corpos de prova

CID - Correlação de Imagens Digitais

CS - Refere-se aos ensaios de compressão simples ou uniaxial

EF - Elementos Finitos

MEF - Método dos Elementos Finitos



## LISTA DE SÍMBOLOS

- $d$  - Coesão do material
- $E$  - Módulo de Young ou módulo elástico
- $F_{br}$  - Força aplicada no CDP do ensaio de compressão diametral
- $F_c$  - Superfície Cap
- $F_{cs}$  - Módulo da força aplicada no ensaio de compressão simples
- $F_s$  - Superfície de Drucker-Prager
- $F_t$  - Superfície de transição
- $I_1, I_2, I_3$  - Invariantes do tensor de tensões
- $J_1, J_2, J_3$  - Invariantes do tensor desviador
- $K$  - Flow stress ratio
- $p$  - Tensão normal média
- $p_a$  - Parâmetro de evolução do encruamento
- $p_b$  - Tensão isostática aplicada
- $q$  - Tensão de von Mises
- $q^{esc}$  - Tensão de von Mises de escoamento
- $q^{rup}$  - Tensão de von Mises de ruptura
- $R$  - Parâmetro de forma da superfície Cap
- $\alpha$  - Parâmetro da evolução da plasticidade do material
- $\beta$  - Ângulo de atrito interno
- $\gamma_{12}$  componente do tensor de deformações referente à deformação em cisalhamento
- $\varepsilon_{11}, \varepsilon_{22}, \varepsilon_{33}$  - Deformações normais nas direções 1, 2 e 3
- $\varepsilon_1$  - Deformação máxima principal
- $\varepsilon_{dev}$  - Deformação desviadora
- $\varepsilon_{dev}^{cs}$  - Deformação desviadora no ensaio de compressão simples
- $\varepsilon_{vol}$  - Deformação volumétrica
- $\varepsilon_{vol}^{cs}$  - Deformação volumétrica no ensaio de compressão simples
- $\varepsilon_{vol}^p$  - Deformação plástica volumétrica
- $\varepsilon_{ij}^d$  - Tensor desviador das deformações
- $\varepsilon_{ij}^e$  - Componente do tensor de deformação elástica

$\varepsilon_{ij}^p$  - Componente do tensor de deformação plástica

$\theta_{br}$  - Ângulo do trajeto de carregamento do ensaio de compressão diametral no plano  $q$  vs.  $p$

$\theta_{cs}$  - Ângulo do trajeto de carregamento do ensaio de compressão simples no plano  $q$  vs.  $p$

$\lambda$  - Parâmetro de Lamé

$\nu$  - Coeficiente de Poisson

$\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}, \tau_{12}, \tau_{13}, \tau_{23}$  - Componentes do tensor de tensões

$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$  - Tensões principais

$\sigma_{br}$  - Tensão calculada no ensaio brasileiro na região central do CDP

$\sigma_c$  - Tensão calculada no ensaio de compressão simples

$\rho_n$  - Densidade aparente do compacto verde

$\rho_o$  - Densidade aparente do pó solto

$\rho_{rel}$  - Densidade relativa do compacto verde em função da densidade teórica do material sem vazios



## 1 INTRODUÇÃO

Um dos métodos para o processamento de materiais refratários é a prensagem a frio do material particulado, também chamado de processamento via seca. Neste processo obtém-se o chamado compactado verde que posteriormente pode ser levado a um forno para a sinterização. Além da dependência do próprio processo de sinterização, para aqueles que são queimados, as propriedades funcionais finais do produto são também dependentes das condições impostas na etapa de prensagem a frio. Neste contexto, a simulação computacional do processo de prensagem constitui-se em uma ferramenta importante para o estudo e definição de suas principais variáveis, como: (a) a distribuição da densidade aparente (ou da porosidade) em cada elemento de volume do produto que, por sua vez, será responsável pelas retrações, geralmente não-homogêneas que poderão ocorrer durante a sinterização; (b) a geometria do ferramental de prensagem e as solicitações sobre ele; e (c) os esforços necessários para a aplicação do carregamento pelas prensas uniaxiais ou isostáticas. Sendo assim, a simulação computacional pode ser utilizada para o aperfeiçoamento do processo de prensagem, adequando-se a geometria do ferramental para se buscar obter compactados verdes com boa homogeneidade microestrutural e forma final que diminua ou elimine operações posteriores de usinagem. Para a realização das simulações computacionais, o modelo de material - modelo constitutivo - que deve representar o particulado é a etapa de maior complexidade.

O presente trabalho propôs estudar e simular, via método dos elementos finitos (MEF), o processo de prensagem a frio de um material refratário granular sílico-aluminoso, fornecido pela Magnesita Refratários S.A.. Para isso, os parâmetros do modelo de material de Drucker-Prager/*Cap* (implementado no *software* comercial Abaqus<sup>TM</sup>) foram identificados por meio da combinação de ensaios mecânicos auxiliados pela técnica de correlação de imagens digitais (CID) e dados da literatura. A obtenção dos parâmetros da superfície de escoamento do modelo necessita do conhecimento do comportamento mecânico do material sob diferentes estados de tensão. Para atender a este requisito, diferentes tipos de ensaios mecânicos foram realizados, como: ensaio de compressão di-

ametral, conhecido também por ensaio brasileiro (BR); ensaio de compressão simples (CS) ou uniaxial e ensaio de compressão hidrostática. Visando obter um modelo de material coerente e preciso, foram estudados os mecanismos de escoamento atuantes em compactados verdes, as propriedades elásticas e as tensões limite de escoamento do material em diferentes níveis de compactação. Neste caso, o limite de escoamento não se refere ao dos materiais constituintes das partículas, mas ao material particulado quando homogeneizado e considerado como um meio contínuo, ou seja, escoamento é dito quando ocorrem deformações permanentes (ou plásticas) em um elemento de volume representativo do material composto por partículas cerâmicas e vazios. Assim, esta homogeneização resulta em uma abordagem macromecânica na qual o escoamento do material considera o efeito combinado da deformação elástica e/ou plástica local das partículas, dos movimentos relativos entre estas, que caracterizam o rearranjo, e de suas interações mecânicas - atrito partícula-partícula e partícula-molde - que dependem também do formato das partículas. Mesmo que não seja possível determinar estes efeitos independentemente, o resultado global pode ser conhecido por meio dos ensaios mecânicos em corpos de prova (CDPs) do material particulado prensado, que pode ser chamado de compactado verde, ou por parâmetros obtidos durante a prensagem.

A aplicação da técnica de correlação de imagens digitais (CID) nos ensaios mecânicos colaborou sobremaneira nas análises acerca do comportamento mecânico do material compactado - a ser destacada a identificação do escoamento por meio de medidas do campo bidimensional de deformações obtidas via CID da superfície do CDP. A validação do modelo foi realizada pela comparação entre os resultados de simulação numérica e experimentais aplicados a um caso de prensagem uniaxial seguida de prensagem isostática que resultou em um compactado verde com forma final de tronco de pirâmide.

## **1.1 Justificativas do trabalho**

Uma contribuição científica relevante da presente proposta refere-se ao tipo de material estudado. O processo de prensagem de particulados por meio do

método dos elementos finitos (MEF) tem sido tema de diversos trabalhos - sejam para pós metálicos [1–6], para pós cerâmicos [7–10], para pós poliméricos [11–17] e para aplicações farmacêuticas [18–22]. No entanto, esta temática carece de referências na literatura sobre a simulação da prensagem de materiais cerâmicos refratários, o que dificulta a busca e comparação de parâmetros de materiais análogos ao estudado neste trabalho. Em grande parte dos trabalhos analisados até o momento, os resultados são apresentados de forma normalizada por motivos de sigilo industrial, fornecendo poucas informações sobre o comportamento do material.

Além disto, nos trabalhos disponíveis na literatura, os modelos de material são parcialmente identificados e, em muitos casos, são aplicadas simplificações que podem resultar em aproximações errôneas nos resultados finais. Em nenhum dos trabalhos analisados foi encontrada a associação de ensaios mecânicos do compactado verde em estudo para identificação completa do modelo de Drucker-Prager/*Cap* com a simulação computacional do processo de prensagem. A existência de dados controversos, como os que serão apresentados na Tabela 2.2 (página 33), devem ser elucidados com a aplicação de técnicas mais precisas, como as que são propostas neste trabalho. O uso da técnica de CID nos ensaios mecânicos contribuiu para uma análise mais profunda dos mecanismos de escoamento, uma vez que todo o campo de deformações de uma região fotografada da superfície do CDP pode ser analisado, e não apenas medidas globais de deformação que consideram somente a posição relativa entre dois pontos, como no caso do uso de extensômetros. Ainda, por intermédio da análise das deformações em toda a superfície fotografada dos corpos de prova, foi possível qualificar o ensaio realizado e selecionar as regiões mais apropriadas para a obtenção dos resultados. A metodologia para identificação de modelos constitutivos vem sendo também aplicada pelo grupo de pesquisa do Prof. Rodrigo Bresciani Canto para materiais granulares metálicos e poliméricos, o que pode resultar em comparações e conclusões relevantes a respeito da modelagem do comportamento de materiais de natureza distinta.

Considerando as aplicações industriais envolvidas no tema de pesquisa, as

propriedades finais do produto refratário dependem do estado mecânico inicial do material, que por sua vez é induzido pelos processos de fabricação. Este estado inicial considera o histórico de carregamentos mecânicos e térmicos impostos durante o processo de fabricação, que geralmente não é homogêneo. Por sua vez, o controle do sobrematerial de usinagem depende da previsão de deformações, geralmente não desprezíveis e anisotrópicas, induzidas pelo processo de sinterização [16] e dependentes do estado verde anterior. Dessa forma, a otimização eficaz destes processos depende fortemente do desenvolvimento de modelos computacionais. Os principais problemas encontrados na indústria, para todas as classes de material, são: as dificuldades no projeto dos ferramentais de prensagem, a otimização dos ciclos de prensagem e sinterização e a diminuição do sobrematerial de usinagem, visando-se obter produtos com mínimo custo e propriedades finais desejadas. Neste projeto de pesquisa, a contribuição tecnológica se concentra na etapa do processo de prensagem, na qual a simulação computacional foi utilizada como ferramenta para previsão da geometria final e da distribuição de densidades no compactado.

### **1.1.1 Objetivo científico**

O objetivo científico principal do trabalho foi calibrar experimentalmente os parâmetros do modelo de Drucker-Prager/*Cap* de forma a obter um modelo computacional confiável para simular o processo de prensagem a frio do material refratário granular. A metodologia para atender a este objetivo envolve ensaios mecânicos convencionais (compressão simples, diametral e hidrostática), auxiliados pela técnica de CID e dados da literatura.

### **1.1.2 Objetivo tecnológico**

Tendo validado o modelo computacional para simular o processo de prensagem a frio do material refratário granular, é possível utilizá-lo para análises de interesse industrial. Uma delas é a de distribuição de densidades no compactado verde, possibilitando que a simulação computacional seja uma ferramenta para definição das variáveis do processo de prensagem a fim de obter boa homoge-

neidade microestrutural. Outra análise tecnológica relevante é das solicitações impostas no ferramental de prensagem, não explorada neste trabalho, mas que pode ser realizada tendo um modelo confiável e utilizada futuramente para otimização de seu projeto.



## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Prensagem de materiais refratários

A prensagem é a operação de conformação a partir da compactação de um material granulado (massa) contido no interior de uma matriz rígida ou de um molde flexível, por meio da aplicação de pressão. A operação compreende três etapas principais: (1) preenchimento da cavidade do molde, (2) compactação mecânica da massa e (3) extração da peça. Este é o procedimento de conformação mais utilizado pela indústria cerâmica devido à sua elevada produtividade, facilidade de automação e capacidade de produzir peças de tamanhos e formas variadas. Distinguem-se duas principais modalidades de prensagem: uniaxial e isostática. Na primeira, a compactação do pó se realiza em uma matriz rígida, por aplicação de pressão na direção axial, através de punções rígidos. Se a espessura da peça que se deseja obter é pequena e sua geometria é simples, a carga pode ser aplicada em apenas um sentido (prensagem uniaxial de simples efeito). Por outro lado, para conseguir peças de grande espessura e geometria complexa, sem comprometer a uniformidade mínima necessária, é indispensável que a prensagem seja feita nos dois sentidos (prensagem uniaxial de duplo efeito), também denominado procedimento com molde flutuante [23]. As duas situações são esquematizadas na Figura 2.1.

O atrito entre as partículas do granulado, e também entre elas e a superfície do molde, impedem que a pressão seja integralmente transmitida e de forma uniforme a todas as regiões da peça, o que provoca a existência de gradientes de densidade nos corpos conformados.

Na prensagem isostática, a compactação do pó se dá no interior de um molde com partes flexíveis, sobre o qual atua um fluido pressurizado. Este procedimento promove uma distribuição mais homogênea da pressão sobre algumas superfícies da peça, porém, tem uma produtividade menor. É empregado na fabricação de peças de formas complexas ou em peças nas quais uma das dimensões é muito maior que as demais, como no caso de tubos e barras.

Os objetivos da operação de prensagem, assim como de qualquer operação

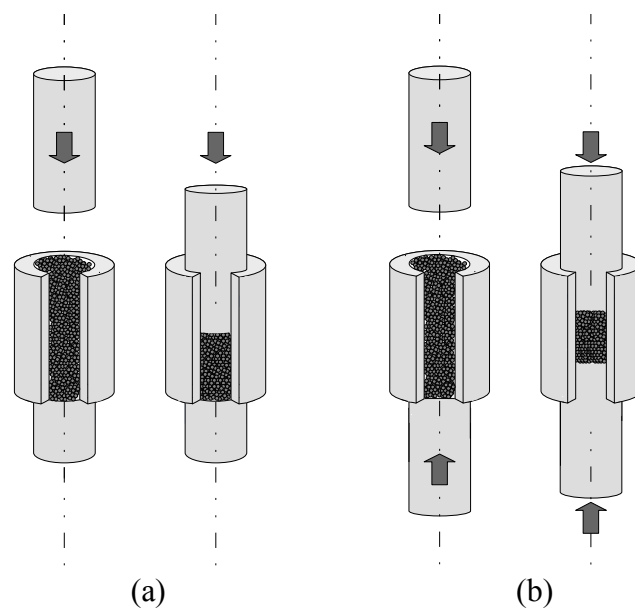


Figura 2.1 Prensagem uniaxial: (a) simples efeito e (b) duplo efeito

de conformação, são obter peças uniformes, compatíveis com as dimensões e a geometria de projeto, com uma microestrutura adequada às características finais desejadas. Tanto a seleção e dosagem das matérias-primas a serem empregadas como as condições de operação envolvidas em todas as etapas do processo de fabricação devem ser consideradas como uma sequência de etapas integradas. De acordo com este conceito de processo global, cada uma das etapas, neste caso a prensagem, não pode ser tratada de maneira isolada, uma vez que sua realização e as características microestruturais da peça a verde dependem das características das matérias-primas, bem como das etapas do processo produtivo que precedem a operação de prensagem.

### 2.1.1 Massa e aditivos de prensagem

Para que a operação de prensagem se desenvolva de maneira adequada é imprescindível que a massa possua, dentre outras, as seguintes características: elevada fluidez, para que durante a fase de preenchimento das cavidades do molde a massa escoe rapidamente e preencha o molde de maneira homogênea e reprodutível; elevada densidade de preenchimento - distribuição granulométrica adequada - para que a quantidade de ar a ser expulsa durante a fase de



compactação seja mínima.

Estes requisitos implicam que a massa deverá ser constituída por partículas de geometria esférica, ou aproximadamente esférica, e textura superficial a mais lisa possível. Assim como nas peças conformadas, as características mecânicas dos grânulos dependem, sobretudo, de sua porosidade, do tamanho das partículas primárias, e da natureza e resistência das ligações químicas que se estabelecem entre elas. Esta última propriedade pode ser alterada mediante o emprego de aditivos [23].

Desta forma, os aditivos a serem utilizados, bem como a proporção com que são adicionados à massa deverão ser definidos tendo em vista o efeito que possam exercer sobre o comportamento mecânico tanto dos grânulos como da peça conformada.

Os ligantes orgânicos têm a função de conferir ao grânulo e à peça conformada verde resistência mecânica, e devem ser empregados em proporções inferiores a 5 % em massa. Os plastificantes aumentam a deformabilidade do ligante e reduzem sua capacidade de adsorção da umidade ambiente. A umidade normalmente atua como plastificante secundário, fator pelo qual deve ser controlada sua quantidade adsorvida no intervalo entre as etapas de granulação e prensagem. O lubrificante tem como funções reduzir o atrito entre os grânulos da massa e a parede do molde durante a etapa de prensagem, e também reduzir o atrito entre a peça conformada e a parede do molde durante a etapa de extração da peça.

No caso de refratários, o ligante utilizado normalmente são lignosulfatos de cálcio e magnésio. No estudo de caso, é adicionado o ligante comercial VIXIL<sup>®</sup>, que também possui propriedades lubrificantes. Segundo orientações técnicas, a umidade deve ser mantida entre 1,5 e 3 %.

### **2.1.2 Preenchimento da cavidade**

Para que a distribuição da quantidade de massa na cavidade do molde seja uniforme e reprodutível, é imprescindível que a massa flua bem sob o efeito das forças de gravidade. O parâmetro que caracteriza a fluidez de uma massa

é o fluxo, o qual é determinado por meio da medida da velocidade com que a massa escoar ( $\text{cm}^3 \text{s}^{-1}$ ), devido à força de gravidade, através do orifício de um recipiente de forma cônica. As características da massa que determinam sua fluidez são a distribuição granulométrica, morfologia, textura superficial dos grânulos e a aderência apresentada pelos grânulos entre si. Na Figura 2.2 é mostrada a relação entre o fluxo e o tamanho médio de grânulo.

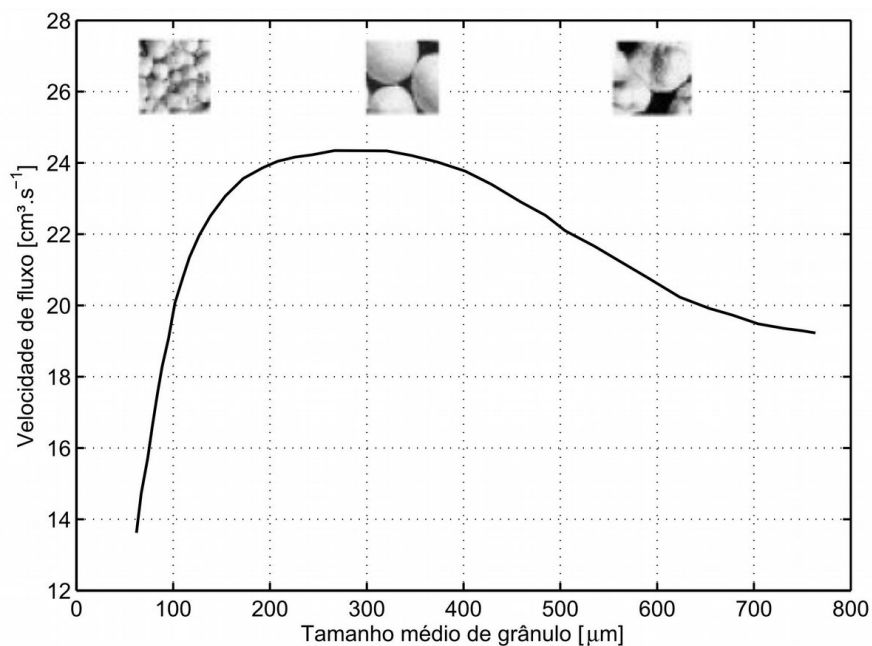


Figura 2.2 Relação entre fluxo e o tamanho médio de grão - Adaptado de Albero [23]

As frações de grânulos de tamanho intermediário, entre 125 e 500  $\mu\text{m}$ , apresentam maiores velocidades de fluxo como consequência da morfologia adequada (praticamente esféricas), e tamanhos relativamente grandes. A faixa de tamanho médio de grânulo inferior apresenta um fluxo menor, pois, fixando-se os demais fatores, a fluidez da massa é reduzida à medida que se aumenta o número de pontos de contato entre os grânulos por unidade de volume. Por outro lado, as frações de grânulos com tamanhos superiores a 500  $\mu\text{m}$  apresentam velocidades de fluxo menores comparadas às frações intermediárias. Isso decorre do fato de que os aglomerados são formados por grânulos grandes, aos quais, durante a etapa de secagem por atomização, grânulos menores se aderiram, resultando em aglomerados de morfologia irregular [23]. O fluxo diminui

à medida que se aumenta o teor de umidade da massa, sendo este efeito mais pronunciado para teores superiores a 5 %. A diminuição deve-se ao aumento das forças de adesão nos pontos de contato existentes entre os grânulos, devido aos efeitos da tensão superficial da água.

## 2.2 Comportamento mecânico de materiais granulares

Os materiais granulares, também denominados materiais particulados ou granulares, podem ser considerados como meios contínuos, formados por partículas do particulado e seus vazios, uma vez que, em situações industriais, as dimensões dos compactados são muito maiores do que as dimensões das partículas do pó e dos poros. Assim, as teorias da elasticidade e da plasticidade no contínuo podem ser aplicadas aos materiais particulados.

Quando as deformações se dão por mecanismos reversíveis, o comportamento mecânico dos materiais é descrito pela teoria da elasticidade. No caso da elasticidade linear e considerando meios contínuos, homogêneos e isotrópicos, apenas dois parâmetros - módulo de elasticidade ou de Young ( $E$ ) e coeficiente de Poisson ( $\nu$ ) - são suficientes para definir o comportamento elástico do material.

Os materiais porosos, no entanto, apresentam, em geral, comportamento linear que é dependente da porosidade. Para este caso, o módulo elástico e o coeficiente de Poisson variam em função do nível de porosidade do material, que pode ser também escrito em função da densidade relativa  $\rho_{rel}$  do compactado verde - que é a razão entre a densidade do compactado e a densidade teórica que o material apresenta na ausência de porosidade. Deve-se considerar que a porosidade pode variar de forma reversível ou irreversível em função do carregamento aplicado. Quando se modela as não-linearidades em função da variação reversível da porosidade, refere-se à poroelasticidade [24], que não será abordada neste estudo. Na poroelasticidade, as propriedades elásticas são dependentes também do estado de tensão ao qual o material está submetido e o comportamento da curva tensão vs. deformação é não linear. Por outro lado, pode ocorrer uma variação dos parâmetros elásticos associada à variação per-

manente da porosidade, que ocorre devido à compactação mecânica do material. Neste caso pode-se considerar a elasticidade como sendo linear para um dado nível de porosidade ou ainda pode-se adicionar a esta forma de modelagem um comportamento também poroelástico.

No processo de prensagem em matrizes rígidas as etapas de descarregamento e desmoldagem são conduzidas mecanicamente com predominância da elasticidade. Já durante a etapa de carregamento, a densificação do pó ocorre por plasticidade, por meio de mecanismos irreversíveis. Nos casos em que há deformações permanentes, a teoria da elasticidade é incapaz de descrever o comportamento mecânico dos materiais, adiciona-se, então, a teoria da plasticidade [25].

Para simulação do comportamento mecânico de materiais cerâmicos usualmente utiliza-se um modelo constitutivo do tipo elasto-plástico numérico, que é definido em função dos invariantes do tensor de tensões. Estes possibilitam definir o estado de tensões em um ponto e tempo de referência, independentemente da orientação do sistema de coordenadas inicialmente adotado, no qual o fenômeno ocorre e é representado por uma matriz simétrica (Equação 2.1):

$$[\sigma_{ij}] = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \tau_{12} & \tau_{13} \\ \tau_{12} & \sigma_{22} & \tau_{23} \\ \tau_{13} & \tau_{23} & \sigma_{33} \end{bmatrix} \quad (2.1)$$

sendo os índices 11, 22 e 33 referentes a um sistema de eixos coordenados ortogonais entre si. As tensões indicadas por  $\sigma_{11}$ ,  $\sigma_{22}$  e  $\sigma_{33}$  são denominadas tensões normais e as componentes  $\tau_{12}$ ,  $\tau_{23}$  e  $\tau_{13}$  são designadas como tensões tangenciais ou cisalhantes.

Um tensor de tensões qualquer pode ser dividido em duas componentes: uma componente esférica, que é puramente hidrostática ( $p$ ), e outra componente anti-

esférica, conhecida como componente desviadora ( $q$ ) (Equação 2.2)

$$\begin{bmatrix} \sigma_{11} & \tau_{12} & \tau_{13} \\ \tau_{12} & \sigma_{22} & \tau_{23} \\ \tau_{13} & \tau_{23} & \sigma_{33} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -p & 0 & 0 \\ 0 & -p & 0 \\ 0 & 0 & -p \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \sigma_{11} + p & \tau_{12} & \tau_{13} \\ \tau_{12} & \sigma_{22} + p & \tau_{23} \\ \tau_{13} & \tau_{23} & \sigma_{33} + p \end{bmatrix} \quad (2.2)$$

sendo  $p$  a tensão normal média, definida por:

$$p = -\frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{3} = -\frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3} \quad (2.3)$$

em que  $\sigma_1$ ,  $\sigma_2$  e  $\sigma_3$  são as tensões principais.

Em estudos da mecânica dos solos e em problemas de prensagem de pós é convencional o uso do sinal negativo na definição de  $p$ , fazendo com que seu valor seja positivo quando o material é comprimido.

A tensão de von Mises,  $q$ , amplamente utilizada para definir o critério de escoamento, representa uma medida das tensões desviadoras e pode ser escrita na forma:

$$q = \sqrt{\frac{1}{2} [(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2]} \quad (2.4)$$

Analogamente ao tensor de tensões, o tensor das deformações pode ser definido. Para compreensão deste trabalho são determinados dois invariantes do tensor de deformações, a deformação volumétrica:

$$\varepsilon_{vol} = \varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33} \quad (2.5)$$

sendo  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{22}$ , e  $\varepsilon_{33}$  as deformações normais nas direções 1, 2 e 3, e a deformação desviadora,  $\varepsilon_{dev}$ :

$$\varepsilon_{dev} = \sqrt{\frac{2}{3} (\varepsilon_{ij}^d : \varepsilon_{ij}^d)} \quad (2.6)$$

sendo  $\varepsilon_{ij}^d$  o tensor desviador das deformações.

Para o caso particular de um estado plano de tensões, o tensor desviador de

deformação é descrito como:

$$\varepsilon_{ij}^d = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} - \frac{\varepsilon_{vol}}{3} & \gamma_{12} & 0 \\ \gamma_{12} & \varepsilon_{22} - \frac{\varepsilon_{vol}}{3} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33} - \frac{\varepsilon_{vol}}{3} \end{bmatrix} \quad (2.7)$$

sendo  $\gamma_{12}$  a deformação por cisalhamento na direção 2 paralelamente aos planos perpendiculares aos eixos 1 e 2. Para este caso, a deformação desviadora é definida pela Equação a seguir:

$$\varepsilon_{dev} = \frac{2}{3} \sqrt{\varepsilon_{11}^2 + \varepsilon_{22}^2 + \varepsilon_{33}^2 - (\varepsilon_{11}\varepsilon_{22} + \varepsilon_{11}\varepsilon_{33} + \varepsilon_{22}\varepsilon_{33}) + 3\gamma_{12}^2} \quad (2.8)$$

Para o caso particular de um estado plano de deformações (com  $\varepsilon_{33} = 0$ ), o tensor desviador de deformação é dado por:

$$\varepsilon_{ij}^d = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} - \frac{\varepsilon_{vol}}{3} & \gamma_{12} & 0 \\ \gamma_{12} & \varepsilon_{22} - \frac{\varepsilon_{vol}}{3} & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{\varepsilon_{vol}}{3} \end{bmatrix} \quad (2.9)$$

Para este caso, a deformação desviadora é definida pela Equação a seguir:

$$\varepsilon_{dev} = \frac{2}{3} \sqrt{\varepsilon_{11}^2 + \varepsilon_{22}^2 - \varepsilon_{11}\varepsilon_{22} + 3\gamma_{12}^2} \quad (2.10)$$

### 2.2.1 Identificação do limite de escoamento

O comportamento elástico dependente da porosidade torna complexa a identificação do limite elástico em ensaios mecânicos. Muitos trabalhos [20, 26–30] caracterizam parâmetros das superfícies de escoamento dos modelos constitutivos a partir das tensões de ruptura em diferentes ensaios mecânicos. Porém, como as superfícies limites dos modelos utilizados são de escoamento e não de ruptura, esta abordagem pode resultar não só na identificação incorreta dos parâmetros, como pode ignorar o encruamento destas superfícies.

Rocco [6] propôs um critério para identificação do limite de escoamento baseado no fenômeno de dilatância (Figura 2.3). A dilatância pode ser definida como

o aumento de volume observado em materiais particulados sujeitos a tensões cisalhantes. Esse fenômeno foi descrito cientificamente pela primeira vez por Reynolds, em 1885, surgindo então o termo "dilatancy" (sugerido pelo próprio autor) [31]. Neste estudo, o autor aborda o tema de maneira fenomenológica e credita o comportamento mecânico não convencional e, até então, inédito dos materiais particulados, às interações interparticulares que diminuiriam o grau de liberdade das partículas e dificultariam o movimento relativo das mesmas com a aplicação de carregamentos mecânicos externos - sendo que as interações interparticulares são função do grau de compactação do material. Portanto, para materiais particulados compactados, o movimento relativo entre suas partículas só se torna possível a partir de um nível crítico de tensão de cisalhamento capaz de vencer a coesão interparticular. Neste estágio de carregamento, o movimento relativo entre as partículas resulta em desempacotamento das mesmas e, globalmente, causa expansão do material. Por outro lado, o cisalhamento de materiais particulados não compactados (pó solto) pode levar à compactação do mesmo, como ocorre nos processos de agitação em que as partículas se rearranjam até determinado grau de empacotamento.

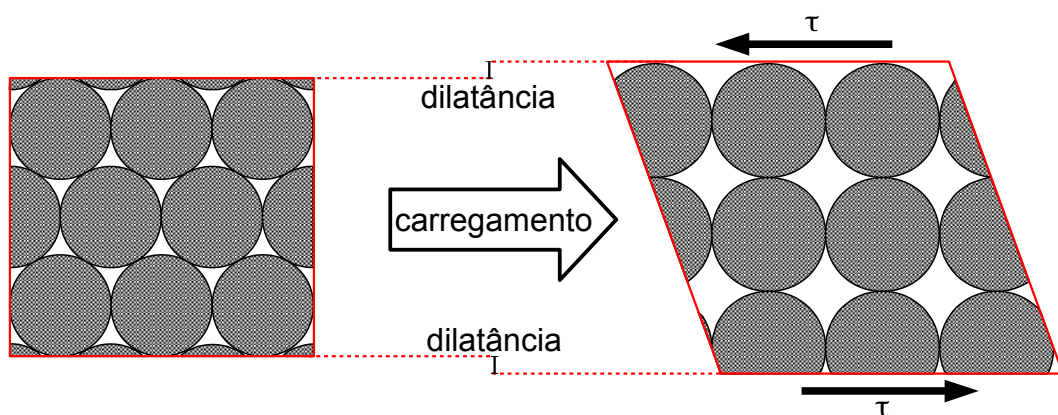


Figura 2.3 Representação esquemática do fenômeno da dilatância, em que há desempacotamento das partículas do pó associada a uma tensão cisalhante crítica [6]

Assim, como ilustrado esquematicamente na Figura 2.3, a aplicação de carregamentos com parcelas desviadoras ( $q$ ) pode causar um desempacotamento das partículas que, por sua vez, causa um aumento no volume do material. Pode-se

estabelecer então que quando um valor limite da tensão de von Mises é atingido, denominado aqui de  $q^{esc}$ , inicia-se o processo de escoamento. O valor de  $q^{esc}$  pode ser definido como aquele que supera as forças de coesão entre as partículas do compactado verde que, em grande parte, advém de contatos mecânicos e atrito, causando um aumento permanente no volume ocupado pelas mesmas. Macroscopicamente, pode-se analisar a evolução da deformação volumétrica ( $\varepsilon_{vol}$ ) como parâmetro para identificação do escoamento. No trabalho de Rocco [6], foi desenvolvida uma metodologia que utilizou a técnica de CID para avaliar a evolução da  $\varepsilon_{vol}$  durante os ensaios mecânicos de pós metálicos. Um procedimento análogo foi utilizado neste trabalho.

### 2.2.2 Identificação de parâmetros elásticos de compactados verdes

Na etapa de carregamento da prensagem uniaxial em matriz rígida, a densificação do pó se dá por mecanismos irreversíveis, representados macroscopicamente pela plasticidade. As etapas de descarregamento e desmoldagem são regidas principalmente pela elasticidade. A metodologia experimental para obter os parâmetros elásticos e plásticos do modelo de material, especificamente, o estudo do comportamento elástico dos compactados verdes - que normalmente apresenta não linearidades devido à poroelasticidade e à densificação - não é consolidada e diverge entre diversos autores, como explicitado a seguir.

Carnavas e Page [24] estudaram em 1998 o comportamento mecânico de pós metálicos durante a fase de descarregamento em uma prensagem uniaxial em matriz rígida. Foram investigados pós com partículas esféricas, dendríticas e irregulares mostrando forte dependência dos parâmetros elásticos com a morfologia das partículas. As medidas foram realizadas para diferentes densidades relativas, no entanto, vale ressaltar que estas propriedades elásticas referem-se ao material confinado.

Chtourou et al. [32] propuseram a identificação dos parâmetros elásticos de compactos verdes metálicos com o auxílio da técnica de ressonância flexural. Identificaram o módulo de Young ( $E$ ) e de cisalhamento para corpos de prova compactados em diferentes níveis de pressão, obtendo a evolução dos parâme-



tros com a densidade relativa do compacto. Esta técnica faz medidas dos parâmetros elásticos dinâmicos, isto é, aplicando-se altas taxas de carregamento, sendo pouco sensível a efeitos relacionados ao tempo, como relaxação e fluência.

Rocco [6] propôs em 2015 a identificação dos parâmetros elásticos de compactos verdes metálicos por meio de ensaios de compressão simples conduzidos em ciclos de carregamento-descarregamento e com o auxílio da técnica de correlação de imagens digitais, em que  $E$  e o coeficiente de Poisson,  $\nu$ , foram identificados a partir da linearização das fases de descarregamento. Os parâmetros também foram identificados para diferentes níveis de densidade relativa.

Para calibrar o modelo de Drucker-Prager/Cap, Zeuch et al. [33] realizaram ensaios hidrostáticos e triaxiais para dois tipos de pós de alumina. Apesar das diferenças mecânicas entre os dois particulados, algumas tendências são observadas: o valor de  $E$  é dependente da pressão e da deformação, enquanto o  $\nu$  é relativamente independente da pressão de compactação. O trabalho apresenta uma visão adicional em relação à dependência dos parâmetros elásticos com a pressão e a deformação volumétrica, uma vez que os mesmos são considerados constantes em outros estudos para materiais cerâmicos [34–37].

Gruber e Harmuth [36] realizaram simulações via MEF da prensagem de tijolos refratários utilizando o modelo Drucker-Prager/Cap. Esse mesmo modelo foi adotado por Gruber et al. [37] na simulação da prensagem de bicos coletores refratários, utilizados na indústria siderúrgica. Em ambos os estudos não é apresentada a metodologia para identificação dos parâmetros elásticos.

Assim, a análise bibliográfica sobre o tema permite afirmar que não há consenso sobre a metodologia experimental a ser adotada para identificação dos parâmetros elásticos de compactos verdes e confirma a escassez de dados sobre materiais cerâmicos refratários.

### **2.2.3 Modelo de Drucker-Prager/Cap (Abaqus<sup>TM</sup>)**

O limite elástico de um material é definido por um critério de escoamento. Acima deste limite, há escoamento plástico. O critério de von Mises é o mais

utilizado para materiais metálicos isotrópicos [38]. O mesmo é representado por uma reta horizontal no plano meridional ( $q$  vs.  $p$ ), não sendo, portanto, sensível à tensão normal média ( $p$ ). Assim, o critério de escoamento depende apenas do valor crítico de escoamento ( $q^{esc}$ ).

Para descrever o comportamento de materiais geológicos (solos e rochas) ou particulados adensados em formas de compactados verdes, recorre-se a outros critérios que consideram os efeitos das tensões normais de confinamento, como o critério de Mohr-Coulomb e o de Drucker-Prager. Neste último caso, a tensão crítica de von Mises ( $q^{esc}$ ) aumenta à medida que o material está sujeito a maiores níveis de confinamento. Assim, quanto maior a magnitude da tensão normal média compressiva ( $p$ ) atuante em um ponto do material, maior será a tensão  $q$  necessária para iniciar o escoamento neste ponto [39]. A representação no plano meridional passa a ser uma reta em que o coeficiente angular é tangente de  $\beta$  e o coeficiente linear é  $d$ , sendo que  $\beta$  é o ângulo de atrito interno e  $d$  é a coesão do material (Figura 2.4).

Tanto no critério de von Mises quanto no de Drucker-Prager, um estado de tensões de compressão hidrostática pode ser aplicado sem que haja qualquer escoamento. Porém, para o estudo da prensagem de pós, pressões hidrostáticas compressivas induzem deformações permanentes no material (adensamento). O modelo de Drucker-Prager/*Cap*, disponível no *software* Abaqus<sup>TM</sup>, é apresentado no plano meridional ( $q$  vs.  $p$ ) na Figura 2.4.

Neste modelo há a introdução de uma superfície elíptica, denominada *Cap*, que limita o critério de escoamento no eixo da tensão normal média, sendo sensível a diferentes trajetórias de carregamento. Este modelo constitutivo permite um mecanismo de encruamento da superfície *Cap* que representa a densificação do pó.

A superfície de Drucker-Prager,  $F_s$ , é descrita pela Equação a seguir:

$$F_s = q - p \tan(\beta) - d = 0 \quad (2.11)$$

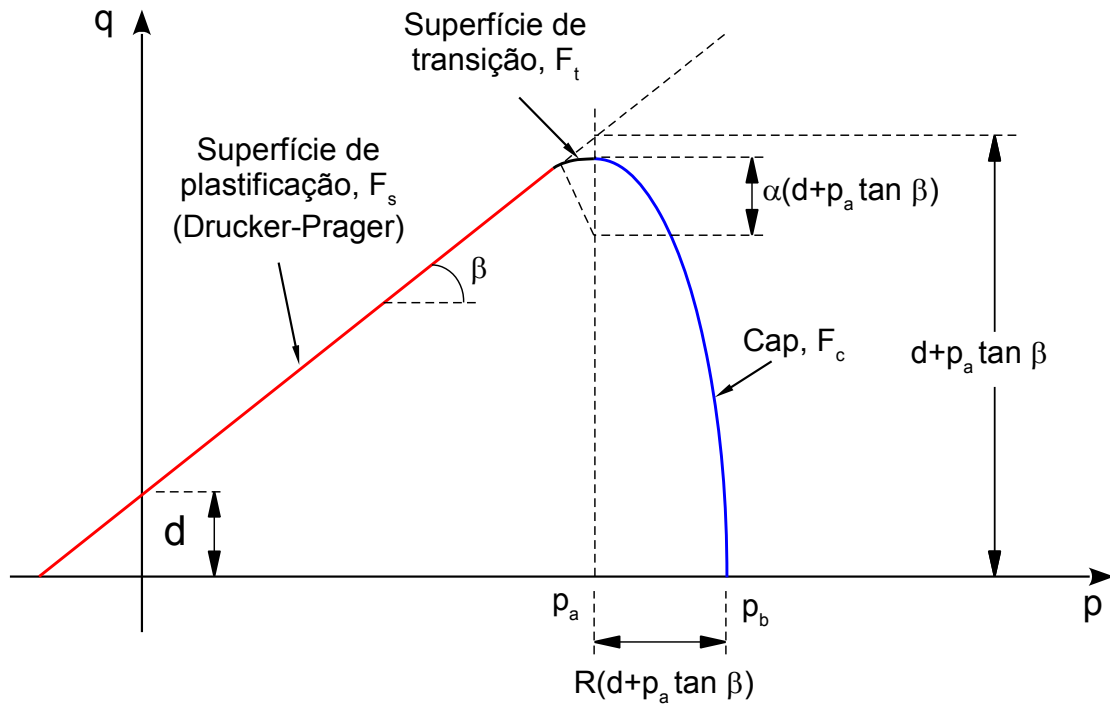


Figura 2.4 Modelo de Drucker-Prager/Cap: superfícies de plastificação no plano meridional [6, 8, 40]

A superfície *Cap*,  $F_c$ , é descrita pela Equação:

$$F_c = \sqrt{(p - p_a)^2 + \left[ \frac{Rq}{1 + \alpha - \frac{\alpha}{\cos(\beta)}} \right]^2} - R(d + p_a \tan(\beta)) = 0 \quad (2.12)$$

$$p_a = \frac{p_b - Rd}{1 + R \tan(\beta)} \quad (2.13)$$

sendo  $R$  um parâmetro do material que controla o formato da superfície *Cap*;  $\alpha$  é um parâmetro da ordem de  $10^{-2}$ , normalmente entre 0,01 e 0,05 [40], utilizado para definir a superfície de transição,  $F_t$ ;  $p_a$ , um parâmetro de evolução que representa o grau de encruamento (compactação) sofrido pelo material durante o escoamento plástico (Equação 2.13);

A superfície de transição,  $F_t$ , entre as superfícies  $F_s$  e  $F_c$ , garante que a curva

do critério de escoamento seja diferenciável em todo o seu domínio

$$F_t = \sqrt{(p - p_a)^2 + \left[ q - \left( 1 - \frac{\alpha}{\cos(\beta)} \right) (d + p_a \tan(\beta)) \right]^2} - \alpha (d + p_a \tan(\beta)) = 0 \quad (2.14)$$

A lei de encruamento é definida pela relação entre a tensão hidrostática aplicada,  $p_b$ , e a deformação plástica volumétrica,  $\varepsilon_{vol}^p$ . O módulo de  $\varepsilon_{vol}^p$  é modificado durante a compactação mecânica do pó. A partir da curva de encruamento, o *software* calcula então o valor de  $p_b$  correspondente, que resulta em um novo valor de  $p_a$ . Este novo valor altera o formato e posição da superfície *Cap* (Equação 2.12), fazendo com que exista diferentes superfícies *Cap* durante a simulação numérica de um processo de prensagem, como esquematizado na Figura 2.5.

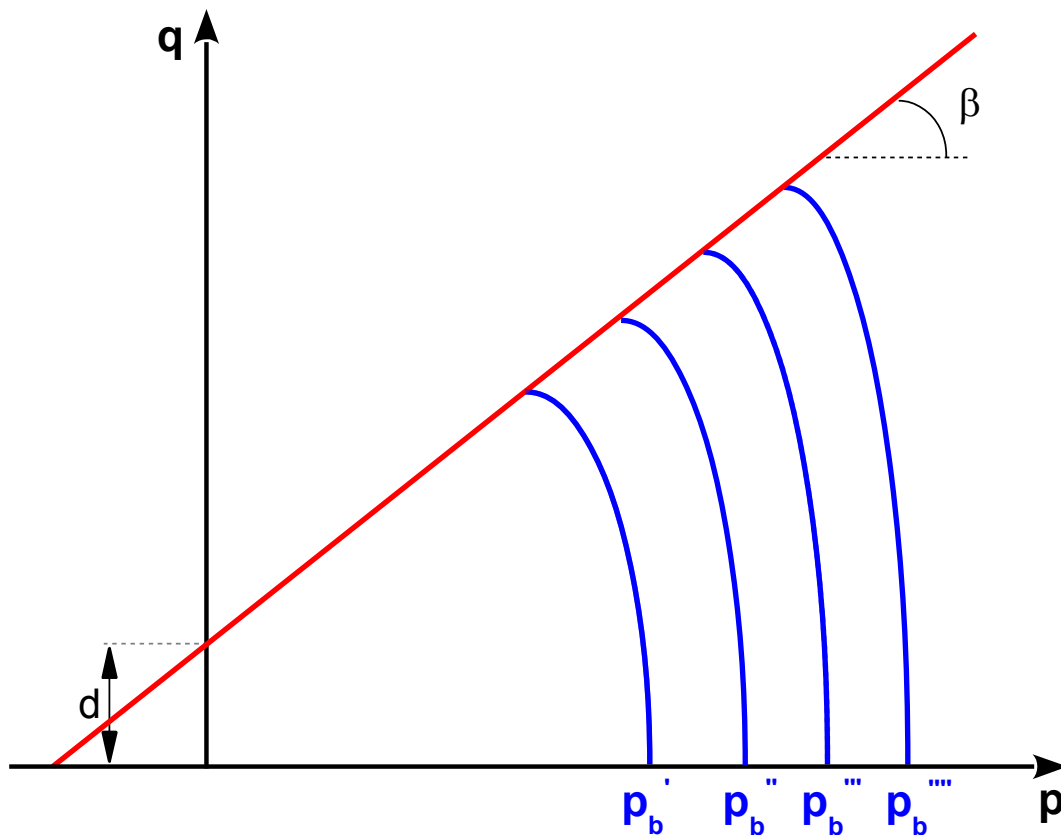


Figura 2.5 Evolução da superfície *Cap* durante a simulação numérica de um processo de prensagem

Sendo assim, para calibrar o modelo de Drucker-Prager/*Cap* são necessários os seguintes parâmetros:

- $E$ : Módulo de elasticidade;
- $\nu$ : Coeficiente de Poisson;
- $d$ : Coesão;
- $\beta$ : Ângulo de atrito interno;
- $R$ : Parâmetro de forma das superfícies *Cap* e  $F_t$ ;
- $\varepsilon_{vol}^p|_0$ : Estado inicial de deformação plástica volumétrica do material;
- $\alpha$ : Parâmetro de forma da superfície de transição  $F_t$ ;
- Curva  $p_b$  vs.  $\varepsilon_{vol}^p$ : Lei de encruamento da superfície *Cap*.

### 2.3 Técnica da correlação de imagens digitais (CID)

A técnica de correlação de imagens digitais consiste na aquisição de imagens por uma câmera digital de alta resolução de uma superfície de interesse que recebe uma pintura apropriada, denominada mosqueado neste texto - são utilizadas as palavras *speckle*, em inglês, e *mouchetis*, em francês, para descrever esta pintura. A finalidade desta pintura é formar um contraste com tons de cinza para possibilitar ao programa computacional de análise o mapeamento de uma malha com nós e elementos. Em seguida, utilizando-se deste programa, realiza-se um cálculo numérico para a medição de campos de deslocamento dos nós e, conseqüentemente, os campos de deformação dos elementos, entre uma imagem de referência e outra imagem deformada [41, 42]. Neste trabalho, as imagens serão processadas pelo *software* Correli-Q4™, implementado em Matlab™ por pesquisadores do LMT - Cachan (França).

O Correli-Q4™ utiliza hipóteses da teoria do fluxo óptico para medir o deslocamento dos pixels e posteriormente obter os campos de deformação. Estas hipóteses são:

1. A intensidade de cada pixel se mantém constante em cada frame

O valor de um pixel na matriz de níveis de cinza é o mesmo em cada frame e não se altera com seu movimento de um frame ao outro. Isto evidencia a importância da luminosidade, que deve ser intensa e constante durante o ensaio.

2. Persistência temporal

A posição do objeto não se altera significativamente entre os frames. Para isso, a superfície do corpo de prova (CDP) deve ser plana e os deslocamentos fora do plano devem ser pequenos.

3. Coerência espacial

Pontos próximos na imagem devem possuir as mesmas características, ou seja, para que um determinado pixel se mova, a redondeza deve se mover de forma semelhante, o que é atendido no caso de pequenas deformações.

A malha utilizada nos cálculos dos campos medidos pela técnica de CID é formada por elementos finitos do tipo Q4P1 - elemento quadrilátero plano de 4 nós - criados a partir da discretização das imagens digitais em pixels. A técnica Q4-CID confere significado mecânico a esta malha e o *software* calcula o deslocamento bidimensional de uma dada superfície. O campo calculado pelo programa é discretizado em nós que compõem os elementos, sendo que cada nó possui coordenadas  $(x, y)$  e é representado por números inteiros [43].

A utilização da CID apresenta vantagens e maior precisão na obtenção de dados em relação aos ensaios mecânicos realizados convencionalmente: 1) fornece uma medida global do deslocamento em inúmeros pontos distribuídos sobre toda a superfície fotografada do CDP, enquanto técnicas convencionais, como o uso de extensômetros, fornecem medidas médias de deformação de uma região escolhida no CDP que consideram somente a posição relativa de dois pontos que limitam essa região; 2) é possível analisar a evolução do campo de deslocamentos e de deformações na superfície do CDP durante o ensaio mecânico; os campos de deslocamentos são calculados a partir dos movimentos relativos dos

pixels das imagens, portanto, eventuais deslocamentos da máquina de ensaios são desconsiderados. Os aspectos negativos da técnica, além da complexidade de implementação, estão relacionados principalmente com a dificuldade na preparação e realização dos ensaios, nos quais são necessários câmera fotográfica de alta resolução, iluminação apropriada e computador para armazenamento das imagens. Isso resulta em maior custo e tempo de processamento de dados.

No presente estudo foi utilizado o programa de CID *Correli-Q4* [41, 42], desenvolvido pelo grupo de pesquisa do pesquisador François Hild do LMT-Cachan (França). Este programa vem sendo utilizado no DEMa pelo grupo de pesquisa do Prof. Rodrigo B. Canto em inúmeras aplicações para a medição de campos de deslocamento e de deformação em diferentes ensaios mecânicos aplicados em diversas classes de materiais, como ensaios de tração [44] e compressão [45, 46] em laminados compósitos de matriz polimérica, tração e compressão simples [47–49], fratura [50], estudo do comportamento viscoelástico [51] e do processo de sinterização [52] em materiais poliméricos, tração e compressão simples em espumas poliméricas [53], compressão simples e diametral em compactados verdes de materiais metálicos [54], ensaios de fratura pelo método da cunha em refratários [55, 56], monitoramento da fissuração de concretos refratários [43, 57] e na análise de ensaios de compressão simples em uma publicação associada ao presente trabalho [58].

## **2.4 Aplicação da simulação computacional no estudo da prensagem de pós**

Por se tratar de uma ferramenta importante, o estudo da compactação e densificação mecânica de pós por meio do método dos elementos finitos (MEF) tem sido tema de diversos trabalhos [5, 7, 8, 10, 28, 59–62]. No entanto, esta temática carece de referências na literatura sobre a simulação da prensagem de materiais refratários, o que dificulta a coleta de dados de materiais análogos ao envolvido no presente trabalho, tais como os parâmetros de modelos constitutivos que poderiam auxiliar na identificação, validação e aplicação das simulações computacionais.

Os modelos numéricos utilizados para simulação da prensagem a frio de pós têm seguido, nos últimos anos, duas abordagens principais: a micromecânica, com aplicação de modelos discretos [63] e a macromecânica, com modelos baseados na mecânica do contínuo [6, 8, 35–37, 64]. Os modelos micromecânicos tratam cada uma das partículas do pó individualmente e são capazes de reproduzir os mecanismos físicos associados ao processo de compactação mecânica de pós. No entanto, são inviáveis para aplicações nos estudos de engenharia e em problemas industriais, devido à sua complexidade e elevado custo computacional. Já a abordagem macromecânica considera que as partículas do pó, os aditivos e o ar intersticial formam um meio contínuo [6]. Apesar da descontinuidade dos materiais particulados (pós) no nível das partículas, quando analisados em escalas dimensionais maiores, como em compactados verdes industriais, a hipótese de meio contínuo é válida. Os modelos baseados na mecânica do contínuo reproduzem a fenomenologia do processo, em que o material - meio contínuo formado pelo conjunto do pó e seus vazios (poros intraparticulares e vazios intersticiais) - é representado numericamente por um modelo constitutivo que considera a compactação, o encruamento e o atrito entre as partículas do pó e entre as partículas e as paredes do molde.

Para o estudo da prensagem a frio de materiais particulados, os modelos constitutivos mais utilizados se iniciaram na geologia e foram adaptados, principalmente, do estudo da compactação de solos. São eles os modelos de Drucker-Prager/*Cap* e Cam-Clay. Um estudo de comparação entre os dois métodos foi realizado em 1999 pelo o grupo europeu PM MODNET [65], utilizando um pó atomizado de ferro. Neste estudo o grupo concluiu que o modelo de Drucker-Prager/*Cap* é mais preciso nas previsões acerca do gradiente de densidade nos compactados, enquanto que o modelo de Cam-Clay mostrou maior precisão na predição dos esforços presentes no ferramental durante a prensagem.

Shima e Mimura [7] utilizaram um dispositivo para realizar ensaios triaxiais em pó cerâmico e comparar os modelos de prensagem de pós metálicos. Variando as relações das tensões aplicadas nas três direções, constataram que a influência da componente de tensão hidrostática no critério para a densificação



de pó cerâmico torna-se mais pronunciada com o aumento da densidade relativa, o que não ocorre com metais particulados.

Bortzmeyer [66] estudou os modelos mecânicos de comportamento de pós para descrever a determinação experimental de um modelo para uma zircônia a ser utilizado na simulação computacional pelo MEF. São apresentados exemplos de cálculos numéricos em que são observadas as principais diferenças no comportamento de pós metálicos e cerâmicos, ressaltando uma maior complexidade na modelagem de particulados cerâmicos. O comportamento mecânico da zircônia foi analisado em um equipamento para ensaio triaxial padrão. Os resultados foram primeiramente interpretados em um modelo elasto-plástico. Posteriormente, notou-se a necessidade da introdução de uma superfície para limitar o critério de escoamento no eixo da tensão normal média (*Cap*).

Aydin et al. [67] estudaram a modelagem da prensagem de alumina e obtiveram os principais parâmetros para calibrar o modelo de Drucker-Prager/*Cap* a partir de um ensaio uniaxial em um dispositivo cilindro-pistão. Esta prensagem uniaxial foi analisada pelo MEF e os perfis de densidades obtidos foram comparados com medidas experimentais, apresentando resultados satisfatórios.

Zipse [34] implementou no *software* Abaqus<sup>TM</sup> modelos constitutivos para os processos de prensagem e de sinterização, que permitiu calcular a distribuição de densidade no compactado verde e a distorção resultante do gradiente de densidades. A determinação dos parâmetros do modelo para a prensagem de uma dispersão de pó de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> contendo 10 vol.% de ZrO<sub>2</sub> foi realizada pela combinação de dados da literatura e experimentos de prensagem uniaxial confinada.

Park e Kim [68] analisaram o comportamento do pó de SiC em prensagem isostática a frio. Foi proposto um novo modelo *Cap* a partir de dados experimentais do pó sob compressão triaxial e para diferentes pressões de confinamento. O modelo em questão foi implementado no *software* Abaqus<sup>TM</sup> e os de Cam-Clay e Drucker-Prager/*Cap* também foram utilizados para comparação com os dados experimentais, sendo que o adensamento do material foi melhor previsto pelo novo modelo *Cap*. A distribuição de densidades foi medida indiretamente pelos valores de dureza e também comparada com resultados das simulações. Foi

constatado no trabalho que as tensões cisalhantes influenciam na densificação em baixas pressões de confinamento.

Zeuch et al. [33] realizaram ensaios hidrostáticos e triaxiais para determinar os parâmetros elásticos e plásticos do material e calibrar o modelo Drucker-Parger/*Cap* para dois diferentes pós de alumina. Devido às grandes deformações associadas aos pós cerâmicos com baixo grau de empacotamento, a identificação foi realizada em um processo de duas etapas, no qual primeiro se determina as relações pressão-densidade para o particulado em compressão hidrostática e, em seguida, CDPs pré-compactados são ensaiados sob condições de carregamentos que induzem tensões desviadoras. Todos os parâmetros do modelo constitutivo foram identificados diretamente por este método, além das propriedades elásticas do material. As propriedades para os dois pós de alumina e o comportamento dos parâmetros do modelo foram analisados em diferentes pressões de compactação até uma pressão máxima de 68,9 MPa. Apesar de existirem algumas diferenças mecânicas detectáveis entre os dois particulados, algumas tendências são seguidas nos dois casos. Os módulos elásticos são dependentes da pressão e da deformação, enquanto o coeficiente de Poisson é relativamente independente da pressão de compactação, mas evoluem em função da deformação. Os parâmetros da superfície de falha por cisalhamento  $d$  (coesão) e  $\beta$  são constantes até a pressão de 68,9 MPa. Os parâmetros do modelo são consistentes com os valores estimados por Aydin et al. [67], no entanto, no último caso os parâmetros elásticos são constantes. Além disso, Aydin et al. supõem que os parâmetros  $d$  e  $\beta$  podem evoluir com a densificação, o que poderia explicar as diferenças entre as densidades previstas na simulação e as medidas no compactado.

Wagle et al. [69] relatam a dificuldade de aplicação de modelos constitutivos para a previsão de gradientes de densidade em aplicações industriais, uma vez que para a obtenção de alguns dos parâmetros são necessários ensaios relativamente complexos, como ensaios triaxiais e prensagem isostática em elevados níveis de compactação. A fim de compreender melhor estes parâmetros e suas influências no gradiente de densidades de compactados verdes, desenvolveram

um estudo de sensibilidade dos parâmetros do modelo de Drucker-Prager/*Cap* via análise estatística. Para materiais cerâmicos granulares, a análise estatística foi realizada considerando o intervalo de valores dos parâmetros apresentado na Tabela 2.1.

Tabela 2.1 Maiores e menores valores dos parâmetros do modelo de Drucker-Prager/*Cap* adotados para pós cerâmicos

Parâmetros	Menor valor	Maior valor
$d$ [MPa]	0,01	0,015
$\beta$ [°]	60	71,5
$R$	0,1	0,87
$p_b$ vs. $\varepsilon_{vol}^p$ (Fig. 2.6)	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	WC-Co
$\alpha$	0,01	0,1
$\varepsilon_{vol}^p _0$	0,01	0,1

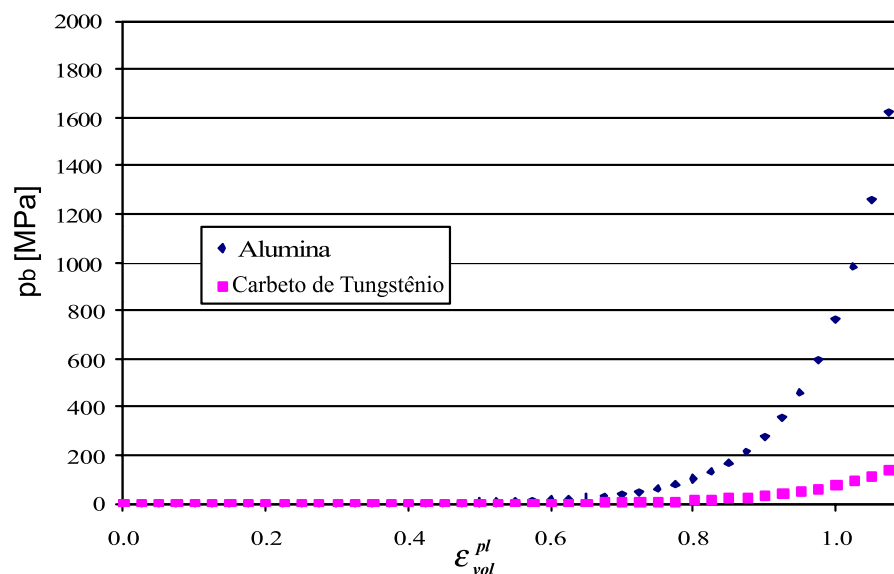


Figura 2.6 Lei de encruamento para pó de alumina e pó de carbeto de tungstênio. Adaptado de [69]

Wagle et al. [69] concluíram neste estudo que tanto para pós metálicos quanto para pós cerâmicos, a ordem de influência destes parâmetros é:

1.  $R$ : Parâmetro de forma da superfície *Cap*

2.  $\beta$ : Ângulo de atrito interno
3. Combinação de  $R$  e  $\beta$
4. Lei de encruamento da superfície  $Cap$   $p_b$  vs.  $\varepsilon_{vol}^p$
5. Combinação de  $R$  e  $p_b$  vs.  $\varepsilon_{vol}^p$

Shang et al. [70] apresentam diferentes procedimentos para calibração de modelos constitutivos para simulação da prensagem de materiais particulados. Na Figura 2.7 são mostrados os diferentes tipos de ensaios para identificar os parâmetros do modelo Drucker-Prager/ $Cap$ .

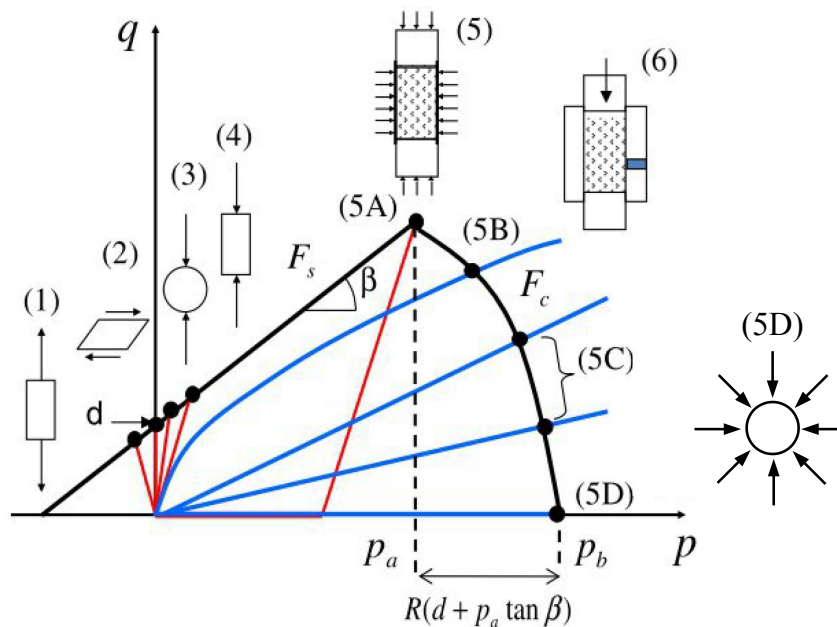


Figura 2.7 Modelo Drucker-Prager/ $Cap$  e os procedimentos experimentais para determinar a superfície de plastificação  $F_s$ : (1) tração uniaxial, (2) torção simples (cisalhamento), (3) compressão diametral, (4) compressão uniaxial. A superfície  $Cap$   $F_c$  pode ser determinada por ensaios triaxiais: (5A) ensaio triaxial (5B) prensagem em matriz fechada, (5C) carregamento radial, (5D) ensaio isostático, (6) prensagem em matriz instrumentada para obtenção da curva relacionada ao ponto (5B). Adaptada de Shang et al. [70]

No trabalho de Shin e Kim [71], o modelo de Drucker-Prager/ $Cap$  foi empregado para um pó de  $Al_2O_3$  obtido via *spray-dryer*, visando investigar numericamente o efeito do caráter compressível na determinação da tensão de ruptura em ensaios de compressão simples. Para materiais particulados, como corpos

verdes de cerâmica, pré-formas metálicas e comprimidos farmacêuticos, os parâmetros da superfície de plastificação por cisalhamento ( $d$  e  $\beta$ ) têm sido determinados convenientemente realizando-se dois ensaios simples - compressão simples e compressão diametral. O estudo de Shin e Kim objetiva analisar o ensaio de compressão simples quanto à sua utilização como ferramenta na determinação da superfície de plastificação por cisalhamento (superfície de plastificação  $F_s$ , Figura 2.4). Materiais compactados são geralmente compressíveis, diferentemente de metais processados por vias convencionais, em que a compressibilidade é desprezível. Portanto, este caráter compressível deve ser considerado na determinação da tensão de ruptura em ensaios de compressão simples.

No entanto, este efeito não tem sido relatado de forma explícita na literatura para particulados [10, 19, 20, 27, 70, 72, 73] e solos coesivos [74]. Por análise de elementos finitos foi verificado o quanto o valor da tensão de ruptura obtido assumindo-se incompressibilidade do CDP se diferencia do valor contabilizando seu caráter compressível. Os parâmetros do modelo de material foram selecionados adotando as propriedades para  $Al_2O_3$  da literatura [34, 75–80], sendo adotado  $E = 10$  GPa,  $\nu = 0,26$ ,  $d = 4$  MPa e  $\beta = 44^\circ$ . No modelo Drucker-Prager/*Cap*, a relação entre a pressão e a deformação plástica volumétrica define a lei de encruamento, que define o movimento da curva *Cap* durante o carregamento. Em geral, essa relação para o compactado verde varia significativamente dependendo do tipo e quantidade do aglutinante adicionado às partículas, do tamanho e forma dos grânulos formados pela interação das partículas e o ligante, e do grau de pré-compactação. No estudo para o  $Al_2O_3$ , a curva  $p_b$  vs.  $\epsilon_{vol}^p$  (denominada  $\epsilon_v^{in}$  no artigo) foi construída arbitrariamente (curva A na Figura 2.8), localizada entre várias curvas para o mesmo material disponíveis na literatura. Outra curva de encruamento, curva B, foi obtida deslocando-se a curva A em -0,1 na abscissa, para considerar o pó com uma curva de encruamento de evolução mais rápida.

Outro trabalho de Shin e Kim [81] aborda as interpretações físicas para os parâmetros da curva *Cap* do modelo modificado Drucker-Prager/*Cap* em relação à curva de tensões desviadoras de um compactado particulado (solo), variando

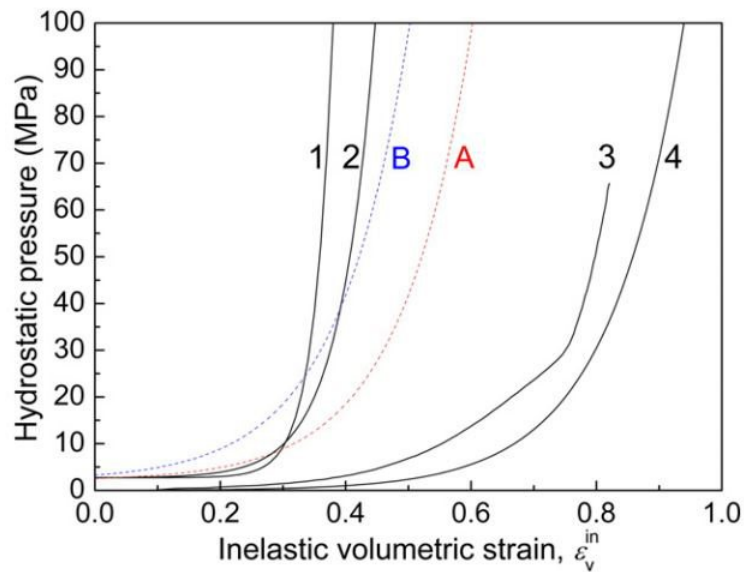


Figura 2.8 Curvas de encruamento para vários compactados de alumina. Curva 1: 99,5%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Zeuch et al. [33]. Curva 2: 94%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Zeuch et al. [33]. Curva 3: Riedel e Kraft [79]. Curva 4: Foo et al. [78]. Curva A: utilizada como a curva de encruamento de referência no estudo. Curva B: utilizada para investigar o comportamento da amostra com uma curva de encruamento de evolução mais rápida que da curva de referência. Adaptada de Shin e Kim [71]

os parâmetros  $R$  e  $\alpha$ . Deste estudo foi inferido que nos modelos constitutivos que possuem uma curva  $Cap$ , a lei de encruamento e o parâmetro de forma da curva  $Cap$  ( $R$ ) controlam o caráter compressível do material no regime de deformação plástica [40, 82, 83]. Assim, para descobrir o comportamento dos compactados com características compressivas diferentes, Shin e Kim [71] utilizaram variações sistemáticas da curva de encruamento (A e B) e dois valores do parâmetro  $R$  para cada curva, sendo 0,25 e 0,5. Como discutido na Seção 2.2.3, além dos parâmetros do material, para o cálculo numérico do modelo constitutivo é preciso definir o parâmetro  $\alpha$  da superfície de transição e o estado inicial de deformação plástica volumétrica do material ( $\varepsilon_{vol}^p|_0$ ). O parâmetro  $\alpha$  impõe a estabilidade do modelo computacional e foi ajustado para  $\alpha = 0$ , uma vez que não ocorreram problemas de convergência durante a análise numérica. De acordo com a lei de encruamento, o valor de  $\varepsilon_{vol}^p|_0$  define a pressão necessária para iniciar a deformação plástica do particulado, descrevendo então o grau de pré-compactação do material particulado. Neste caso, foi considerado  $\varepsilon_{vol}^p|_0 = 0$ , então a pressão

necessária intercepta o eixo  $y$  da Figura 2.8, sendo 2,57 MPa e 3,25 MPa para o particulado com as curvas de encruamento A e B, respectivamente.

Para cada análise, variando  $R$  e a curva de encruamento, foram determinadas duas maneiras de calcular a área da seção transversal de CDPs cilíndricos, uma assumindo incompressibilidade e outra levando em conta a variação volumétrica, que é positiva em compressão. A tensão de ruptura foi utilizada como parâmetro para julgar a necessidade de considerar o caráter compressível do material na determinação da curva tensão axial vs. deformação axial do compactado verde. Quando a tensão de ruptura foi obtida a partir da área da seção transversal determinada unicamente pela deformação axial com base na hipótese de incompressibilidade, o resultado subestima a tensão de ruptura do compactado compressível. O grau de subestimação foi ampliado no caso em que a curva de encruamento evoluía mais lentamente (curva A) e uma maior razão de aspecto da curva  $Cap$ , sendo assim, estes parâmetros também influenciam na determinação da tensão de ruptura. Isto pode ser explicado com base na Figura 2.9, na qual é apresentada uma comparação da evolução da superfície  $Cap$  para um valor elevado e um valor pequeno de  $R$ .

Assumindo que as duas superfícies se localizam inicialmente na mesma posição no eixo de pressão hidrostática ( $p_b$ ), o trajeto de carga atinge a superfície de  $R$  maior, no ponto  $O^L$ , antes de atingir o  $Cap$  de  $R$  menor, no ponto  $O^S$ . Assim, o particulado com valor de  $R$  maior escoou em uma pressão mais baixa. Agora, considerando o estado de tensão atual ( $p$ ,  $q$ ) do CDP durante o carregamento, o  $Cap$  com maior  $R$  se moveu a uma distância maior no eixo de pressão hidrostática - para o ponto  $p_b^L$  - do que o  $Cap$  de menor  $R$  (ponto  $p_b^S$ ). De acordo com a lei de encruamento, uma maior deformação plástica volumétrica se desenvolveu para o  $Cap$  de maior  $R$ . Sendo assim, quanto maior o valor de  $R$ , maior a compressibilidade plástica, o que resulta em uma diminuição da área da seção transversal atual, que leva a uma maior tensão de ruptura. Portanto, o grau de subestimação deste parâmetro pela hipótese de incompressibilidade é maior quando o valor de  $R$  aumenta. O valor do parâmetro  $R$  é determinado tanto por ensaios triaxiais convencionais, como no trabalho de Zeuch et al. [33], quanto

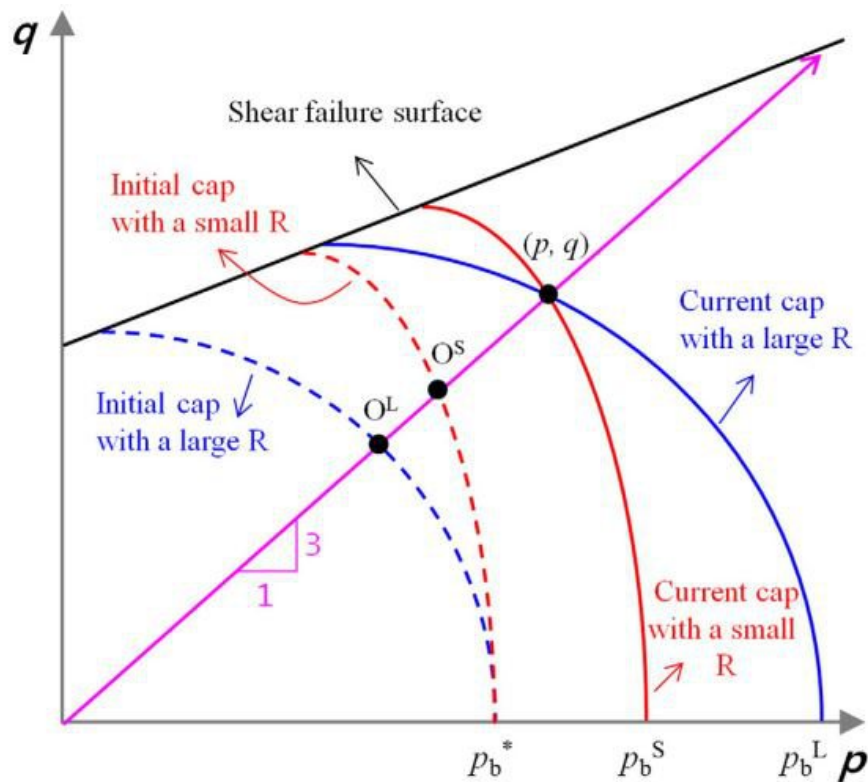


Figura 2.9 Ilustração esquemática para evolução das superfícies *Cap* com um valor elevado e um valor baixo do parâmetro  $R$ . Adaptada de Shin e Kim [71]

por ensaios de compactação confinada em que se medem as tensões axial e radial, realizados por Cunningham et al. [20].

Com base nestes resultados, Shin e Kim [71] propõem que na determinação experimental da superfície de falha por cisalhamento do modelo Drucker-Prager/*Cap* por meio de ensaios de compressão simples, o caráter compressível deve ser considerado, principalmente para particulados em que a curva de encruamento evolui lentamente e/ou com baixo parâmetro de forma da superfície *Cap*. A área de secção transversal do CDP deve ser determinada não apenas pela deformação axial, mas também pela deformação radial. Isto comprova a importância da utilização de técnicas não convencionais, como a de CID, para identificação experimental do modelo constitutivo do material estudado. Com a utilização da técnica de CID as hipóteses acerca da compressibilidade não são necessárias, uma vez as alterações da área da secção transversal do CDP pode ser estimada pelas deformações transversais.



Os parâmetros da superfície de Drucker-Prager para alguns materiais cerâmicos de alguns trabalhos analisados são apresentados na Tabela 2.2.

Tabela 2.2 Parâmetros da superfície  $F_s$  do modelo de Drucker-Prager para materiais cerâmicos

Referência	Material	d [MPa]	$\beta$ [°]
Aydin et al. (1996) [67]	$\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,5	16,5
Zipse, H. (1997) [34]	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> com 10% de ZrO <sub>2</sub>	0,1	65
Park e Kim (2001) [68]	SiC	0,4	55
Zeuch et al. (2001) [33]	94% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,3	26,7
Zeuch et al. (2001) [33]	99,5% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,2	28,5
Gruber e Harmuth (2010) [36]	Refratário (indefinido)	0,25	20
Shin H. e Kim J-B (2015) [71]	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4	44

É possível notar a obtenção de valores com diferenças significativas para materiais de mesma natureza. Estes resultados controversos demonstram a complexidade na identificação de um modelo constitutivo que represente o material em pó, tornando-se necessária a aplicação de técnicas mais precisas para obter parâmetros válidos. Vale ressaltar, no entanto, que esta comparação não é direta mesmo para materiais semelhantes, uma vez que as características físicas desses materiais granulares - formato da partícula e rugosidade superficial - influenciam o comportamento mecânico e, conseqüentemente, o modelo constitutivo.

Nos trabalhos de Henderson et al. [35,64], a simulação via MEF do processo de prensagem isostática a frio de um tubo de material refratário, constituído por grafite, alumina e aglomerante, foi utilizada para definir um molde elastomérico adequado para uma boa aproximação em tamanho e formato do compacto verde desejado. Para representar o comportamento do material, um modelo constitutivo elasto-plástico com uma superfície de escoamento elíptica foi desenvolvido e implementado em uma sub-rotina no *software* comercial Abaqus<sup>TM</sup>. A calibração deste modelo foi realizada por meio de dois ensaios mecânicos: um

uniaxial em um dispositivo cilindro-pistão desenvolvido por Song e Chandler [84], e um ensaio em matriz elastomérica cilíndrica vedada por uma tampa metálica, visando determinar os parâmetros de encruamento do material. O último ensaio não representa uma prensagem isostática perfeita, pois a tampa metálica não é flexível. Para o elastômero, foi adotado o modelo constitutivo hiperelástico de Mooney-Rivlin, calibrado por ensaios de tração uniaxial e compressão hidrostática. As simulações apresentaram boas aproximações com os resultados experimentais para a geometria do componente compactado, destacando a importância da consideração do molde elastomérico nas simulações para o caso de prensagem isostática.

Gruber e Harmuth [36] realizaram simulações via MEF da prensagem de tijolos refratários visando mostrar razões para heterogeneidade e possíveis defeitos indesejáveis no produto. Em uma primeira etapa, os dados foram coletados a partir de um processo de produção, incluindo a massa da mistura preenchida dentro do molde, e carga e o deslocamento durante a moldagem. Foi utilizado o modelo de Drucker-Prager/*Cap* e o *software* comercial de elementos finitos Abaqus<sup>TM</sup>. Os resultados mostraram a influência do atrito entre a mistura e o molde na distribuição de densidades e de tensões no tijolo compactado.

O mesmo modelo constitutivo foi adotado por Gruber et al. [37] para a simulação da prensagem de bicos coletores refratários - utilizados na indústria siderúrgica. A simulação via MEF foi utilizada para quantificar os fatores de influência na distribuição de tensões após a prensagem. Os principais fatores analisados foram o comportamento em compactação do material refratário, coeficiente de atrito entre o material refratário e molde e a geometria do bico coletor. Os parâmetros do modelo de Drucker-Prager/*Cap* foram determinados por ensaios de compactação uniaxial em matriz rígida (ensaio oedométrico) e por um procedimento de análise inversa utilizando um modelo de elementos finitos do processo de prensagem do material [36]. Uma geometria foi selecionada de forma a aumentar a homogeneidade do produto e os resultados mostraram uma elevada influência do atrito entre o molde e o compactado sobre a distribuição de tensões após a prensagem.

Apesar de existirem trabalhos que estudaram os processos de prensagem de materiais em pó cerâmicos [7, 8, 10, 35–37, 64] com o objetivo da aplicação em simulação computacional, em alguns casos de pós cerâmicos refratários, de interesses industriais, os resultados são apresentados de forma normalizada, fornecendo poucas informações sobre o comportamento do material, que poderiam contribuir para o estudo do processo [35]. Ainda, os modelos de material são parcialmente identificados e há falta de critérios definidos para a identificação de determinados parâmetros. Além disso, a aplicação de algumas simplificações podem resultar em aproximações grosseiras nos resultados finais. Uma simplificação adotada com frequência na literatura diz respeito às propriedades elásticas do material, em que muitos trabalhos adotam o módulo elástico e o coeficiente de Poisson como constantes, o que pode não ser adequado para descrever o comportamento não linear de um compactado verde durante situações de descarregamento. A análise do comportamento elástico é crítica no estudo de processos de prensagem em matrizes rígidas, pois a recuperação elástica pode nuclear trincas no compactado verde durante a etapa de desmoldagem.

Os únicos trabalhos encontrados que trazem valores explícitos de parâmetros do modelo de Drucker-Prager/*Cap* para materiais refratários são os de Gruber e Harmuth [36] e Gruber et al. [37]. Estes valores são compilados na Figura 2.10 e na Tabela 2.3.

Tabela 2.3 Parâmetros do modelo elastoplástico de Drucker-Prager/*Cap* utilizado por Gruber e Harmuth [36] e Gruber et al. [37]

parte elástica		superfície <i>Drucker-Prager</i>		superfície <i>Cap</i>		
$E$ [MPa]	$\nu$	$d$ [MPa]	$\beta$ [°]	$\alpha$	$R$	$p_b$ vs. $\epsilon_{vol}^{pl}$
1500	0,2	0,25	20	0,01	0,1	Fig. 2.10

Para o estudo do comportamento do material refratário é necessária a obtenção de informações preliminares referentes ao produto do estudo de caso, como a pressão de compactação para fabricação por prensagem uniaxial dos produtos estudados. Esta informação serve como base para definição dos níveis

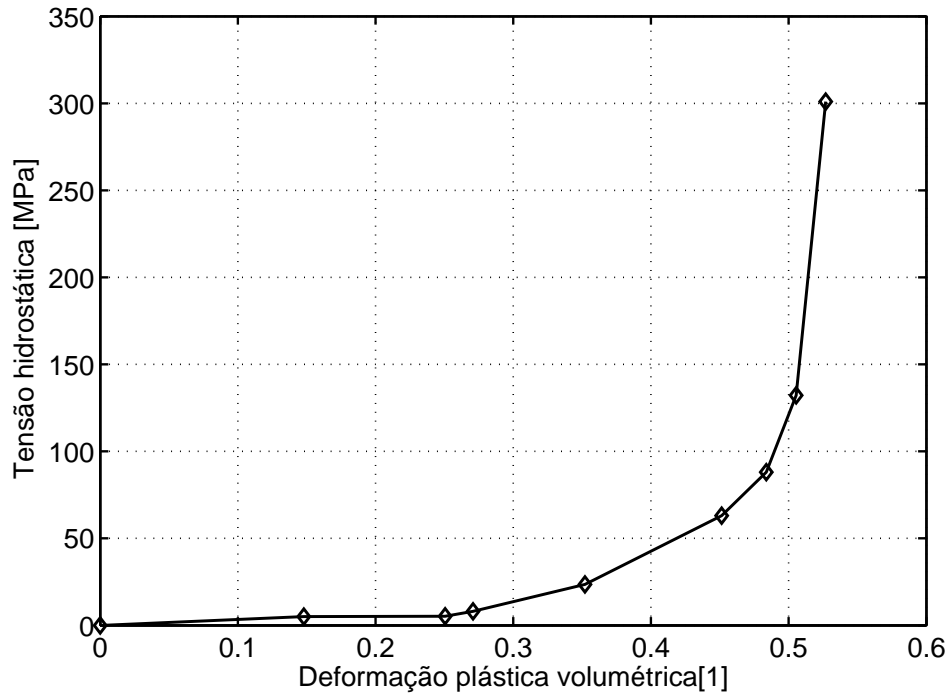


Figura 2.10 Curva de densificação de um material refratário - adaptada de Gruber et al. [37]

de compactação a serem estudados e do tempo de aplicação das pressões na prensagem dos CDPs verdes.

Um dado importante para identificação da curva de densificação do material em função da pressão em prensagem uniaxial é a densidade aparente do pó ( $\rho_0$ ). O valor deste dado pode variar de acordo com o processo de preenchimento dos moldes e, por ser extremamente importante nas simulações computacionais, poderá ser estimado experimentalmente e calibrado durante as simulações.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Material

O pó refratário utilizado neste trabalho foi cedido pela empresa Magnesita Refratários S.A., sendo um sílico-aluminoso (SiAl). O material possui, segundo certificado de análise fornecido pela própria fabricante do produto SIAL-45-RT, que utiliza o pó refratário em estudo (Anexo A), a composição apresentada na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 Composição química do material refratário fornecida pela Magnesita Refratários S.A.

Composição química em base óxidos				
SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O + K <sub>2</sub> O
53,9	40,5	2,4	1,6	0,9

O ligante adicionado ao material é o VIXIL<sup>®</sup> (lignosulfato de cálcio-magnésio), que também possui propriedades lubrificantes. Segundo orientações técnicas, a umidade deve ser mantida entre 1,5 e 3 %.

Os refratários sílico-aluminosos contêm teores de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na faixa de 30 a 45 %, são de caráter ácido ou semi-ácido e as principais fases constituintes são: mulita, cristobalita, quartzo, tridimita e fase vítrea - sendo a mulita a principal fase do ponto de vista refratário. Entre os refratários estruturais, os sílico-aluminosos possuem aplicações diversas como na indústria de cimento e cal, siderurgia, indústria de alumínio e não-ferrosos. Suas propriedades físicas finais dependem, além da qualidade das matérias primas, do processo de mistura, da prensagem e da condição de queima. Sendo assim, o estudo do processo de prensagem é de interesse industrial.

Os refratários sílico-aluminosos são produzidos utilizando chamote - que é o agregado sílico-aluminoso - com grãos em granulometrias diversas, estabilizado pela sinterização prévia (1350 a 1500 °C) de uma ou mais matérias primas precursoras, à base de argila, contendo baixos teores de óxido de ferro e álcalis. Estes últimos óxidos podem comprometer a refratariedade do material com a

formação de fases líquidas durante a queima ou a aplicação em temperaturas menores que a do eutético no sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3$  -  $\text{SiO}_2$  (1587 °C), que tornam-se fases vítreas no resfriamento.

O material selecionado para este estudo é utilizado na fabricação de tijolos e peças refratárias sílico-aluminosas queimadas. Os produtos são resistentes ao choque térmico e ao ataque de álcalis, sendo as principais aplicações fornos rotativos de cimento e cal e fornos de vidro (Anexo A).

### 3.2 Métodos

Nesta seção será apresentada a metodologia utilizada para identificar experimentalmente parâmetros do modelo de Drucker-Prager/*Cap* para simular o processo de prensagem a frio do material refratário granular.

O procedimento para calibração do modelo de material foi dividido nas seguintes atividades:

- Projeto e fabricação de matrizes para a preparação de CDPs do material refratário;
- Fabricação dos CDPs verdes do material refratário granular em diferentes níveis de densificação;
- Identificação da lei de encruamento para o material refratário granulado, a partir de medições de densidades dos CDPs obtidos;
- Realização de ensaios de compressão diametral ou ensaio brasileiro (BR) em cilindros do material refratário. O objetivo deste tipo de ensaio é a identificação dos parâmetros da superfície de plastificação por cisalhamento ( $\beta$  e  $d$ ) sob este determinado trajeto de carregamento;
- Realização de ensaios de compressão simples (CS) em blocos com forma de paralelepípedo regular. Os objetivos deste tipo de ensaio são a identificação dos parâmetros da superfície de plastificação por cisalhamento ( $\beta$  e  $d$ ) sob este determinado trajeto de carregamento e a identificação dos parâmetros elásticos do material em função do nível de densificação;

- Simulações computacionais do modelo com o método dos elementos finitos no software comercial Abaqus<sup>TM</sup>.

### **3.3 Projeto e fabricação de moldes e matrizes para a preparação de corpos de prova**

Para a obtenção das pré-formas dos CDPs, foi necessário o desenvolvimento de matrizes metálicas com cavidades de seção transversal circular (Matriz 1 - CDP em forma de cilindro) e quadrada (Matriz 2 - CDP em forma de paralelepípedo regular).

A Matriz 1, com seção circular, foi projetada e fabricada em aço VC-131. Após a usinagem, as partes foram tratadas termicamente (temperadas) e em seguida, foram retificadas para um acoplamento com folgas mínimas entre o pistão e o cilindro. A geometria e algumas dimensões de referência desta matriz são mostradas na Figura 3.1. Esta matriz foi dimensionada também para suportar altos esforços mecânicos, sendo possível sua utilização em ensaios de compactação uniaxial.

A Matriz 2, com seção quadrada, foi projetada e fabricada em aço VC-131, tratada termicamente após usinagem e com superfícies funcionais retificadas. A geometria e algumas dimensões de referência desta matriz são mostradas na Figura 3.2. O objetivo desta matriz é a obtenção de pré-formas para preparação de CDPs em forma de paralelepípedos regulares para ensaios de compressão simples. Além deste objetivo principal, a matriz foi utilizada para análise da heterogeneidade induzida em CDPs com elevada razão de aspecto (altura/largura), visando a validação do modelo computacional por meio da comparação com a geometria final do CDP obtida nas simulações e, indiretamente, da distribuição de densidades resultante.

### **3.4 Metodologia para a fabricação dos corpos de prova verdes**

Inicialmente, foi elaborado um procedimento para a preparação do material para reduzir a heterogeneidade das amostragens utilizadas em cada etapa do

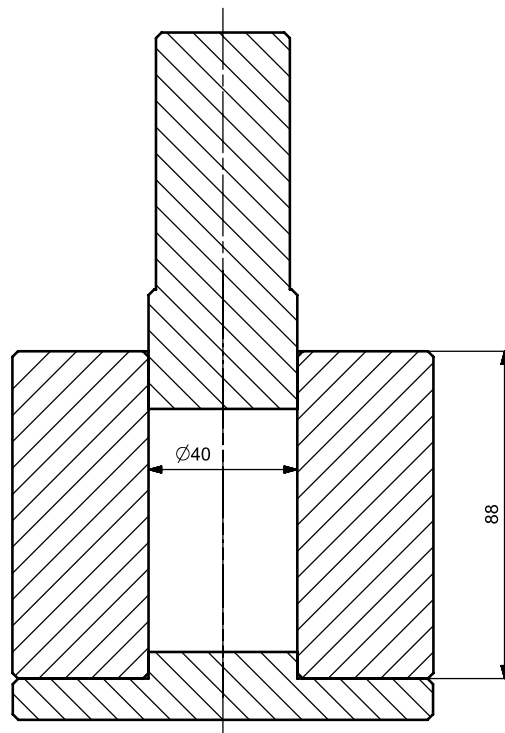


Figura 3.1 Matriz 1 - com cavidade de seção transversal circular para a fabricação de CDPs com forma de cilindro e para a execução de ensaios de prensagem uniaxial, com algumas medidas de referência em [mm]

projeto. O material foi preparado em um misturador intensivo, modelo R02E, marca Eirich Industrial LTDA - disponível no laboratório do Grupo de Engenharia de Microestrutura de Materiais (GEMM) do DEMa-UFSCar - por um tempo de agitação de cinco minutos. A umidade da mistura foi controlada por meio de medições em uma termobalança (GEMM), sendo mantida em  $\approx 1,7\%$ , atendendo às especificações técnicas.

A metodologia para fabricação dos CDPs foi baseada no procedimento desenvolvido no trabalho de mestrado de Rocco [6]. Para os ensaios de compressão simples, os CDPs foram pré-formados na máquina de ensaios INSTRON, modelo 5500R, com o auxílio da matriz metálica rígida de ação uniaxial, com cavidade de seção transversal quadrada de 40 mm (matriz 2). Para minimizar a heterogeneidade induzida pelo processo de prensagem uniaxial em matriz rígida, utilizou-se a técnica de prensagem uniaxial com matriz flutuante - um pistão na parte superior e um pistão de mesmo comprimento apoiado na superfície inferior, sendo a matriz suspensa por uma espuma polimérica que possibilita seu deslo-



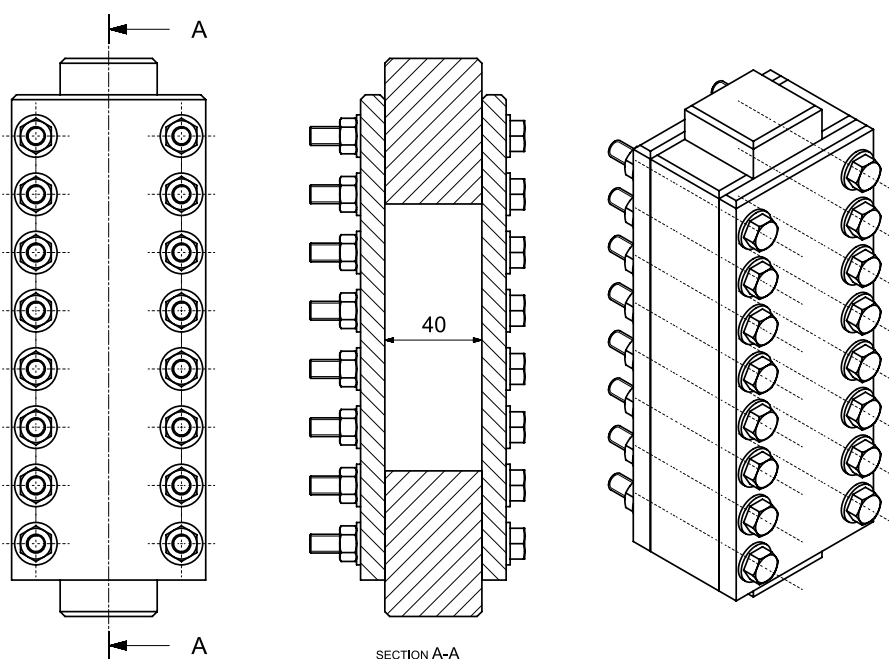


Figura 3.2 Matriz 2 - com cavidade de seção transversal quadrada para a fabricação de CDPs com forma de paralelepípedo de elevada razão de aspecto (altura/largura), sendo que a altura da matriz é de 200 mm

cimento para baixo durante a prensagem. Também, para minimizar a anisotropia induzida na prensagem, foi aplicada uma pressão de compactação, a mais baixa possível, suficiente apenas para imprimir a pré-forma nos CDPs, sendo esta de  $\approx 30$  MPa, aplicada por um tempo de 1 min.

Os CDPs pré-formados foram reprensados em prensa isostática da marca American Isostatic Press, modelo CP360, com capacidade máxima de 500 MPa, até a pressão final desejada por um tempo de 1 min. Para isso, os CDPs foram envoltos com várias camadas de filme polimérico, recobertos por fita adesiva e inseridos em molde elastomérico (preservativos em látex, sem lubrificação). Os níveis de pressão de compactação foram definidos de maneira a incluir a pressão de compactação aplicada na fabricação por prensagem uniaxial dos produtos que utilizam o material em estudo, que varia entre 80 e 120 MPa, aproximadamente, segundo informações fornecidas pela empresa Magnesita Refratários S.A.. Neste estudo, foram adotados quatro níveis de pressão de compactação: 40, 60, 80 e 120 MPa. Após a prensagem final, os CDPs apresentaram forma e dimensões satisfatórias para que a usinagem não fosse necessária e foram en-

tão medidos e tiveram sua massa aferida. Esta metodologia está esquematizada na Figura 3.3(a).

Para possibilitar a aplicação da técnica de CID, os CDPs receberam uma pintura com esmalte sintético em spray para formar o mosqueado. O paralelismo entre as faces do CDP que recebem o carregamento no ensaio de compressão simples foi ajustado fixando-se os CDPs em placas planas de aço por meio da aplicação de resina epóxi nas superfícies inferior e superior (Figura 3.3 (b)).

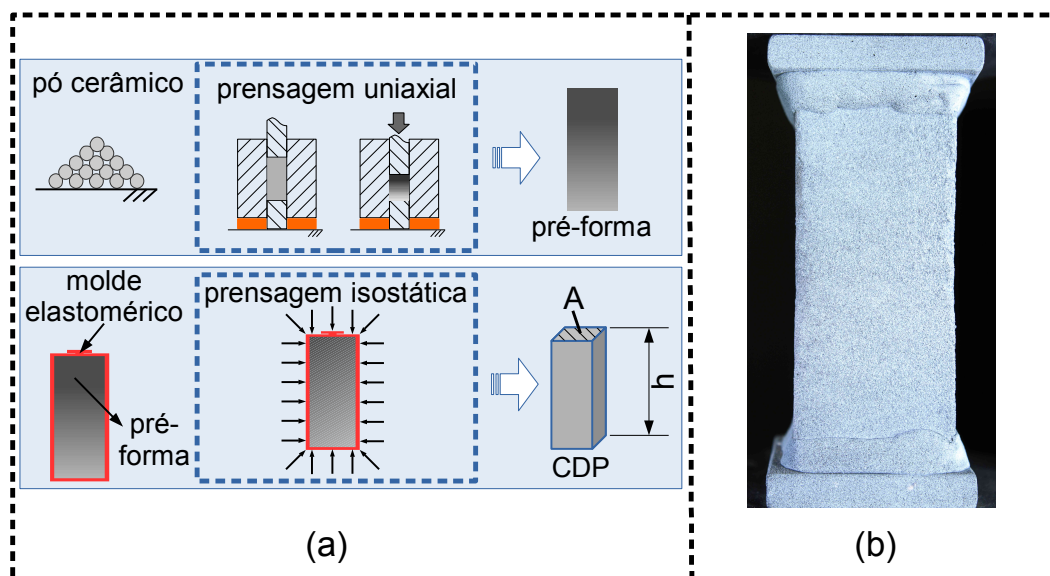


Figura 3.3 (a) Fabricação de CDPs para ensaios mecânicos de compressão simples e (b) fotografia de um CDP após a fixação em placas metálicas e pintura

A fabricação dos CDPs para ensaios de compressão diametral seguiu a mesma metodologia, esquematizada na Figura 3.4, porém foram pré-formados com o auxílio de uma matriz metálica de ação uniaxial constituída por um conjunto pistão e cilindro (matriz 1). Os discos pré-formados foram reprensados em prensa isostática nos mesmos níveis de pressão de compactação - 40, 60, 80 e 120 MPa. Os CDPs foram então medidos e receberam a pintura com esmalte sintético em spray para formar o mosqueado nas duas faces planas dos cilindros.

### 3.5 Identificação da lei de encruamento ( $p_b$ vs. $\varepsilon_{vol}^p$ )

A identificação da curva de densificação do material em função da pressão hidrostática aplicada em prensagem isostática foi obtida a partir da medição do

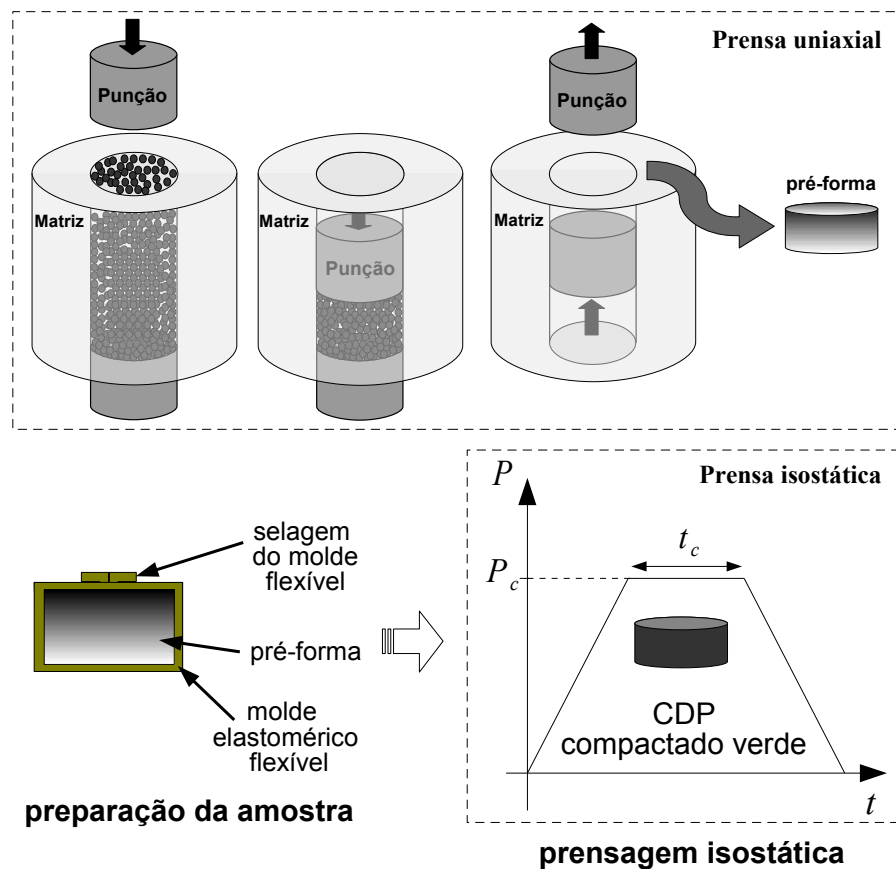


Figura 3.4 Preparação de CDPs para ensaios mecânicos de compressão diametral [6]

volume e da massa dos CDPs compactados sob diferentes níveis de densificação.

Um dado importante presente na curva de densificação é a densidade aparente do pó,  $\rho_0$  (ponto referente à pressão nula). Apesar deste parâmetro ser de extrema importância nas simulações computacionais, seu valor pode variar em função do processo de preenchimento dos moldes, ou seja, este depende crucialmente do grau de agitação e do eventual “preenchimento forçado”, além de depender também da geometria do molde. Para obter um intervalo de referência para estimativa experimental da densidade aparente foi realizada uma análise da influência do preenchimento do molde. Uma proveta de diâmetro aproximado de 62 mm e volume de 600ml foi preenchida com o material e a densidade foi medida para três diferentes razões altura da coluna/diâmetro (H/D). Em seguida, a proveta foi fixada em uma mesa vibratória de um agitador de peneiras para

análises granulométricas, do tipo magnético, marca Bertel Indústria Metalúrgica LTDA (GEMM). Foi mantida uma taxa de vibração constante (intensidade máxima do equipamento) durante 30 minutos e a densidade aparente foi medida para as mesmas alturas iniciais do pó depositado (Figura 3.5). O valor da densidade aparente foi obtido pela medição da massa do material granular depositado na matriz 2, de volume conhecido, na fabricação de um CDP com elevada razão de aspecto. Para aplicação na simulação computacional, foi verificada a coerência deste valor em relação ao intervalo de referência resultante da análise de influência do preenchimento do molde.

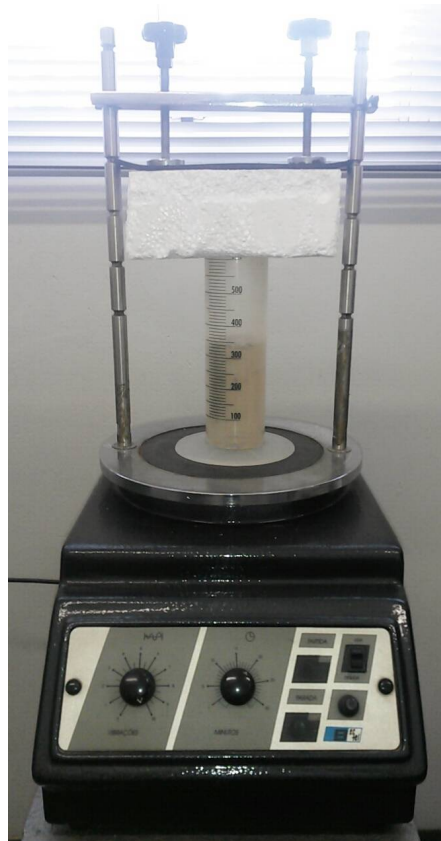


Figura 3.5 Equipamento para análise da influência do preenchimento do molde

A lei de encruamento da superfície *Cap* consiste na relação entre deformação plástica volumétrica ( $\varepsilon_{vol}^p$ ) e tensão hidrostática aplicada ( $p_b$ ). A partir do valor da densidade obtido para cada nível de pressão na identificação da curva de densificação, calcula-se a deformação plástica volumétrica verdadeira ( $\varepsilon_{vol}^p$ ) em

relação ao estado inicial (pó solto) pela relação:

$$\varepsilon_{vol}^p = \ln\left(\frac{\rho_n}{\rho_0}\right) \quad (3.1)$$

sendo  $\rho_n$  a densidade em cada nível de  $p_b$  e  $\rho_0$  a densidade aparente, referente à pressão nula.

### 3.6 Ensaios mecânicos com auxílio da técnica CID

A superfície de Drucker-Prager ( $F_s$ ) é linear no plano  $q$  vs.  $p$  e os parâmetros  $d$  (coesão do material) e  $\beta$  (ângulo de atrito interno) podem ser obtidos por meio da combinação dos resultados de, no mínimo, dois ensaios mecânicos de trajetetos de carregamento distintos (ver a Figura 2.7). Neste trabalho, a superfície  $F_s$  foi determinada a partir de ensaios de compressão simples e de compressão diametral, como apresentado na Figura 3.6

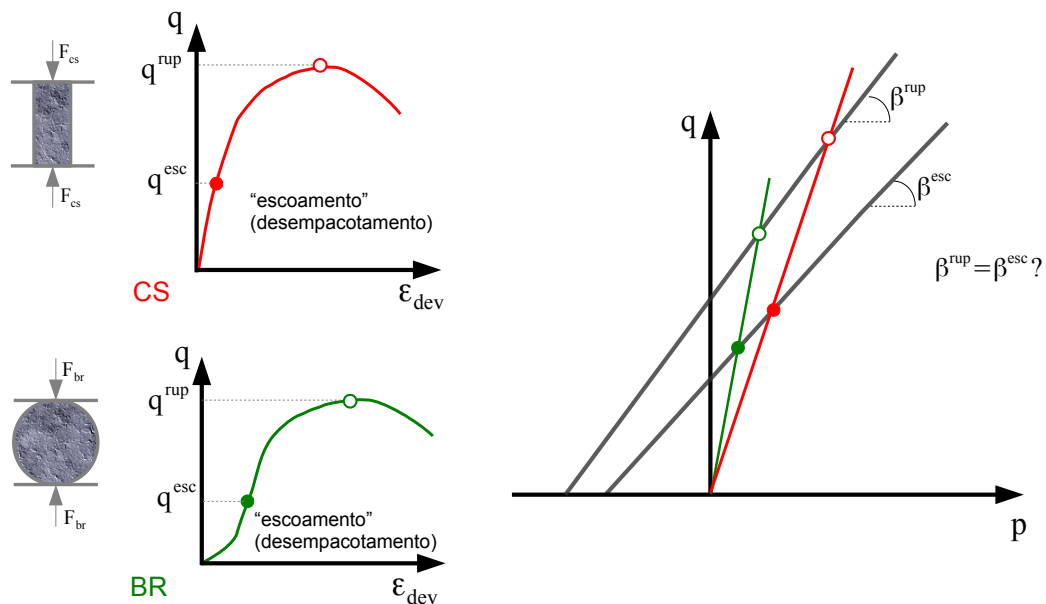


Figura 3.6 Representação da obtenção da superfície de Drucker-Prager por meio da combinação dos resultados de dois ensaios mecânicos de trajetetos de carregamentos distintos - compressão simples e diametral

O tensor de tensões para cada caso está detalhado nas Seções 3.6.1 e 3.6.2. A superfície  $F_s$  foi identificada para o material em diferentes níveis de compac-

tação com o objetivo de avaliar a evolução dos parâmetros do modelo com a densificação mecânica do pó.

### 3.6.1 Ensaios de compressão simples ou uniaxial (CS)

O ensaio de compressão simples induz um estado de tensões uniaxial e o tensor que o representa pode ser escrito na forma da Equação a seguir:

$$[\sigma_{cs}] = \begin{bmatrix} -\frac{F_{cs}}{A} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (3.2)$$

sendo  $F_{cs}$  o módulo da força aplicada e  $A$  a área da seção transversal do CDP. Tem-se, portanto:  $-\frac{F_{cs}}{A} = \sigma_c$  (compressão).

Pode-se, então, reescrever as Equações 2.4 e 2.3 da seguinte forma, respectivamente:

$$q = \sqrt{(\sigma_c)^2} = |\sigma_c| \quad (3.3)$$

$$p = -\frac{\sigma_c}{3} \quad (3.4)$$

Considerando o caso uniaxial de tensões e a hipótese de isotropia do material, foi assumido que as deformações nas duas direções transversais são iguais ( $\varepsilon_{22} = \varepsilon_{33}$ ). O cálculo das deformações volumétrica e desviadora foi feito a partir das Equações 2.5 e 2.6 (ou 2.8), respectivamente, resultando em:

$$\varepsilon_{vol}^{cs} = \varepsilon_{11} + 2\varepsilon_{22} \quad (3.5)$$

$$\varepsilon_{dev}^{cs} = \frac{2}{3}(\varepsilon_{11} - \varepsilon_{22}) \quad (3.6)$$

Os ensaios de CS foram conduzidos em ciclos de carregamento e descarregamento e realizados em uma máquina com atuador servo-hidráulico, marca MTS, modelo 810, equipada com célula de carga de 50 kN de capacidade má-

xima. Para melhor qualidade do ensaio, o paralelismo das placas metálicas que transferem o carregamento da MTS ao CDP foi ajustado com o auxílio de uma rótula que, após a montagem na máquina e ajuste, é travada.

Para aplicação da técnica de CID, as fotografias foram capturadas em instantes determinados durante os ensaios, com câmeras digitais de alta resolução (Canon T5, 18 Megapixels). Duas faces laterais ortogonais foram fotografadas, uma com objetiva Canon Macro 100 mm, o que possibilitou uma análise mais precisa da região central do CDP, e outra com objetiva Canon 18-55 mm, que permitiu enquadrar todo o CDP e as placas de aço. Foi utilizada iluminação artificial com LEDs. Os campos de deslocamentos e deformações nas superfícies dos CDPs foram obtidos por meio do processamento das imagens capturadas pelo *software Correli - Q4<sup>TM</sup>*, implementado em *Matlab<sup>TM</sup>* por pesquisadores do LMT - Cachan, França [41, 42]. A montagem para realização dos ensaios de CS é mostrada na Figura 3.7.

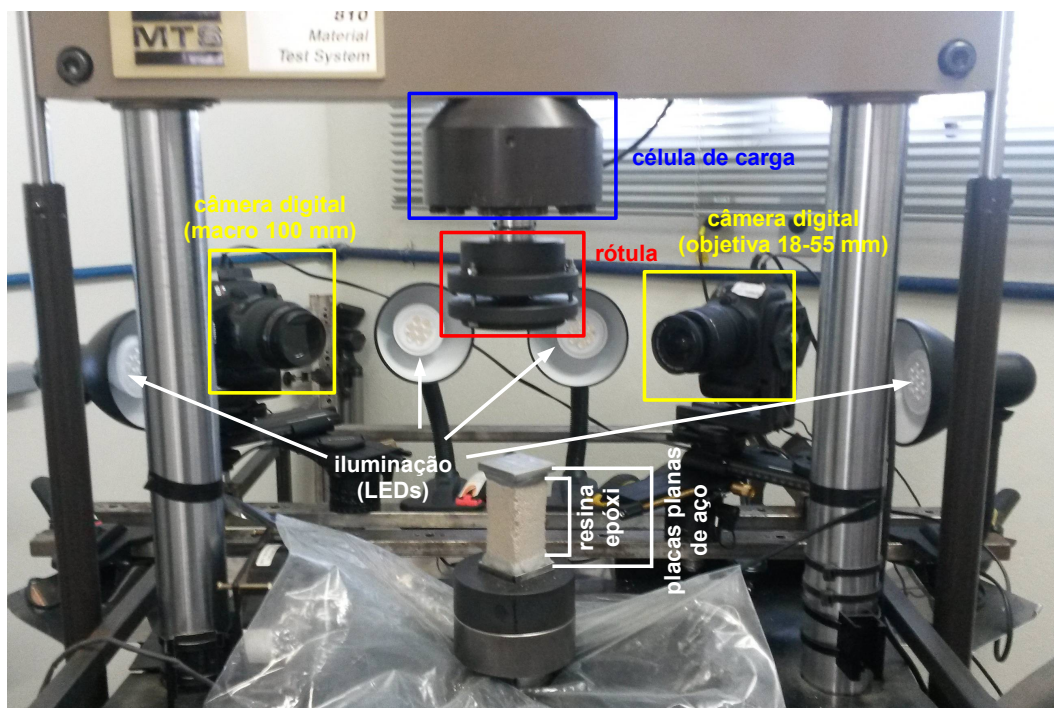


Figura 3.7 Aparatos para realização dos ensaios cíclicos de compressão simples com auxílio da técnica de CID e CDP ajustado com resina epóxi

### 3.6.2 Ensaio de compressão diametral ou ensaio brasileiro (BR)

Uma forma de se estimar o comportamento mecânico dos materiais verdes sob estados de tensão que tenham componentes de tração é por meio de ensaios de compressão diametral ou ensaio brasileiro.

De acordo com a Norma ASTM D3967-08, o ensaio de compressão diametral ou brasileiro consiste na aplicação de uma carga,  $F_{br}$ , em um disco (diâmetro  $D$  e espessura  $t$ , conforme ilustrado na Figura 3.8) ao longo de dois pontos diametralmente opostos, induzindo um estado plano tensões no centro do CDP - os discos devem possuir  $0,20 < \frac{t}{D} < 0,75$  para que a hipótese de estado plano de tensões seja assumida.

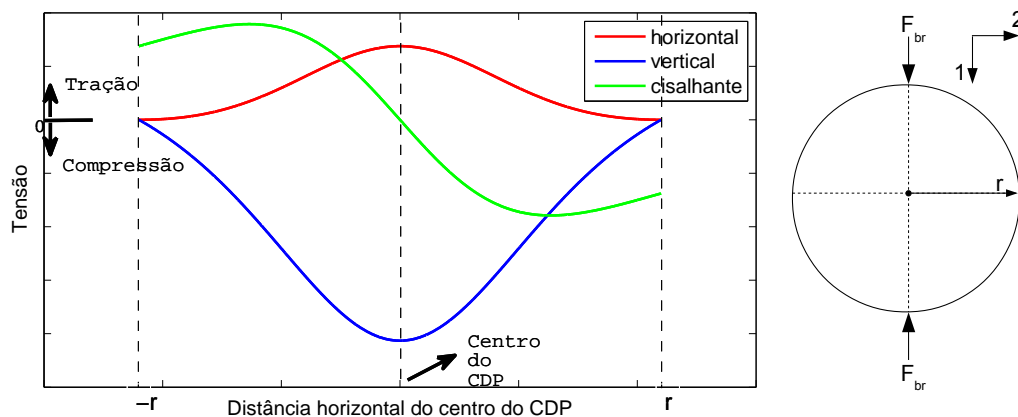


Figura 3.8 Campo de tensões no plano de carregamento do ensaio brasileiro para a condição de estado plano de tensões: solução analítica (extraída da dissertação de mestrado de Rocco, F. O. [6])

Na Figura 3.8 é mostrada a solução analítica para o campo de tensões atuante no plano transversal médio do CDP durante a etapa inicial de carregamento elástico. A linha vertical tracejada central representa o centro do CDP e observa-se que nesta região central ocorrem tensões normais de natureza trativa na direção horizontal e de natureza compressiva na direção vertical (direção de apli-



cação da carga). O tensor de tensões resulta em:

$$[\sigma_{br}] = \begin{bmatrix} -\frac{6F_{br}}{\pi Dt} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{2F_{br}}{\pi Dt} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (3.7)$$

sendo  $F_{br}$  a força, em módulo, exercida pelo atuador,  $D$  o diâmetro do CDP e  $t$  a espessura do CDP. Tem-se, na direção 1:  $-3\sigma_{br} = -\frac{6F_{br}}{\pi Dt}$  (compressão) e na direção 2:  $\sigma_{br} = \frac{2F_{br}}{\pi Dt}$  (tração).

É importante ressaltar que, quando um material com superfície de plastificação do tipo Drucker-Prager é estudado, este estado de tensão não pode ser comparado com o estado de tensão presente em um ensaio de tração simples ou uniaxial. No ensaio brasileiro a direção tracionada é combinada com uma tensão de compressão perpendicular, de intensidade três vezes superior.

Para o caso da compressão diametral, pode-se reescrever as Equações de  $p$  e  $q$ , Equações 2.3 e 2.4, respectivamente, da seguinte maneira:

$$q = \sqrt{\frac{1}{2} [(-3\sigma_{br} - \sigma_{br})^2 + (\sigma_{br} - 0)^2 + (-3\sigma_{br} - 0)^2]} = \sigma_{br} \sqrt{13} \quad (3.8)$$

$$p = -\frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3} = -\frac{-3\sigma_{br} + \sigma_{br} + 0}{3} = \frac{2\sigma_{br}}{3} \quad (3.9)$$

Considerando o caso biaxial de tensões e a hipótese de isotropia do material, o cálculo das deformações volumétrica e desviadora foi feito com base nas Equações 2.5 e 2.6 (ou 2.8), respectivamente. Para os ensaios realizados neste estudo, a componente  $\varepsilon_{33}$  resultou em um valor desprezível em relação às outras. Considerando também que a componente  $\gamma_{12}$  é nula na região central do CDP, as deformações volumétrica e desviadora na região de interesse (região central, mais solicitada) resultam em:

$$\varepsilon_{vol}^{br} = \varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} \quad (3.10)$$

$$\varepsilon_{dev}^{br} = \frac{2}{3} \sqrt{\varepsilon_{11}^2 + \varepsilon_{22}^2 - \varepsilon_{11}\varepsilon_{22}} \quad (3.11)$$

Os ensaios brasileiros foram realizados em uma máquina com atuador servo-hidráulico, marca MTS, modelo 370, equipada com célula de carga de 15 kN de capacidade máxima. O paralelismo entre as superfícies do CDP que recebem o carregamento no ensaio de compressão simples foi ajustado por meio da aplicação de um filamento de resina epóxi em uma folha de material laminado de fibra de vidro e politetrafluoretileno, fixado diretamente nas superfícies inferior e superior dos CDPs (Figura 3.9). O paralelismo foi ainda ajustado com o auxílio da rótula montada na máquina de ensaios.

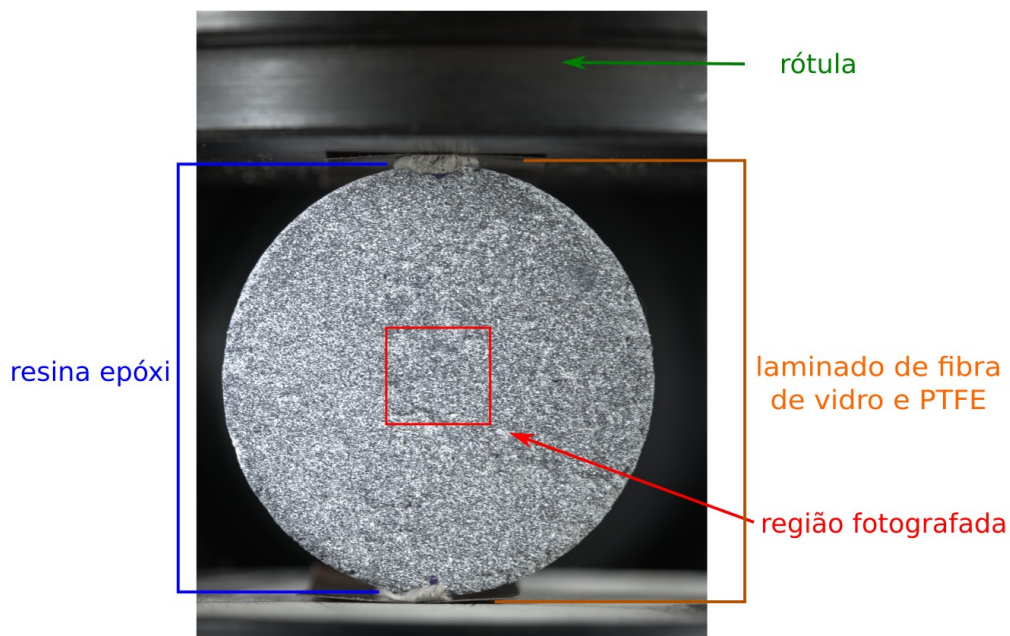


Figura 3.9 Fotografia do CDP ajustado as placas da máquina de ensaio para realização dos ensaios brasileiros

Para aplicação da técnica de CID, as fotografias foram capturadas em instantes determinados na programação dos ensaios, com câmeras digitais de alta resolução (Canon T5, 18 Megapixels). Foram fotografadas as duas faces planas dos cilindros, uma com objetiva Canon Macro 100 mm outra com objetiva Canon Macro 65 mm. Foi utilizada iluminação artificial com LEDs. Os campos de deslocamentos e deformações nas superfícies dos CDPs também foram obtidos por meio do processamento das imagens capturadas pelo *software* *Correli - Q4™*.

### 3.6.3 Identificação do limite de escoamento

Neste trabalho, o critério de escoamento foi baseado no fenômeno de dilatação (ver Seção 2.2.1), conforme proposto no trabalho de mestrado de Rocco [6]. Foi estabelecido que o processo de escoamento segundo a superfície de Drucker-Prager se inicia quando um valor limite da tensão de von Mises é atingido ( $q^{esc}$ ). Este valor limite corresponde à tensão que supera as forças de coesão entre as partículas do compacto verde e causa um aumento permanente no volume. Assim, para identificar o limite de escoamento foi avaliada a evolução da deformação volumétrica,  $\varepsilon_{vol}$  durante os ensaios mecânicos por meio da aplicação da técnica de CID. A partir desta análise, foi obtido o valor da deformação desviadora de escoamento  $\varepsilon_{dev}^{esc}$  e a  $q^{esc}$  correspondente, conforme esquematizado na Figura 3.10.

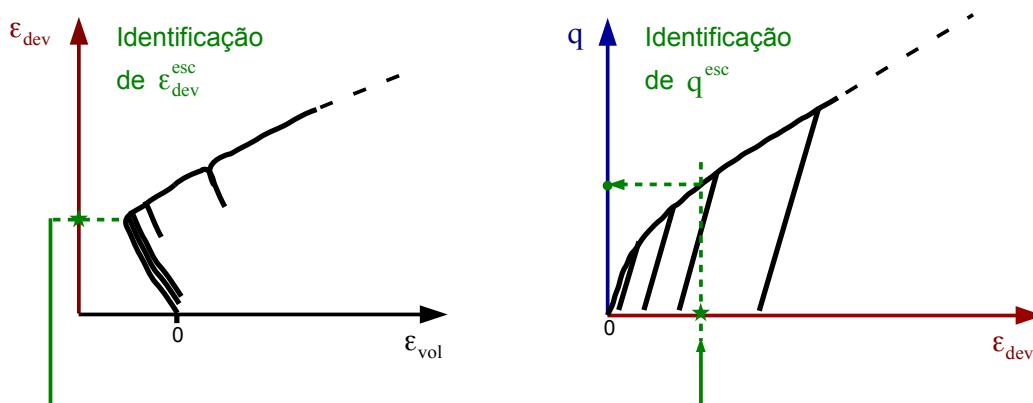


Figura 3.10 Procedimento para identificação de  $\varepsilon_{dev}^{esc}$  e de  $q^{esc}$  para definir o início do escoamento plástico por cisalhamento (associado ao fenômeno da dilatação)

### 3.6.4 Parâmetros elásticos

A análise dos parâmetros elásticos nos ensaios de compressão simples foi realizada a partir de ciclos de carregamentos e descarregamentos sucessivos, com níveis de carga máxima crescentes, conforme esquematizado na Figura 3.11.

Os ciclos foram utilizados para garantir que os parâmetros sejam analisados no regime elástico, portanto, a identificação destes foi realizada nos intervalos

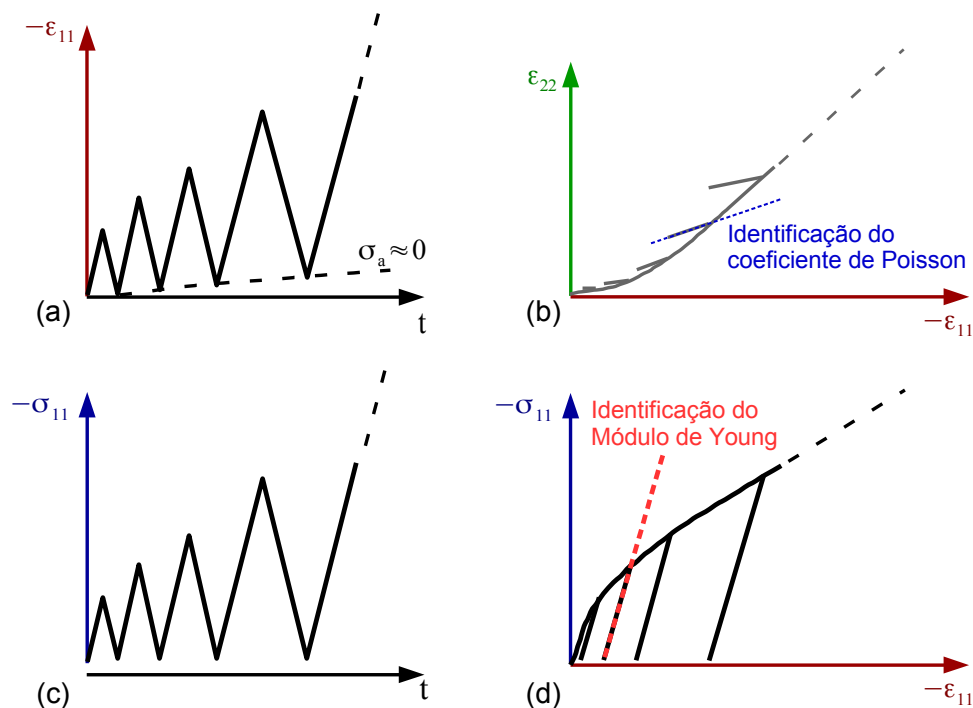


Figura 3.11 Procedimento para identificação dos parâmetros elásticos: (a) curva  $\varepsilon_{11}$  vs.  $t$ ; (b) identificação do  $\nu$  a partir da inclinação da curva  $\varepsilon_{22}$  vs.  $\varepsilon_{11}$ ; (c) curva  $\sigma_{11}$  vs.  $t$  e (d) identificação do  $E$  a partir da inclinação da curva  $\sigma_{11}$  vs.  $\varepsilon_{11}$

de descarregamento e recarregamento. O módulo de Young ( $E$ ) foi obtido pela inclinação da curva  $\sigma_{11}$  vs.  $\varepsilon_{11}$  (tensão axial aplicada - direção longitudinal do CDP (vertical) ou direção do carregamento -  $\sigma_{11}$ , em função da deformação axial,  $\varepsilon_{11}$ ). O coeficiente de Poisson ( $\nu$ ) foi determinado a partir da inclinação da curva  $\varepsilon_t$  vs.  $\varepsilon_{11}$  (sendo  $\varepsilon_{22}$  a deformação transversal à direção do carregamento). Este procedimento foi realizado pelo tratamento dos dados dos ensaios mecânicos por meio de rotinas implementadas no *software* Matlab<sup>TM</sup>.

### 3.7 Ensaios complementares

Ensaio complementares aos ensaios mecânicos foram realizados para caracterização do material e auxiliar na identificação dos parâmetros do modelo de material.

- Técnica de excitação por impulso

Para avaliar a identificação do módulo de elasticidade nos ensaios de CS,

conforme descrito na Seção 3.6.4, foi utilizada a técnica de excitação por impulso. Para as medições foram utilizados dois CDPs fabricados por prensagem uniaxial ( $p = 60$  MPa), seguida de prensagem isostática, até  $p=120$  MPa. Os compactados verdes obtidos possuem a geometria final de tronco de pirâmide e razão de aspecto igual a  $\approx 3$ , uma vez que as condições de fabricação visavam induzir um gradiente de densidades nos CDPs para serem utilizados na validação do modelo computacional. A geometria final de um dos CDPs e as dimensões estão detalhadas na Seção 4.7. O equipamento empregado foi o RFDA (*Resonant Frequency & Damping Analyser*, modelo HT1600, marca IMCE).

A técnica é um ensaio não destrutivo para a determinação dos módulos de elasticidade dinâmicos e do amortecimento de materiais a partir das frequências naturais de vibração.

O procedimento de caracterização de materiais empregando a técnica de excitação por Impulso consiste em excitar o CDP com um leve impulso mecânico e captar a resposta acústica - que tem origem nas suas frequências naturais de vibração, frequências estas que dependem da massa, das dimensões, da geometria e dos módulos de elasticidade - com microfone. O sinal capturado é enviado ao *software* do RFDA, no qual são calculados os módulos de elasticidade dinâmicos e do amortecimento, segundo a norma ASTM E1876 [85, 86].

- Picnometria de Hélio

A picnometria a hélio é uma técnica que permite a determinação do volume ocupado por uma determinada quantidade de material por meio da comparação da variação da pressão de hélio na câmara da amostra e a de uma câmara de volume calibrado. O hélio é normalmente utilizado, porque, para além de inerte, penetra facilmente nos poros das amostras, permitindo assim determinar o volume do sólido com mais rigor. Esta técnica é utilizada para determinar a densidade e o volume real de materiais. A densidade real de uma amostra define-se pela relação existente entre a massa dos

materiais e o respectivo volume real, excetuando todos os espaços vazios e considerando que não existem poros fechados no interior das partículas. A densidade real é um parâmetro muito importante na caracterização e desenvolvimento de produtos, podendo ser aplicado a diversos materiais sólidos ou líquidos não voláteis. Foi utilizado um picnômetro de hélio da marca Micromeritics, modelo AccuPyc 1330.

### **3.8 Análises das superfícies de fratura**

Foram realizadas análises da superfície de fratura de CDPs compactados em cada nível de pressão de compactação adotado neste estudo - 40, 60, 80 e 120 MPa - e utilizados nos ensaios de compressão diametral.

Primeiramente, foi realizada uma observação comparativa por meio da captura de imagens de uma região representativa de aproximadamente 1 cm da superfície de fratura dos CDPs. Foi utilizada uma câmera digital de alta resolução Canon T5, 18 Megapixels, com objetiva tipo macro, com distância focal de 65 mm e com zoom de 5x.

Para uma investigação mais detalhada, as superfícies foram analisadas por microscopia confocal no equipamento LEXT 3D Measuring Laser Microscope, modelo OLS4100, marca Olympus, com 108x de aumento.

Também foram realizadas análises microscópicas das superfícies de fratura utilizando-se um microscópio eletrônico de varredura (MEV) Inspect F50, marca FEI, sob as seguintes condições: voltagem de 25 kV e distância da superfície de 15 mm. As amostras foram recobertas com uma camada de ouro para observação - 130 s de recobrimento e com corrente de 15-17 mA.

### **3.9 Ensaio de validação do modelo computacional**

Para validar o modelo computacional, foi idealizado um ensaio mecânico que tivesse influência de todos os parâmetros do modelo de Drucker-Prager/Cap (Seção 2.4), escolhido para representar o material refratário granular. O ensaio foi realizado em duas etapas: uma prensagem uniaxial confinada em ma-

triz metálica para induzir um gradiente de densidades no compactado verde (Figura 3.12a), e uma prensagem isostática para conferir uma forma geométrica, que não regular devido ao gradiente de densidades induzido pela etapa anterior (Figura 3.12b).

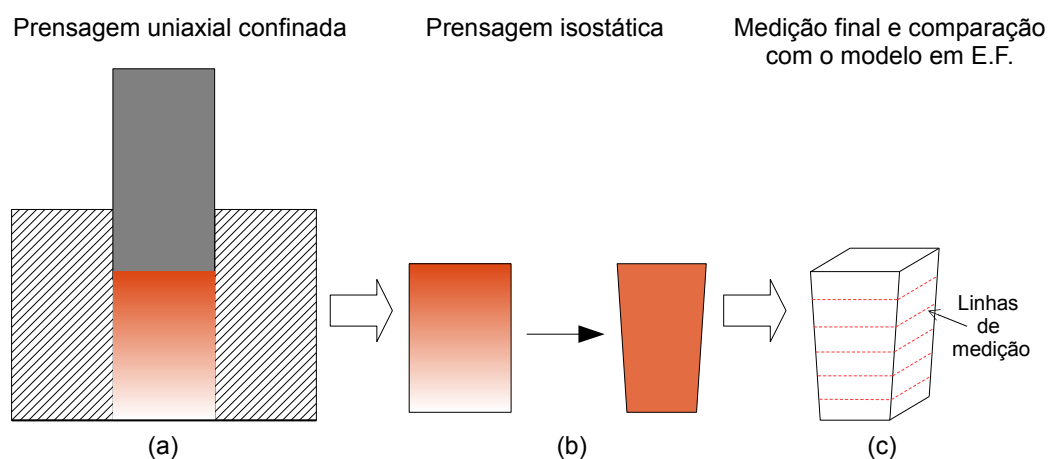


Figura 3.12 Etapas do ensaio de validação: (a) Prensagem uniaxial, (b) Prensagem isostática e (c) Medição da geometria do corpo de prova

A etapa da prensagem uniaxial foi realizada em uma máquina de ensaios universal INSTRON, modelo 5500R, com auxílio da matriz 2. Nesta etapa, foi aplicada uma força de 96 kN, equivalente a aproximadamente 60 MPa na área da seção transversal do CDP. O mesmo foi então extraído da matriz e levado à próxima etapa. Essa foi realizada em uma prensa isostática AIP CP360, aplicando uma pressão de 120 MPa. Por fim, a geometria do compacto foi aferida em linhas perpendiculares ao seu eixo axial, traçadas entres duas faces para medir as larguras finais do corpo de prova ao longo de sua altura (Figura 3.12c).

### 3.10 Simulação do ensaio de validação em elementos finitos

Com objetivo de validar o modelo de material identificado, foi realizada a simulação do ensaio de validação, utilizando o *software* de elementos finitos Abaqus<sup>TM</sup>. Assim como a parte experimental, a análise foi dividida em duas etapas ou modelos: um modelo para representar a prensagem uniaxial do pó cerâmico e outro para representar a prensagem isostática. Os resultados obtidos no modelo para prensagem uniaxial (campos de tensões e deformações) foram

introduzidos no modelo para prensagem isostática utilizando a técnica *Mesh-to-Mesh*, em que os resultados de uma análise realizada anteriormente são interpolados na geometria de outra análise. A análise foi auxiliada por uma rotina *User defined field* em Fortran para implementar a evolução da coesão do material com a pressão de compactação.

O modelo para a prensagem uniaxial consistiu em três partes: pistão, pó e matriz. As condições de simetria possibilitaram simular apenas um quarto da geometria, de forma a reduzir o custo computacional da análise (Figura 3.13a). O pistão e matriz (parte lateral) foram representados por superfícies analíticas rígidas, uma vez que apresentam rigidez muito superior a do pó. Para interação entre as peças, foi utilizado o algoritmo da penalidade com o modelo de atrito de Coulomb. O coeficiente de atrito utilizado foi de 0,1, estimado da literatura [37]. A prensagem se dá na simulação por uma força vertical de magnitude 24 kN (um quarto da força do ensaio pelas condições de simetria utilizadas) aplicada no atuador, seguida de um descarregamento. Foram restringidos os deslocamentos verticais na parte inferior do pó e as condições de contorno da análise e de contato entre as peças estão apresentadas na Figura 3.13b.

No modelo computacional para a prensagem isostática, a geometria deformada da simulação da prensagem uniaxial foi importada para a análise e os campos de tensão e deformação foram interpolados. A primeira parte desta análise consiste no término do descarregamento das faces laterais do CDP da simulação anterior. Após esta primeira etapa, é aplicada uma pressão de 120 MPa na superfície do do CDP e, em seguida, esta pressão é descarregada, de forma análoga ao realizado experimentalmente. A geometria final da simulação pôde ser então comparada com os dados experimentais.

Na Figura 3.14 é apresentada uma visão geral da metodologia abordada para realização do projeto em questão.



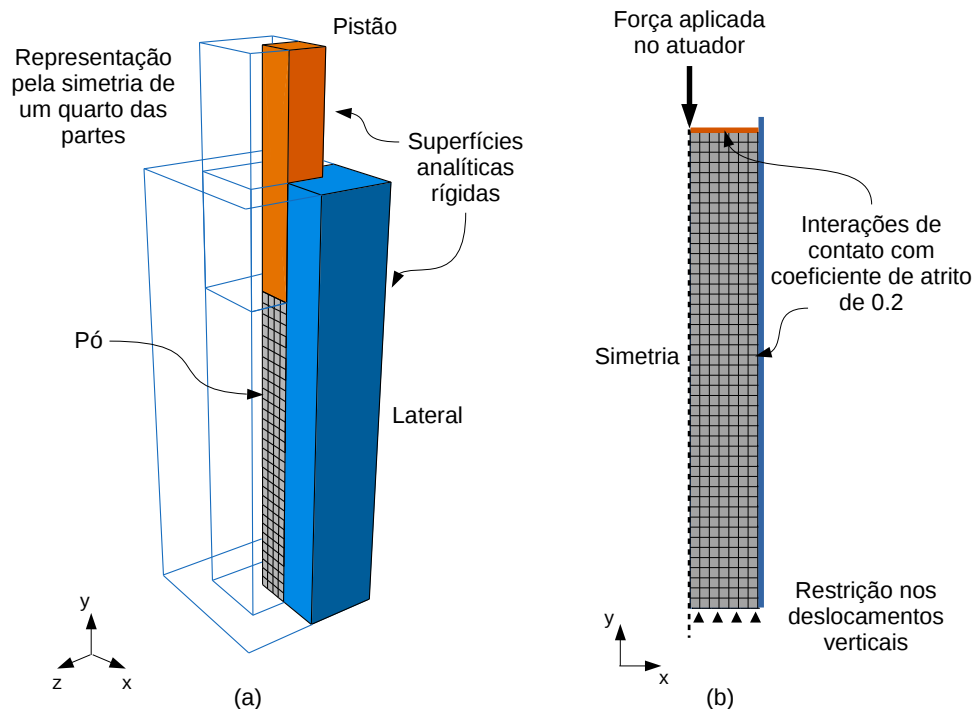


Figura 3.13 (a) Modelo tridimensional utilizando a simetria de um quarto e (b) condições de contorno e de interação apresentadas no plano XY

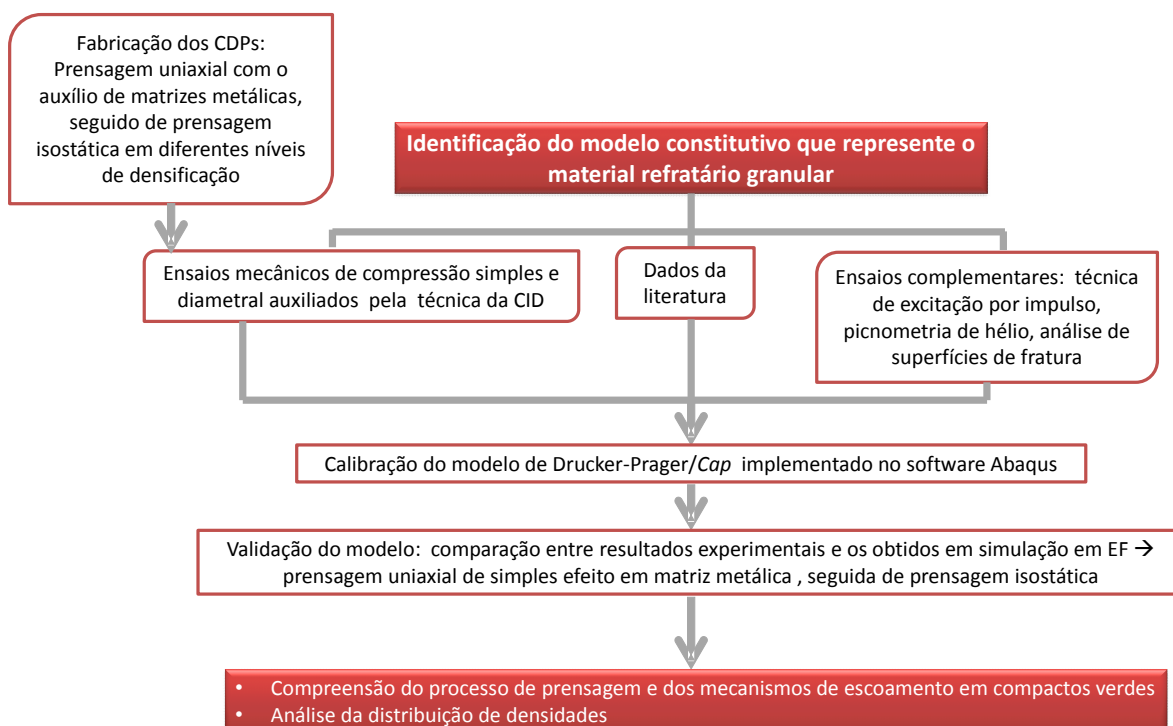


Figura 3.14 Visão geral da metodologia abordada



## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 Prensagem dos CDPs verdes

As caracterizações dos CDPs - obtidos por prensagem uniaxial em matriz rígida para conferir pré-forma, seguida de prensagem isostática - estão apresentadas nas Tabelas 4.1 e 4.2 para ensaios de CS e BR, respectivamente.

Tabela 4.1 Caracterização experimental dos CDPs fabricados para realização dos ensaios de compressão simples

p [MPa]	CDP	H média [mm]	espessura média [mm]	largura média [mm]	volume [mm <sup>3</sup> ]	massa [g]	Densidade [g cm <sup>-3</sup> ]
40	CS25	83,6	39,6	38,8	128406	288,7	2,25
	CS31	82,9	39,5	38,7	126734	289,0	2,28
60	CS24	82,6	39,5	38,9	126982	288,2	2,27
	CS27	82,8	39,6	38,8	127350	289,0	2,27
	CS29	82,5	39,0	39,6	127436	288,6	2,26
80	CS22	82,4	39,3	38,6	125209	288,8	2,31
	CS23	81,1	39,5	38,7	124037	288,0	2,32
	CS30	82,4	39,8	38,9	127495	288,8	2,27
	CS32	81,4	39,5	38,7	124374	289,1	2,32
120	CS26	82,5	39,2	38,6	124647	288,9	2,32
	CS28	82,3	39,5	38,7	125703	289,2	2,30
	CS33	82,9	39,3	38,5	125528	289,0	2,30
	CS34	83,0	39,1	38,4	124618	288,8	2,32

Tabela 4.2 Caracterização experimental dos CDPs fabricados para realização dos ensaios de compressão diametral

p [MPa]	CDP	D médio [mm]	H média [mm]	volume [mm <sup>3</sup> ]	massa [g]	densidade [g cm <sup>-3</sup> ]
40	BR14	39,4	40,5	49246	110,0	2,23
	BR15	39,4	40,7	49558	110,0	2,22
	BR16	39,4	40,5	49312	109,9	2,23
	BR17	39,3	40,6	49361	110,0	2,23
60	BR10	39,0	40,5	48267	109,9	2,28
	BR11	39,0	40,5	48349	110,0	2,28
	BR12	39,0	40,5	48474	109,9	2,27
	BR13	39,0	40,5	48313	109,8	2,27
80	BR18	39,0	40,6	48493	110,0	2,27
	BR19	39,0	40,5	48341	109,8	2,27
	BR20	39,0	40,6	48547	110,0	2,27
120	BR21	39,0	40,5	48366	110,0	2,27
	BR22	38,8	40,5	47945	109,9	2,29
	BR24	38,8	40,6	48006	110,0	2,29
	BR26	38,8	40,3	47569	109,9	2,31
	BR27	38,8	40,2	47517	109,8	2,31

Conforme detalhado na Seção 3.4, os CDPs para ensaios de compressão simples apresentam geometria paralelepípedica e a pré-forma foi obtida na matriz metálica com cavidade de seção transversal quadrada (matriz 2) e aqueles para os ensaios de compressão diametral possuem formato cilíndrico e a pré-forma foi

obtida na matriz metálica com cavidade de seção transversal circular (matriz 1).

#### 4.2 Lei de encruamento ( $p_b$ vs. $\varepsilon_{vol}^p$ )

Como descrito na Seção 3.5, foi analisada a influência do processo de preenchimento do molde na densidade aparente do pó ( $\rho_o$ ) no interior de uma cavidade cilíndrica. Na Figura 4.1, está apresentado o efeito das condições de preenchimento do molde na obtenção de  $\rho_o$  para três razões de altura e diâmetro ( $H/D$ ), antes e após 30 minutos de vibração. Nota-se uma evolução da densidade aparente com o aumento da razão  $H/D$  e com a vibração do material. Para  $H/D=1$ , houve um aumento de aproximadamente 11 % na densidade medida após vibração em relação ao valor medido na condição em que o material foi apenas depositado, devido ao rearranjo das partículas que configura uma compactação inicial do material granulado. Para  $H/D=2$  e  $H/D=3$  esse aumento foi de aproximadamente 15 %.

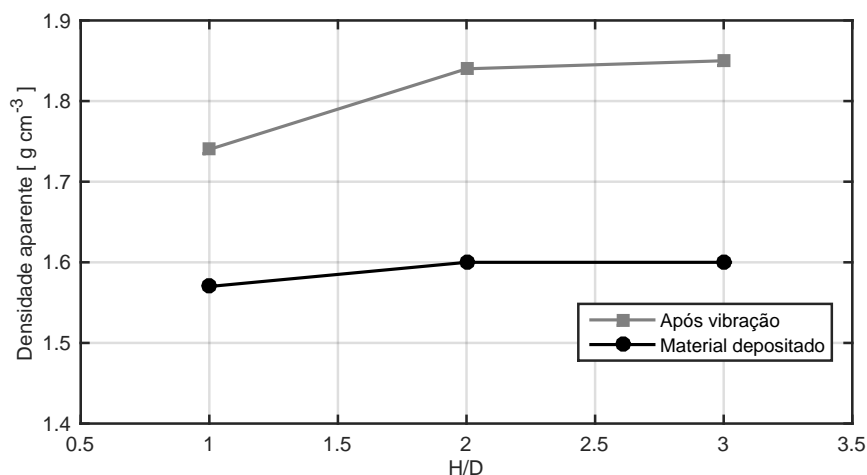


Figura 4.1 Medição da densidade aparente do pó para duas condições de preenchimento do molde - material depositado e preenchimento seguido de vibração - e para três diferentes razões altura da coluna de material /diâmetro da proveta ( $H/D$ ), com  $D \approx 62$  mm

Pode-se concluir que a densidade aparente depende significativamente das condições de preenchimento, o que motivou a medição da densidade aparente do pó refratário na própria matriz utilizada no ensaio de validação do modelo

constitutivo, descrito na Seção 3.9. O valor obtido foi de  $1,55 \text{ g cm}^{-3}$ , que é inferior aos valores obtidos para os casos em que o material foi apenas depositado. Esta variação corrobora com a necessidade de avaliação deste parâmetro em função do processo de preenchimento, quantidade de material e características do molde. Para fabricação dos CDPs neste estudo, o preenchimento se deu por meio da deposição do material, assim,  $\rho_o$  deve estar sempre abaixo do limite superior no intervalo de densidades obtido (Figura 4.1).

A lei de encruamento foi identificada na etapa de fabricação dos CDPs. A curva da densificação do material em função da pressão hidrostática aplicada em prensa isostática é apresentada na Figura 4.2.

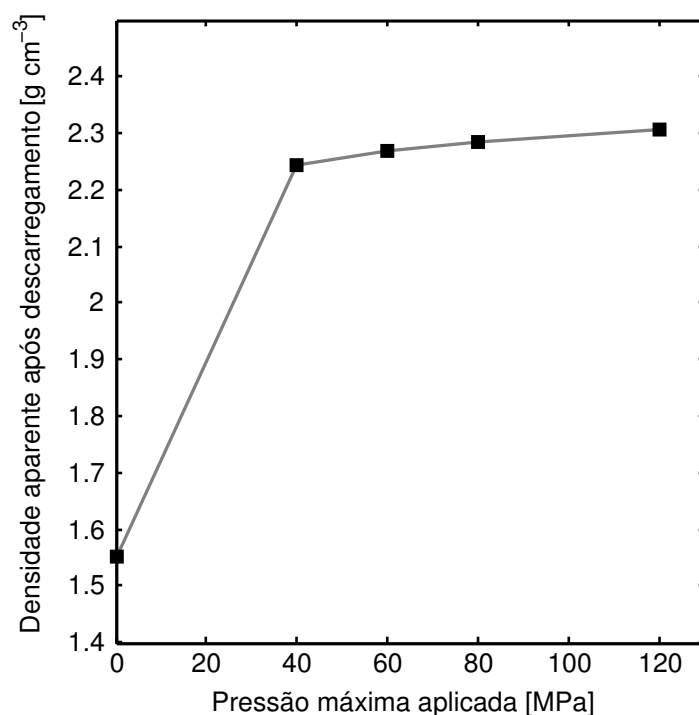


Figura 4.2 Curva da densificação do material em função da pressão hidrostática aplicada em prensa isostática

Na Figura 4.3 está apresentada a curva  $p_b$  vs.  $\varepsilon_{vol}^p$  que possibilita ao Abaqus<sup>TM</sup> estabelecer a lei de encruamento da superfície  $Cap$ . Os dados foram obtidos a partir dos valores de densidade aplicados na Equação 3.1 (pág. 45). Esta lei é inserida em forma de uma tabela e o *software* Abaqus<sup>TM</sup> realiza uma interpolação linear entre os pontos.

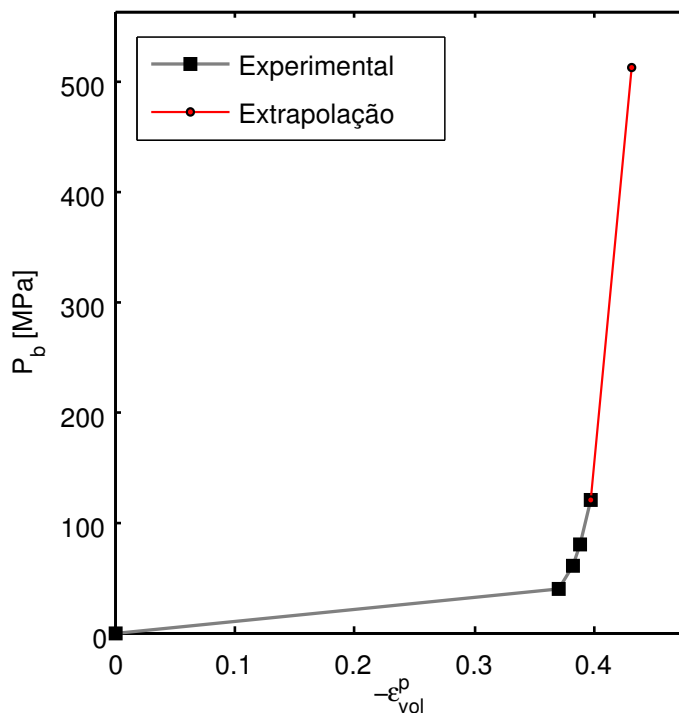


Figura 4.3 Lei de encruamento da superfície *Cap*

Observa-se também na Figura 4.3 uma extrapolação até um ponto fictício de pressão de 512 MPa e deformação de 0,43 (obtida a partir da densidade de  $2,38 \text{ g cm}^{-3}$ , que é ajustado empiricamente). Este artifício é utilizado para se evitar erros numéricos nas simulações, pois porções muito pequenas da peça compactada na simulação podem estar sujeitas a deformações excessivas irreais, por imprecisões dos modelos, como elementos finitos distorcidos. Mesmo que os valores de pressão e deformação adotados para este ponto não sejam reais, a influência deste ponto nos resultados finais das simulações é insignificante. A densidade ajustada na extrapolação é inferior ao valor da densidade teórica do material, igual a  $\approx 2,8 \text{ g cm}^{-3}$ , obtida por meio da aplicação da técnica de picnometria de hélio.

### 4.3 Ensaios de compressão simples

Para avaliar o comportamento mecânico do material, foram estudados quatro níveis de compactação: 40, 60, 80 e 120 MPa. Foi utilizada a seguinte terminologia na definição das variáveis e direções relacionadas aos ensaios mecânicos:

- $\varepsilon_{11}$ : deformação normal na direção 1 - direção longitudinal do CDP (vertical) ou direção do carregamento;
- $\varepsilon_{22}$ : deformação normal na direção 2 - direção transversal do CDP (horizontal) ou direção perpendicular à direção do carregamento;
- $U_{11}$ : deslocamento na direção 1;
- $U_{22}$ : deslocamento na direção 2.

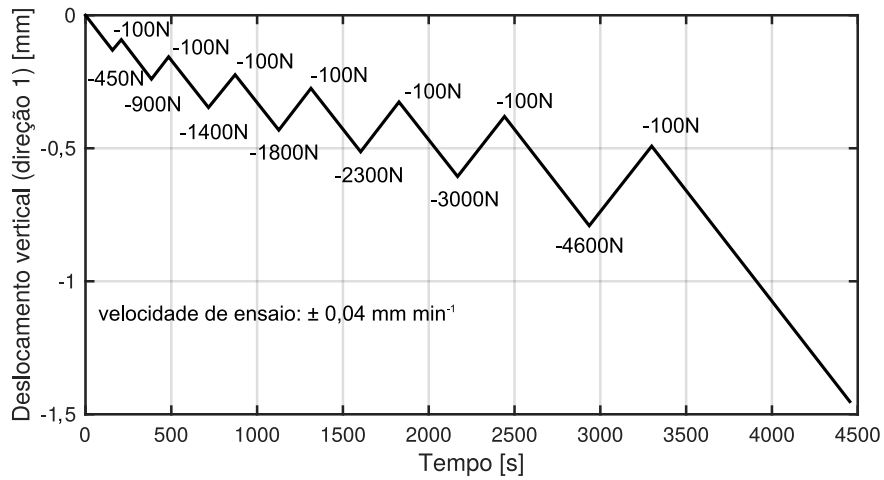
Com a utilização da técnica de CID, os campos de deslocamentos e deformações são calculados a partir dos movimentos relativos dos pixels das imagens, portanto, as folgas e a flexibilidade da máquina de ensaios são desconsideradas.

#### 4.3.1 Exemplo de resultados típicos obtidos de um ensaio de CS

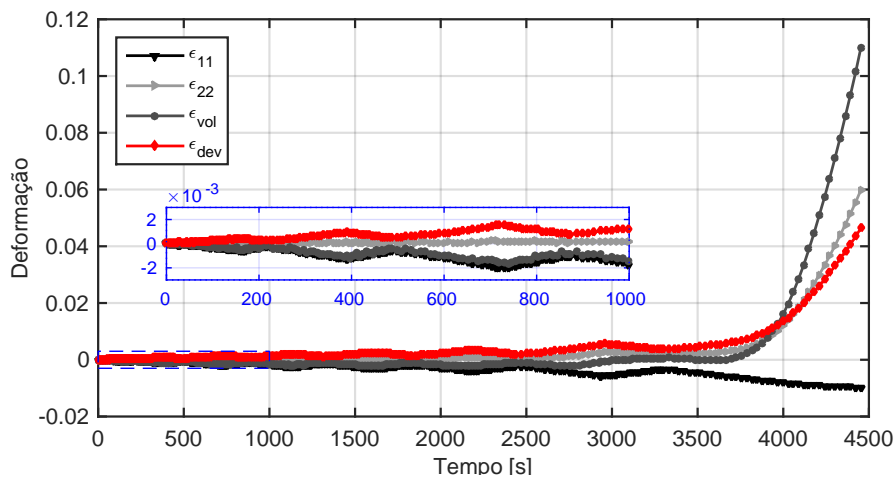
As análises apresentadas a seguir referem-se a um ensaio de compressão simples com ciclos de carregamentos e descarregamentos de um CDP fabricado no maior nível de densificação, isto é, prensado com  $p=120$  MPa. Para os demais níveis, os resultados apresentados não foram detalhados, uma vez que foram aplicados procedimentos análogos ao caso abordado. Os resultados dos ensaios de CS para um CDP prensado em cada um dos outros níveis de compactação são apresentados no Apêndice A (pág. 107).

Para os ensaios de compressão simples, utilizou-se uma pré-carga de 100 N e velocidade do atuador de  $0,04 \text{ mm min}^{-1}$ . Na Figura 4.4 (a) é apresentada a programação do ensaio que contém sete ciclos de carregamento e descarregamento, seguido de um carregamento final até a falha do CDP. Utilizou-se os resultados obtidos no CDP 26 para servir de exemplo típico do comportamento mecânico do compacto verde sob CS. Nesta curva tem-se os deslocamentos do atuador da máquina de ensaios em função do tempo e a indicação das forças programadas para os picos de carregamento e vales de descarregamento.

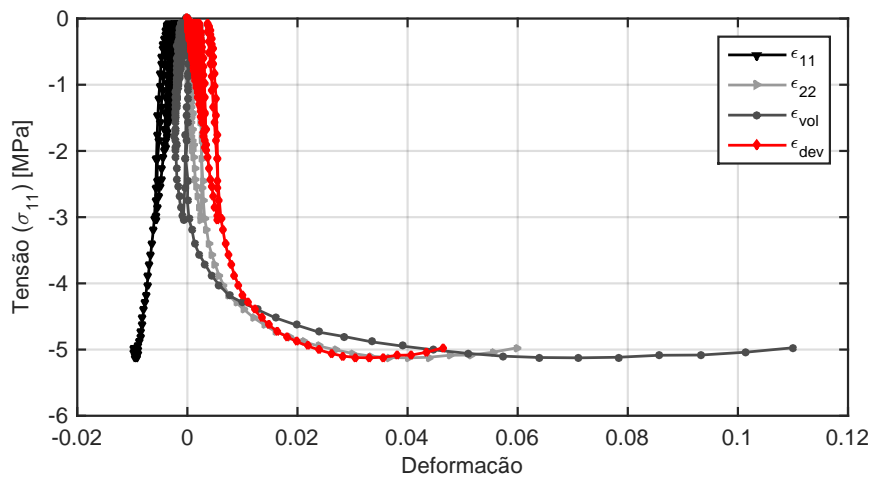
Na Figura 4.4 (b) foram traçadas as deformações  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{22}$ ,  $\varepsilon_{dev}$  e  $\varepsilon_{vol}$  em função do tempo de ensaio. Para fins de melhor entendimento da aplicação da técnica de CID, cada ponto do gráfico refere-se a cada uma das imagens capturadas



(a)



(b)



(c)

Figura 4.4 Ensaio de compressão simples cíclico de um CDP compactado com  $p=120 \text{ MPa}$  (CS26): (a) deslocamento do atuador vs. tempo; (b) deformações vs. tempo; (c) tensão vs. deformações.



durante o ensaio. No início do ensaio, a deformação volumétrica é negativa, o que é interpretado como uma tendência de recompactação do material. Supõe-se que o carregamento imposto na CS causa esta recompactação mesmo com valores de  $p$  muito menores que os aplicados na prensagem isostática devido à presença de componentes cisalhantes que ajudam no rearranjo das partículas. A partir de determinado nível de carregamento, esta tendência é invertida. Considera-se este fenômeno como o escoamento devido ao cisalhamento, que será mais detalhado na Seção 4.3.4.

Na Figura 4.4 (c) são mostradas as curvas da tensão atuante no ensaio de CS em função das deformações medidas e calculadas via técnica de CID. Nota-se que o comportamento mecânico do compactado verde em compressão simples é complexo e não linear, devido principalmente à natureza porosa do material. Na fase final do ensaio (último carregamento), o grande aumento de  $\varepsilon_{22}$  e, conseqüentemente de  $\varepsilon_{vol}$ , resulta do desempacotamento das partículas que induz danos localizados e aparecimento de macrotrincas, conforme será discutido na Seção 4.3.4, mais adiante.

### 4.3.2 Exemplo de avaliação da qualidade do ensaio via técnica de CID

A seguir, utilizando o mesmo ensaio referente ao CDP 26, apresenta-se um exemplo típico de procedimento de avaliação da qualidade do ensaio por meio da técnica de CID e dos resultados que podem ser obtidos com a aplicação da mesma em um ensaio de compressão simples (Figura 4.5). Diferentemente de outras técnicas convencionais de medição, a CID fornece o campo de deslocamentos e de deformações na região de interesse do CDP, dentro da qual pode-se escolher uma sub-região (retângulo com linha tracejada) mais adequada para se calcular os valores médios. Os campos de deslocamentos vertical e horizontal e os de deformação vertical são apresentados na Figura 4.5. Os mesmos referem-se à imagem número 169, capturada no instante 1,137 s, no pico do quarto carregamento (ver Figura 4.4 (a)), com uma força aplicada de -1.800 N (ou  $\sigma_{11} \approx 1$  MPa).

Com a análise dos resultados dos campos obtidos pela técnica de CID é

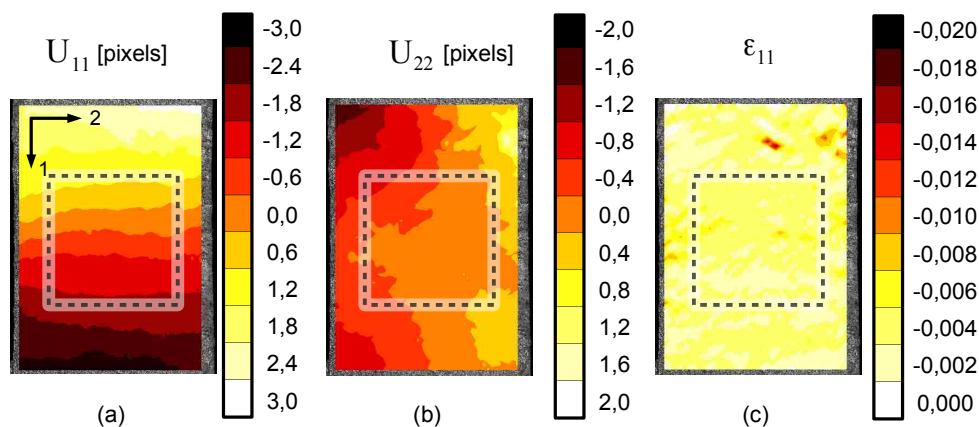


Figura 4.5 Campos obtidos pela técnica de CID em ensaio de compressão simples de um CDP compactado com pressão de 120 MPa (CDP 26): (a) deslocamentos na direção vertical ( $U_{11}$ ); (b) deslocamentos na direção horizontal ( $U_{22}$ ) e (c) deformação na direção vertical ( $\varepsilon_{11}$ )

possível avaliar a qualidade do ensaio de CS realizado. A partir dos campos de deslocamentos é possível avaliar principalmente se a aplicação do carregamento corresponde de maneira razoável ao esperado em um ensaio de CS. As faixas representativas dos isovalores dos deslocamentos verticais ( $U_{11}$ ) devem ser horizontais, enquanto o oposto deve ocorrer para os deslocamentos horizontais ( $U_{22}$ ). Além disso, os campos de deformação  $\varepsilon_{11}$  ou  $\varepsilon_{22}$  devem ser homogêneos, ao menos no estágio inicial do ensaio onde os fenômenos de escoamento ou dano ainda não tenham ocorrido. Constata-se, portanto, que no exemplo apresentado o ensaio teve uma qualidade satisfatória.

### 4.3.3 Avaliação da reprodutibilidade dos ensaios para uma dada condição de prensagem

Uma análise da reprodutibilidade dos ensaios é exemplificada para a condição de prensagem de maior nível de compactação ( $p=120$  MPa). Nas Figuras 4.6, 4.7, 4.8 e 4.9 são apresentadas as curvas da tensão aplicada no ensaio ( $\sigma_{11}$ ) em função das deformações analisadas:  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{22}$ ,  $\varepsilon_{dev}$  e  $\varepsilon_{vol}$ , respectivamente.

Em uma análise preliminar os ensaios aparentam não ter boa reprodutibilidade, o que é uma característica comum quando se considera a classe dos ma-

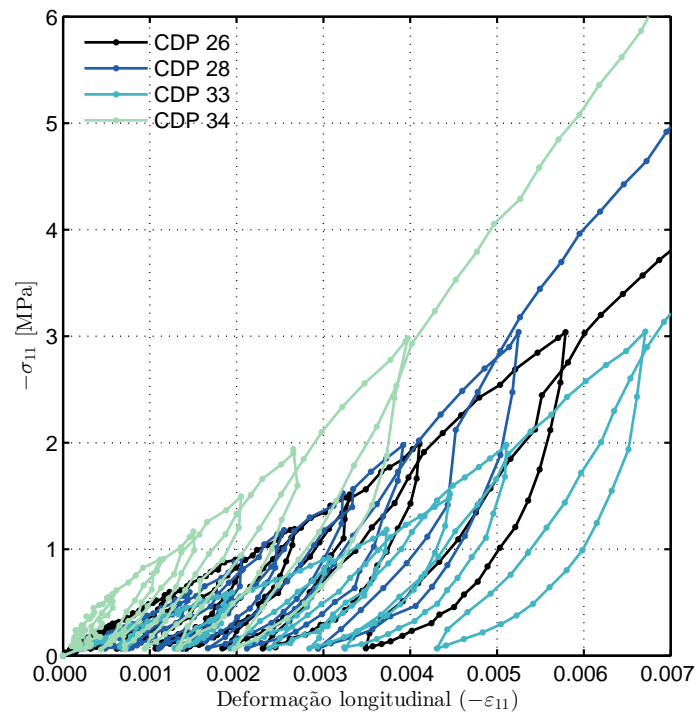


Figura 4.6 Curvas da tensão aplicada no ensaio de CS em função da deformação axial para quatro CDPs prensados com  $p=120$  MPa

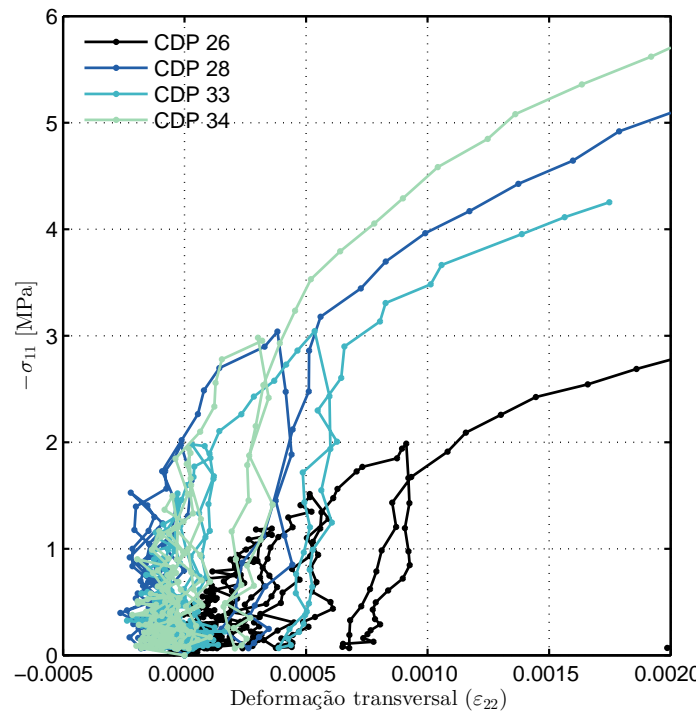


Figura 4.7 Curvas da tensão aplicada no ensaio de CS em função da deformação transversal para quatro CDPs prensados com  $p=120$  MPa

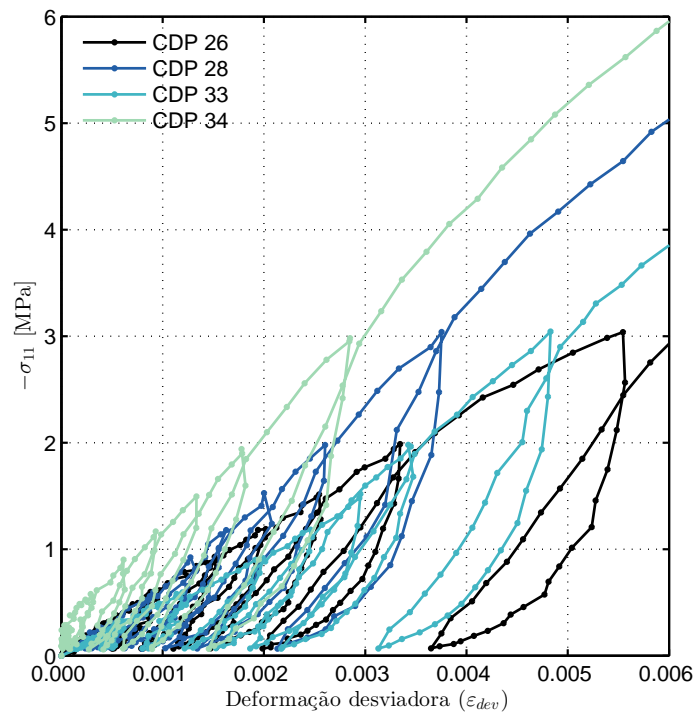


Figura 4.8 Curvas da tensão aplicada no ensaio de CS em função da deformação desviadora para quatro CDPs prensados com  $p=120$  MPa

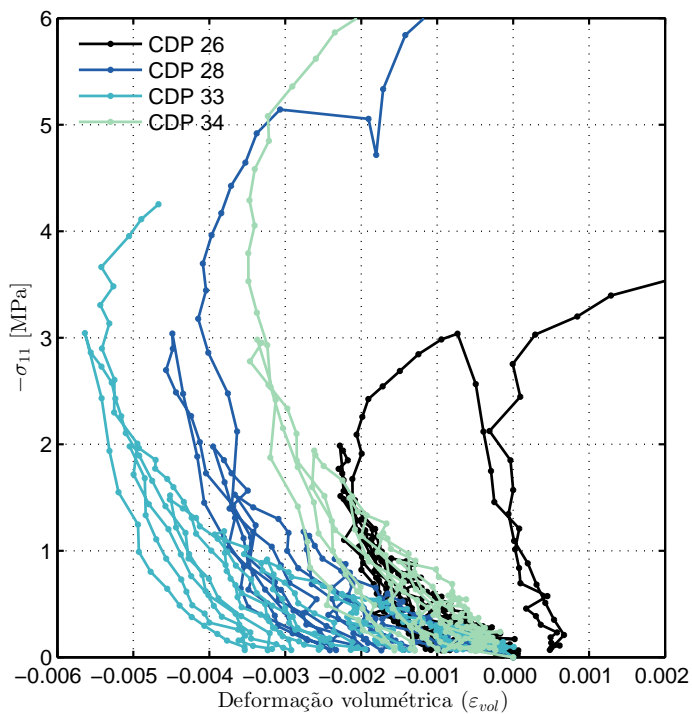


Figura 4.9 Curvas da tensão aplicada no ensaio de CS em função da deformação volumétrica para quatro CDPs prensados com  $p=120$  MPa

teriais cerâmicos refratários. A heterogeneidade do material, associada à baixa coesão do compactado verde que impossibilita a usinagem dos CDPs, reduz a qualidade dos ensaios mecânicos e principalmente sua reprodutibilidade.

Ainda, nota-se que para as diferentes variáveis analisadas ( $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{22}$ ,  $\varepsilon_{dev}$  e  $\varepsilon_{vol}$ ), as curvas que aparentam estar representando valores médios não são sempre as mesmas, por exemplo, para a variável  $\varepsilon_{11}$  (Figura 4.6), os ensaios que mais se aproximam de um comportamento médio são os referentes aos CDPs 26 e 28. Por outro lado, tomando-se a variável  $\varepsilon_{22}$  (Figura 4.7), conclui-se que os ensaios referentes aos CDPs 28 e 33 são os que mais se aproximam de um comportamento médio.

Contudo, o procedimento desenvolvido e aplicado nos ensaios possibilitou a obtenção de alguns parâmetros de interesse para tornar a simulação computacional viável, conforme será apresentado a seguir, mesmo considerando as variações significantes nas curvas apresentadas. Como exemplo, as variações entre as curvas são diminuídas quando se analisa o nível de tensão em que a deformação volumétrica é mínima, que se situa entre -2 e -3 MPa, conforme pode ser observado na Figura 4.9.

#### **4.3.4 Identificação do limite elástico e determinação da tensão de escoamento por cisalhamento**

O limite de escoamento foi identificado por meio da análise da evolução da deformação desviadora,  $\varepsilon_{dev}$ , em função da deformação volumétrica,  $\varepsilon_{vol}$ , segundo o critério baseado no fenômeno da dilatância, descrito na Seção 3.6.3 (pág. 51). O entendimento do fenômeno da dilatância foi evidenciado via técnica de CID nos ensaios mecânicos é detalhado com o auxílio da Figura 4.10, para os resultados obtidos em CS para o CDP 26.

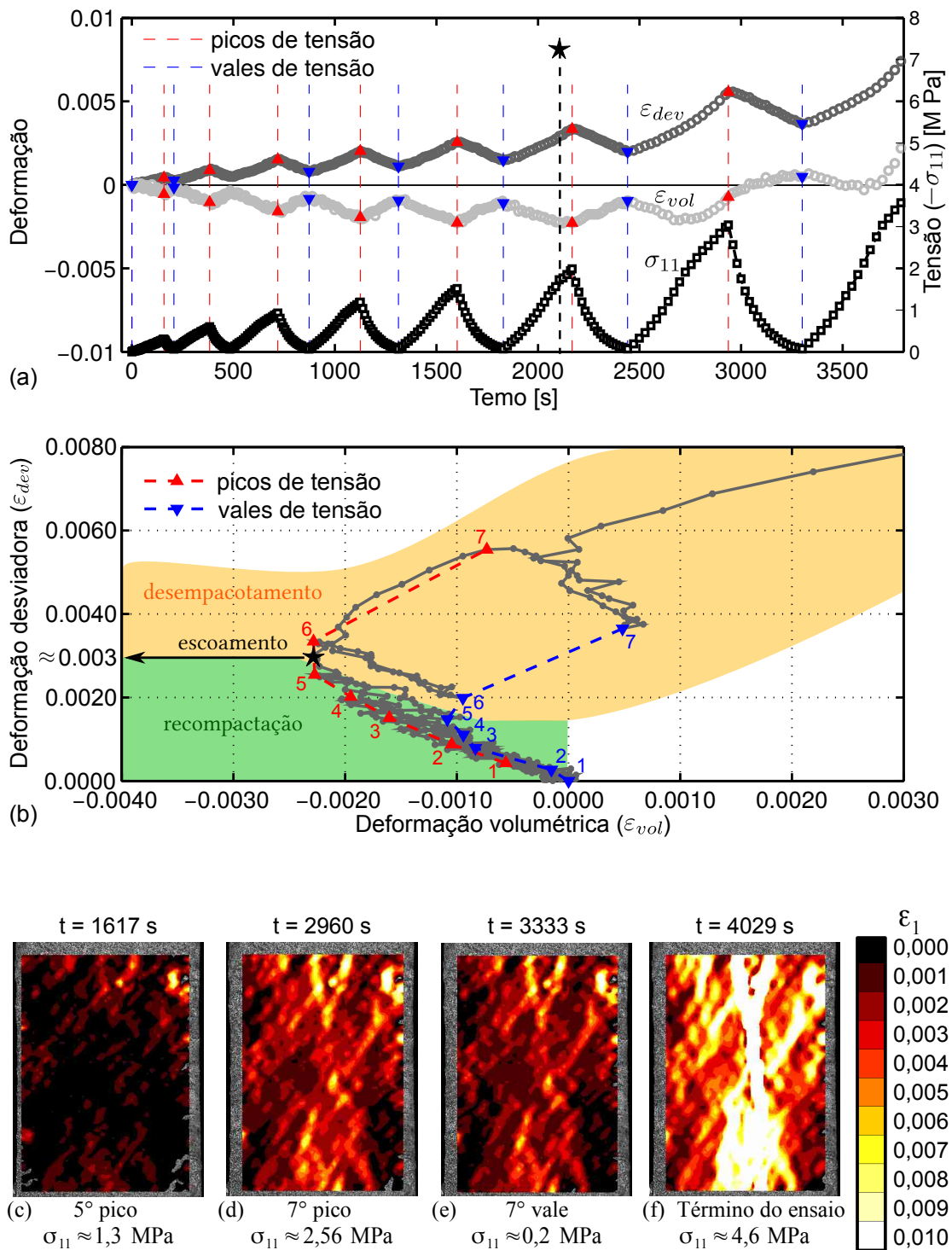


Figura 4.10 Identificação do escoamento plástico por cisalhamento pelo fenômeno da dilatância observado via técnica de CID aplicada em um ensaio de CS: (a) ( $\epsilon_{dev}$ ,  $\epsilon_{vol}$  e  $\sigma_{11}$ ) vs. tempo; (b)  $\epsilon_{dev}$  vs.  $\epsilon_{vol}$ ; (c), (d), (e) e (f) campos de deformação máxima principal evidenciando o surgimento de vazios (dilatância) e trincas

Na Figura 4.10 (a) são apresentadas as evoluções de  $\varepsilon_{dev}$ ,  $\varepsilon_{vol}$  e  $\sigma_{11}$  em função do tempo de ensaio, evidenciando-se os picos e vales de tensão resultantes do carregamento cíclico. Estes também são evidenciados na Figura 4.10 (b), na qual a  $\varepsilon_{dev}$  é traçada em função da  $\varepsilon_{vol}$ , para que seja estabelecida uma correspondência direta com a Figura 4.10 (a).

Nota-se que à medida em que os carregamentos cíclicos progridem, o nível de  $\varepsilon_{vol}$  diminui claramente até o quinto pico e o quinto vale de tensões. Até este instante do ensaio, define-se uma etapa denominada de *recompactação*, na qual assume-se que as componentes cisalhantes ( $\varepsilon_{dev}$ ) presentes no carregamento de CS contribuem para um aumento do empacotamento das partículas, uma vez que podem promover um rearranjo das mesmas. O término desta etapa é então definido quando a coesão interparticular não é mais suficiente para manter o empacotamento atingido (durante o processo de prensagem e devido à recompactação nesta etapa do ensaio de CS). Atribui-se a este limite o *escoamento plástico por cisalhamento* do compacto verde, sendo  $q^{esc}$  o valor da tensão de von Mises e  $\varepsilon_{dev}^{esc}$  o valor da deformação desviadora atuantes neste limite. Attingido então o valor de  $q^{esc}$  (ou de  $\varepsilon_{dev}^{esc}$ ), inicia-se uma segunda etapa denominada de *desempacotamento*, também causada pelas componentes cisalhantes presentes no carregamento de CS, porém, devido agora ao fenômeno de dilatância.

Nas Figuras 4.10 (c), (d), (e) e (f) são mostrados os campos de deformação máxima principal,  $\varepsilon_1$ , para alguns instantes do ensaio. Quando os campos de  $\varepsilon_1$  são heterogêneos e com predominância de valores positivos, as regiões de maior intensidade indicam a formação de vazios ou trincas [56,57], uma vez que nestas os elementos de correlação estão com deformações de tração muito maiores que as de seus vizinhos. Dessa forma, nota-se que até o quinto pico de tensão (Figura 4.10 (c)), o campo de  $\varepsilon_1$  é homogêneo na maior parte da face do CDP, indicando não haver aparecimento detectável de vazios, ao contrário do sétimo pico (Figura 4.10 (d)), em que estes são bastante evidentes. Observa-se também pela análise dos campos do sétimo vale de tensão (Figura 4.10 (e)) que os vazios gerados no carregamento anterior são permanentes. Esta análise corrobora com a hipótese da ocorrência do fenômeno da dilatância (ou do escoamento plástico

por cisalhamento) quando a tendência da evolução de  $\varepsilon_{vol}$  se inverte (indicado por  $\star$ ). Por fim, próximo ao término do ensaio (Figura 4.10 (f)), o campo de  $\varepsilon_1$  é bastante heterogêneo, indicando o alto nível de dano ocorrido no CDP.

Na Figura 4.11 é mostrado o procedimento de identificação de  $\varepsilon_{dev}^{esc}$  a partir do critério da dilatância (Figura 4.11 (a)) e a obtenção de  $q^{esc}$  (Figura 4.11 (b)), aplicado para o CDP 26. O procedimento de identificação foi aplicado em todos os ensaios de CS realizados, para duas faces laterais perpendiculares dos CDPs, uma fotografada com uma objetiva do tipo Macro, com distância focal de 100 mm, e outra com uma objetiva convencional, com distância focal variável entre 18 e 55 mm. Os valores limites no escoamento ( $q^{esc}$  e  $\varepsilon_{dev}^{esc}$ ) são apresentados na Tabela 4.3. Visando avaliar as possíveis discrepâncias na obtenção dos parâmetros da superfície de Drucker-Prager ( $d$  e  $\beta$ ), valores de tensão de von Mises na ruptura  $q^{rup}$  também são apresentados na Tabela 4.3.

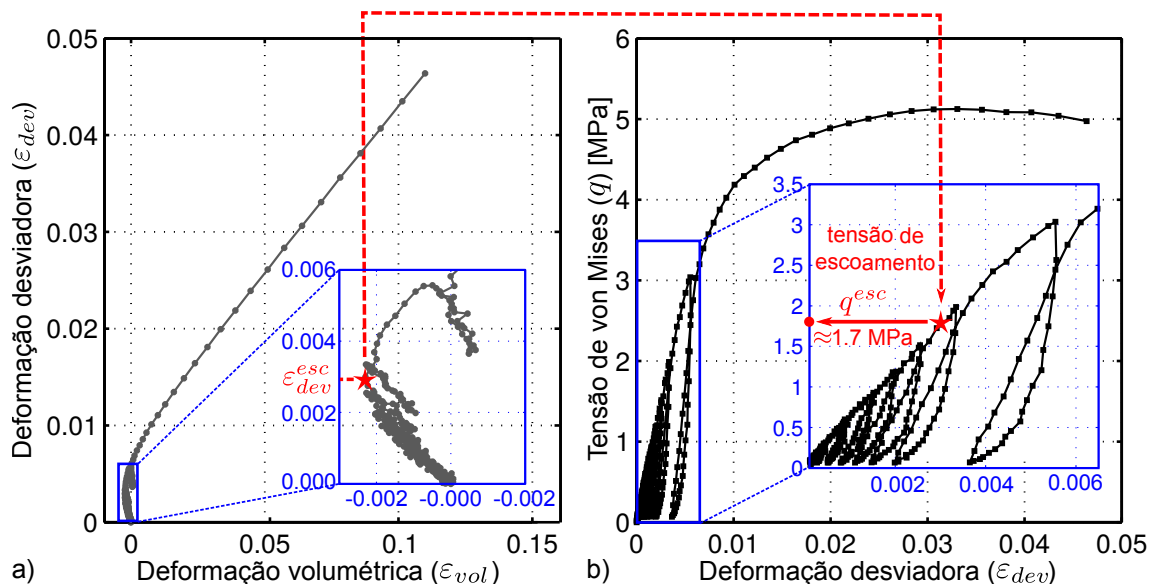


Figura 4.11 Identificação do escoamento plástico por cisalhamento: (a)  $\varepsilon_{dev}^{esc}$  a partir da dilatância e (b)  $q^{esc}$



Tabela 4.3 Valores de  $\varepsilon_{dev}^{esc}$  e da tensão de von Mises identificados graficamente segundo o critério da dilatância ( $q^{esc}$ ), e valores da tensão de von Mises na ruptura ( $q^{rup}$ ) utilizados para caracterizar os parâmetros  $d$  e  $\beta$  para CDPs compactados em todas as condições estudadas e utilizados em ensaios de compressão simples

$p$ [MPa]	CDP	Macro 100mm		Objetiva 18-55 mm		Critério $\sigma_{11}$ max.
		$\varepsilon_{dev}^{esc}$	$q^{esc}$ [MPa]	$\varepsilon_{dev}^{esc}$	$q^{esc}$ [MPa]	$q^{rup}$ [MPa]
40	CS25	0,0021	1,4	0,0021	1,3	4,1
	CS31	0,002	1,9	0,0022	1,5	5,8
60	CS24	0,0024	1,2	0,0025	1,7	5,1
	CS27	0,0035	2,7	0,0033	2,0	7,1
	CS29	0,0039	3,5	0,0037	2,8	7,5
80	CS22	0,0026	1,6	0,0024	1,5	4,1
	CS23	0,0027	1,6	0,0029	1,9	4,8
	CS30	0,0039	1,5	0,0035	1,1	4,4
	CS32	0,0023	1,8	0,0025	1,7	7,9
120	CS26	0,0029	1,7	0,0026	1,4	5,2
	CS28	0,0037	3,0	0,0035	2,7	7,1
	CS33	0,0048	3,0	0,0046	2,4	5,1
	CS34	0,0037	3,9	0,0036	3,5	8,0

#### 4.3.5 Identificação dos parâmetros elásticos

Os parâmetros elásticos foram identificados conforme procedimento descrito na Seção 3.6.4, Figura 3.11 (pág. 51). O valor de  $E$  foi obtido pela inclinação da curva  $\sigma_{11}$  vs.  $\varepsilon_{11}$  nos intervalos de descarregamento e recarregamento dos ciclos dos ensaios. Para obter um valor médio de  $E$  em cada ensaio, foram considerados o terceiro e o quarto ciclos, nos quais os ajustes, realizados por meio das rotinas computacionais implementadas no *software* Matlab<sup>TM</sup>, apresentaram resultados com menor discrepância. Como exemplo típico, na Figura 4.12 (d) são apresentados os ajustes adotados para estimativa do valor médio de  $E$  para o CDP 26, prensado com  $p=120$  MPa. O procedimento foi realizado para os dados de CID obtidos nas duas faces fotografadas de cada CDP e os valores para cada

ensaio são apresentados na Tabela 4.4.

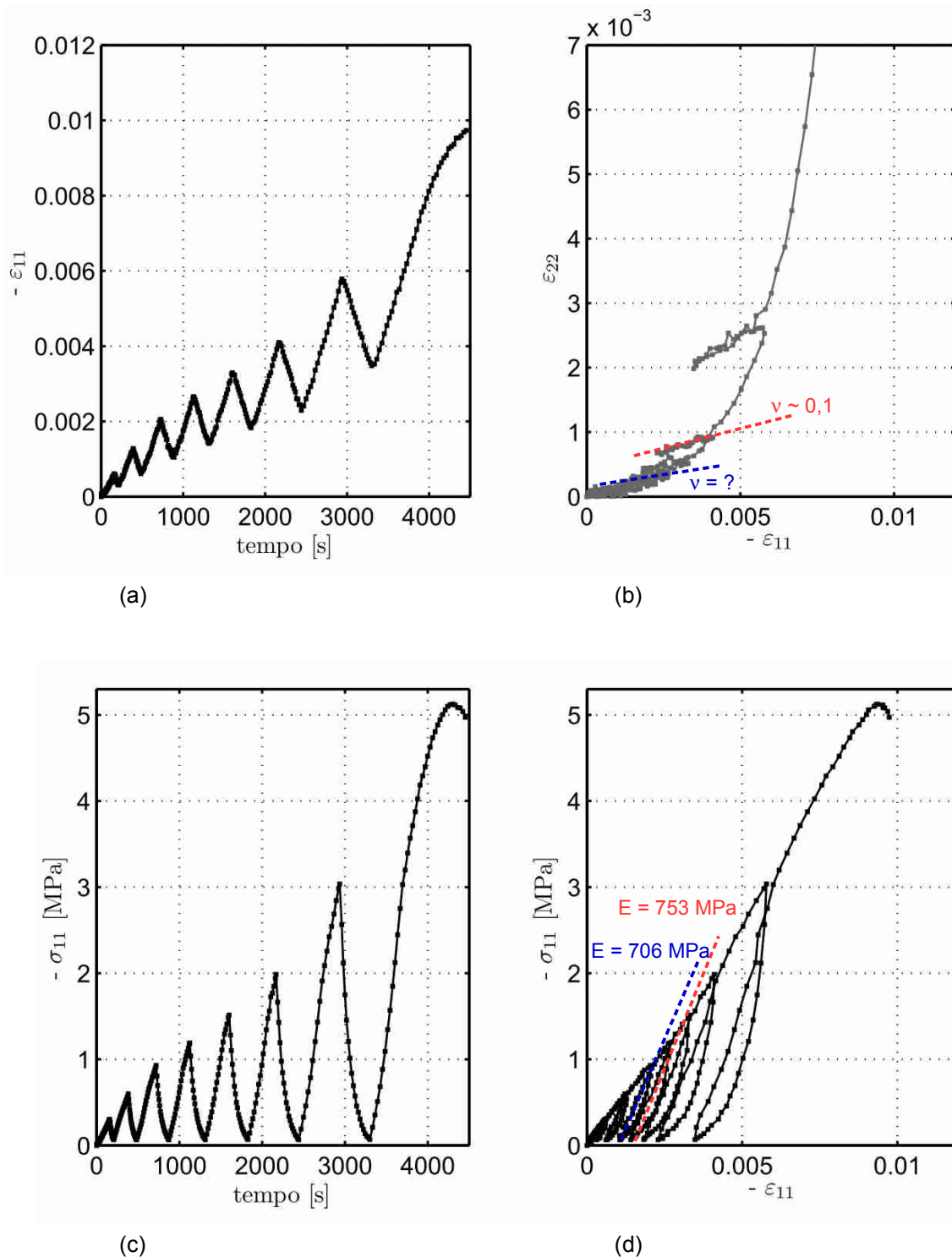


Figura 4.12 Curvas obtidas por análise de CID para um CDP compactado com pressão de 120 MPa: (a)  $\varepsilon_{11}$  vs.  $t$ ; (b)  $\varepsilon_{22}$  vs.  $\varepsilon_{11}$ , para aplicar ajustes lineares para obtenção de  $\nu$ ; (c)  $\sigma_{11}$  vs.  $t$  e (d)  $\sigma_{11}$  vs.  $\varepsilon_{11}$  para aplicar ajustes lineares para obtenção de  $E$

Tabela 4.4 Valores de  $E$  obtidos por meio de ensaios de compressão simples via análise de CID

p [MPa]	CDP	CS - Macro 100 mm		CS - Objetiva 18-55 mm		E médio [MPa]
		Ajuste 3 (E [MPa])	Ajuste 4 (E [MPa])	Ajuste 3 (E [MPa])	Ajuste 4 (E [MPa])	
40	CS25	897	892	823	fotos insuficientes	870
	CS31	934	958	785	798	
60	CS24	656	768	767	892	873
	CS27	856	598	724	819	
	CS29	1244	1223	932	997	
80	CS22	927	956	818	835	763
	CS23	692	720	803	873	
	CS30	551	651	504	641	
	CS32	699	705	828	998	
120	CS26	706	753	696	738	804
	CS28	573	752	846	881	
	CS33	579	643	525	717	
	CS34	1139	1193	1038	1084	

Nota-se na Figura 4.4 (d) a ocorrência de deformações axiais residuais logo após o primeiro descarregamento, devido a um aumento do nível de compactação durante o ensaio, conforme já discutido. No entanto, ao longo dos descarregamentos e recarregamentos até o nível de tensão máximo atingido antes do descarregamento, o material tende a se comportar elasticamente. Ainda, apesar das histereses e das flutuações das curvas, as análises indicam que os valores de  $E$  não variam significativamente ao longo dos ciclos até o limite de escoamento.

A partir dos valores identificados foi possível obter um valor de  $E$  médio em função da pressão de compactação. Na curva apresentada na Figura 4.13 nota-se que a elasticidade do material pode ser considerada independente das pressões de compactação analisadas. Uma das hipóteses é que pode ocorrer uma evolução do parâmetro até um nível de compactação, a partir do qual seu valor não varia mais significativamente. No entanto, devido à elevada pressão de compactação necessária para conferir pré-forma ao compacto verde ( $\approx 30$  MPa), não foi possível identificar os parâmetros elásticos em níveis de densificação abaixo de 40 MPa.

Os valores de  $E$  obtidos por meio da aplicação da técnica de excitação por impulso nos CDPs utilizados para validação do modelo computacional (com  $p=120$  MPa) são apresentados na Tabela 4.5. Os resultados apresentaram boa

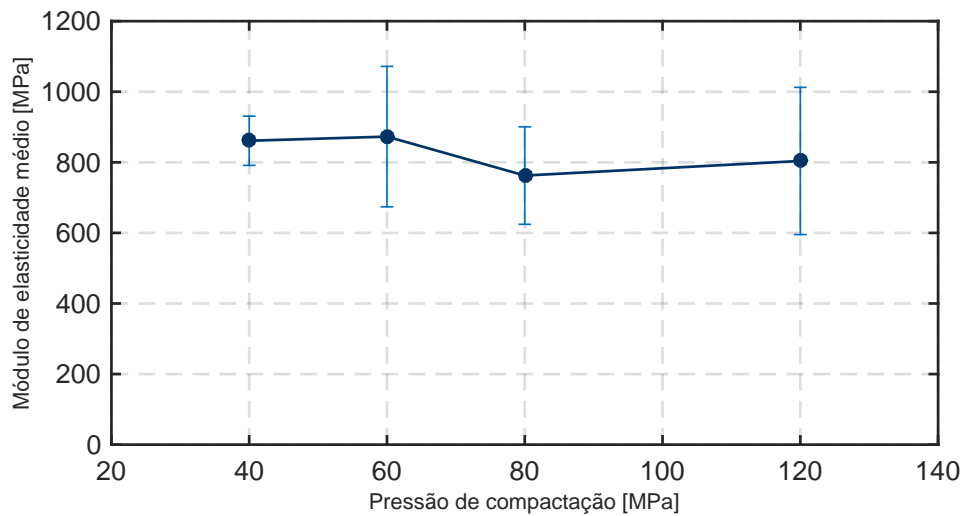


Figura 4.13 Módulo de elasticidade em função da pressão de compactação

correspondência com os valores obtidos nos ensaios de CS.

Tabela 4.5 Valores de  $E$  identificados pela aplicação da técnica de excitação por impulso

$p$ [MPa]	L [mm]	W média [mm]	T média [mm]	Massa [g]	$E$ [MPa]
120	126,7	39	39,9	442,3	820
120	130	38,9	39,8	454,0	860

sendo L referente ao comprimento da amostra, W a largura média e T a espessura média.

A identificação do coeficiente de Poisson ( $\nu$ ) foi feita a partir da inclinação da curva  $\varepsilon_{22}$  vs.  $\varepsilon_{11}$  (Figura 4.4 (b)), também nos trechos de descarregamento e recarregamento. No entanto, nos 5 primeiros ciclos dos ensaios a deformação transversal é muito baixa, próxima ao limite de precisão do equipamento óptico utilizado, resultando em uma dispersão bastante significativa entre os valores obtidos para  $\nu$ . Para aplicação do parâmetro na simulação computacional, foi estimado um valor médio e independente da pressão de compactação para o material refratário, sendo  $\nu \approx 0,1$ , que foi obtido somente após o ciclo de descarregamento-recarregamento subsequente ao escoamento.

## 4.4 Ensaios de compressão diametral (ou brasileiro - BR)

### 4.4.1 Exemplo de resultados típicos obtidos de um ensaio BR

As análises apresentadas a seguir referem-se a um ensaio de compressão diametral com ciclos de carregamentos e descarregamentos de um CDP prensado com  $p=120$  MPa. Foram realizadas as mesmas avaliações para os demais níveis de pressão de compactação e estas são apresentadas no Apêndice B (pág. 111).

Para a realização destes ensaios, utilizou-se uma pré-carga de 30 N e velocidade do atuador de  $0,02 \text{ mm min}^{-1}$ . Na Figura 4.14 (a) é apresentada a programação do ensaio que contém seis ciclos de carregamento e descarregamento, seguido de um carregamento final até a falha do CDP. Utilizou-se os resultados obtidos no CDP 26 para exemplificar o comportamento mecânico do compacto verde sob compressão diametral. Nesta curva tem-se os deslocamentos do atuador da máquina de ensaios em função do tempo e a indicação das forças programadas para os picos de carregamento e vales de descarregamento.

Na Figura 4.14 (b) foram traçadas as deformações  $\varepsilon_{11}$ ,  $\varepsilon_{22}$ ,  $\varepsilon_{dev}$  e  $\varepsilon_{vol}$  em função do tempo de ensaio. Pode-se observar que no início do ensaio, o comportamento da  $\varepsilon_{vol}$  é análogo ao observado nos ensaios de CS, sendo negativa nos ciclos iniciais, configurando a tendência de recompactação do material. Esta tendência também se inverte a partir de determinado nível de carregamento, fenômeno denominado como o escoamento devido ao cisalhamento, que foi discutido na Seção 4.3.4. Ainda é possível notar que as curvas obtidas apresentam mais ruídos se comparadas aos resultados dos ensaios de CS.

Na Figura 4.4 (c) são mostradas as curvas da tensão atuante no ensaio BR em função das deformações medidas e calculadas via técnica de CID. Nota-se que o material deforma-se muito pouco até a fratura e que a  $\varepsilon_{22}$  é muito maior do que a  $\varepsilon_{11}$ , devido a atuação de tensões de natureza trativa na direção 2. Ocorre um aumento significativo de  $\varepsilon_{22}$  e, conseqüentemente de  $\varepsilon_{vol}$ , na fase final do ensaio, em que há desempacotamento das partículas que induz danos localizados e aparecimento de trincas.

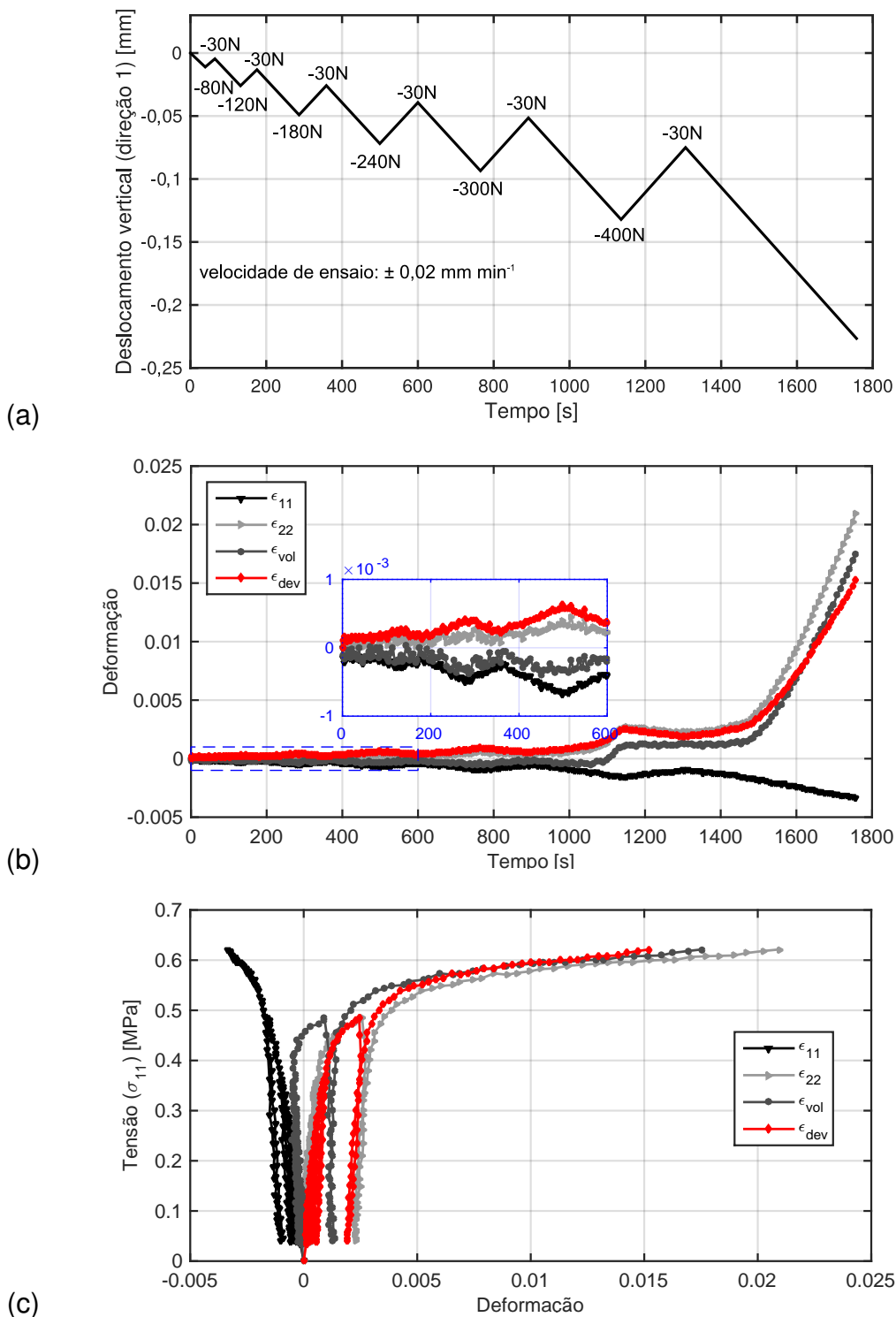


Figura 4.14 Ensaio de compressão diametral cíclico de um CDP compactado com  $p=120 \text{ MPa}$  (BR26): (a) deslocamento do atuador vs. tempo; (b) deformações vs. tempo; (c) tensão vs. deformações.

#### 4.4.2 Exemplo de avaliação da qualidade do ensaio via técnica de CID

O mesmo ensaio (CDP 26) foi utilizado para apresentar a avaliação da qualidade do ensaio por meio da técnica de CID e os resultados que podem ser obtidos com a aplicação da mesma em um ensaio de compressão diametral (Figura 4.15). No ensaio BR foi fotografada a região de interesse central do CDP ( $\approx 10\%$  da área total), assim, a região selecionada para o cálculo dos valores médios (linha tracejada) foi a própria imagem analisada via CID. Os campos de deslocamentos e deformações vertical e horizontal são apresentados na Figura 4.15. Os mesmos referem-se à imagem número 109, capturada no pico do quarto carregamento (ver Figura 4.14 (a)), com uma força aplicada de -240 N.

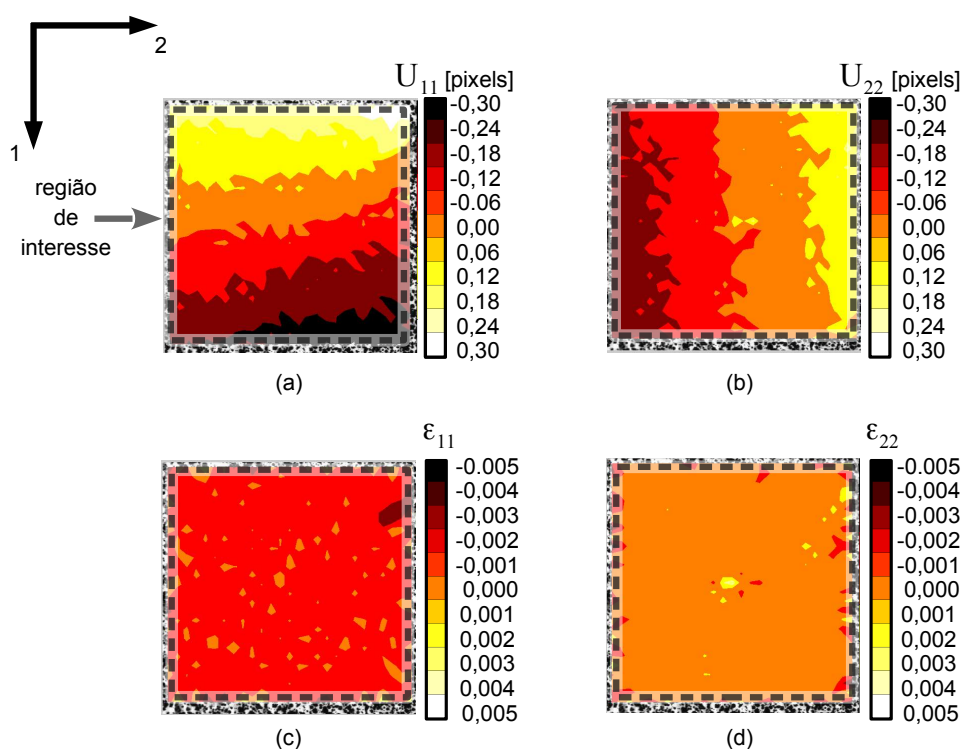


Figura 4.15 Campos obtidos pela técnica de CID em ensaio de compressão diametral de um CDP compactado com pressão de 120 MPa (CDP 26): (a) deslocamentos na direção vertical ( $U_{11}$ ); (b) deslocamentos na direção horizontal ( $U_{22}$ ); (c) deformação na direção vertical ( $\epsilon_{11}$ ) e (d) deformação na direção horizontal ( $\epsilon_{22}$ )

A partir dos campos de deslocamentos é possível avaliar principalmente se a aplicação do carregamento corresponde ao previsto em um ensaio BR. No exem-

plô apresentado, o ensaio teve qualidade satisfatória, pois as faixas representativas dos isovalores dos deslocamentos verticais ( $U_{11}$ ) são predominantemente horizontais e para os deslocamentos horizontais ( $U_{22}$ ), as mesmas são verticais. Além disso, os campos de deformação  $\varepsilon_{11}$  ou  $\varepsilon_{22}$  são praticamente homogêneos, pois neste estágio ainda não ocorreram os fenômenos de escoamento ou dano.

#### 4.4.3 Identificação do limite elástico e determinação da tensão de escoamento por cisalhamento

Foi utilizado o mesmo procedimento aplicado aos ensaios de CS para identificação do limite elástico. Na Figura 4.11 (a) é apresentada a identificação da deformação desviadora crítica de escoamento,  $\varepsilon_{dev}^{esc}$ , a partir do critério baseado no fenômeno da dilatância. Na Figura 4.11 (b) é mostrada a identificação da tensão de escoamento,  $q^{esc}$ , correspondente à esta  $\varepsilon_{dev}^{esc}$ .

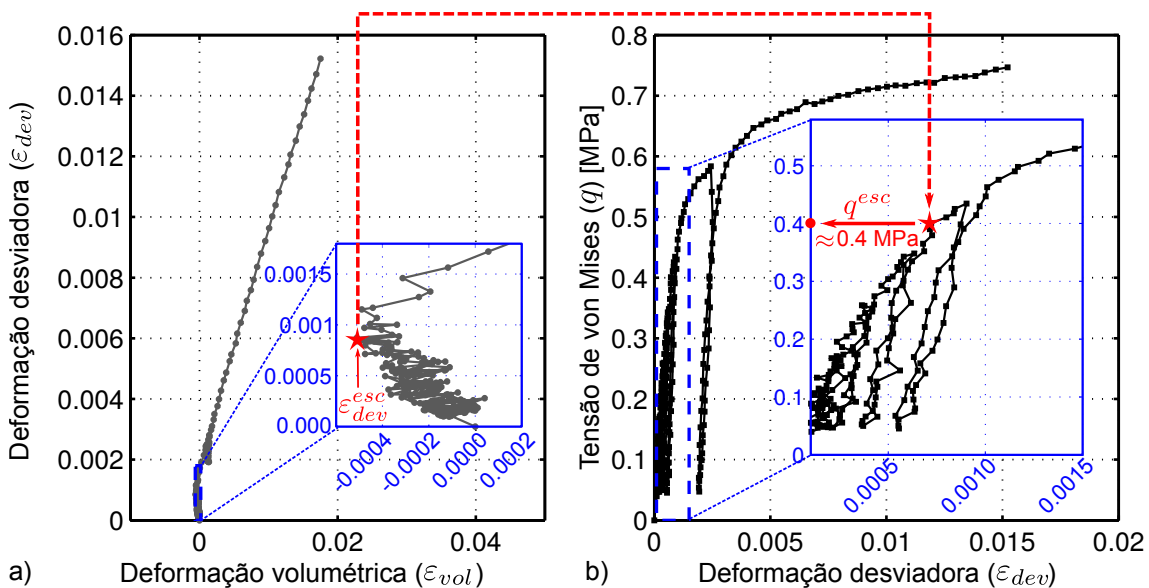


Figura 4.16 Identificação do escoamento plástico por cisalhamento: (a)  $\varepsilon_{dev}^{esc}$  a partir da dilatância e (b)  $q^{esc}$

Na Figura 4.17 são mostrados os campos de deformação máxima principal,  $\varepsilon_1$ , nos picos de cada ciclo do ensaio. Nota-se que até o quinto pico de tensão, o campo de  $\varepsilon_1$  é homogêneo na maior parte da região analisada, o que indica que não há vazios ou trincas detectáveis na face do CDP. Já no sexto pico, os campos de  $\varepsilon_1$  são heterogêneos e as regiões de maior intensidade indicam a



formação de vazios ou trincas.

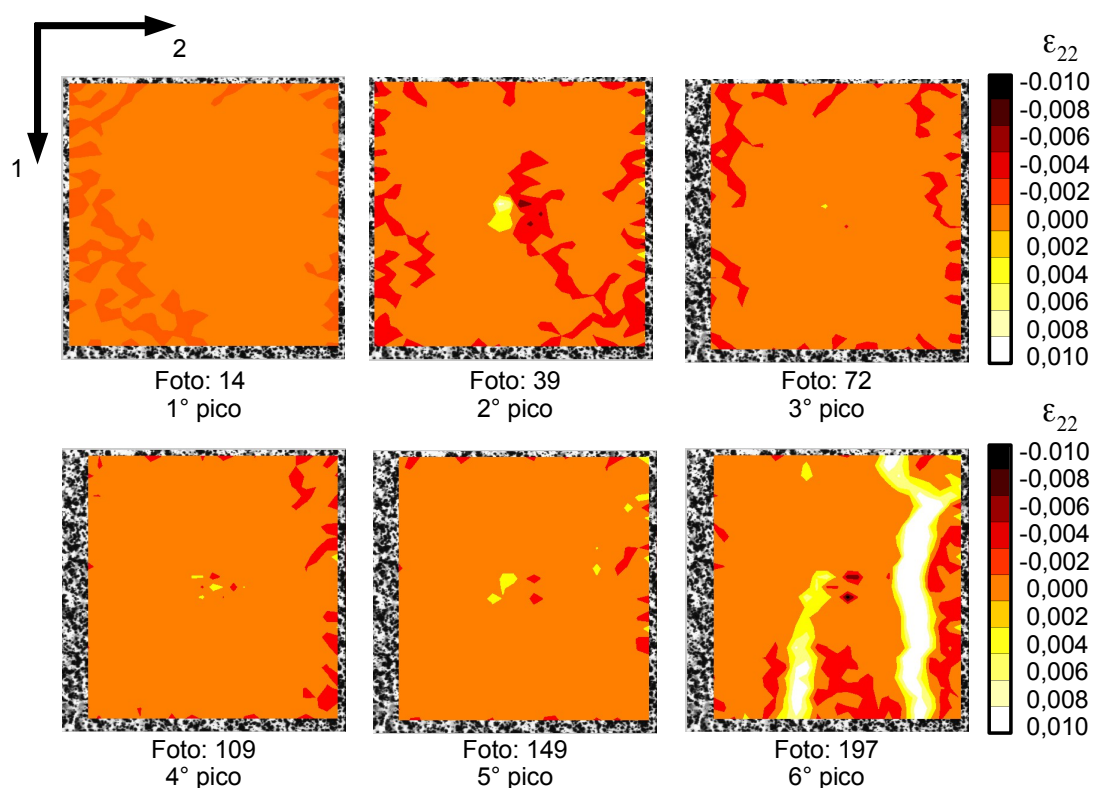


Figura 4.17 Campos de deformações máximas principais  $\varepsilon_1$  em alguns instantes do ensaio BR no CDP 26, evidenciando o surgimento de vazios (dilatância) e trincas

O procedimento de identificação foi aplicado em todos os ensaios BR realizados, para duas faces paralelas dos CDPs, uma fotografada com uma objetiva do tipo Macro, com distância focal de 100 mm, e outra também do tipo Macro, com distância focal de 65 mm. Os valores limites no escoamento ( $q^{esc}$  e  $\varepsilon_{dev}^{esc}$ ), determinados graficamente, são apresentados na Tabela 4.6. Para avaliar as possíveis discrepâncias na obtenção dos parâmetros  $d$  e  $\beta$  da superfície de Drucker-Prager, como abordado por outros autores, valores de tensão de von Mises na ruptura  $q^{rup}$  também são apresentados na Tabela 4.6.

Para os ensaios BR20 e BR27 (Macro 65 mm), não foi possível identificar os parâmetros pelo critério da dilatância, pois as curvas obtidas apresentaram muito ruído. Os ensaios dos CDPs BR17 ( $p = 40$  MPa) e BR18 ( $p = 80$  MPa), caracterizados na Tabela 4.2, não foram apresentados na Tabela 4.6 pois não foi

Tabela 4.6 Valores de  $\varepsilon_{dev}^{esc}$  e da tensão de von Mises identificados graficamente segundo o critério da dilatância ( $q^{esc}$ ), e valores da tensão de von Mises na ruptura ( $q^{rup}$ ) utilizados para caracterizar os parâmetros  $d$  e  $\beta$  para CDPs compactados em todas as condições estudadas e utilizados em ensaios de compressão diametral

P [MPa]	CDP	Macro 100 mm		Macro 65 mm		Critério $\sigma_{11}$ max.
		$\varepsilon_{dev}^{esc}$	q [MPa]	$\varepsilon_{dev}^{esc}$	$q^{esc}$ [MPa]	$q^{esc}$ [MPa]
40	BR14	0,0009	0,2	0,0006	0,2	0,8
	BR15	0,0008	0,3	0,00075	0,2	0,5
	BR16	0,002	0,3	0,0005	0,2	0,7
60	BR10	0,0007	0,4	0,0006	0,3	0,9
	BR11	0,0009	0,4	0,0005	0,3	0,7
	BR12	0,0006	0,4	0,0006	0,4	0,8
	BR13	0,002	0,4	0,0006	0,5	1,1
80	BR19	0,001	0,3	0,001	0,5	0,9
	BR20					0,6
	BR21	0,0007	0,3	0,001	0,4	0,7
120	BR22	0,002	0,4	0,0009	0,2	0,8
	BR24	0,0006	0,5	0,001	0,6	0,9
	BR26	0,0008	0,4	0,001	0,4	0,8
	BR27	0,001	0,3			0,7

obtida convergência nas análises de CID.

#### 4.5 Identificação dos parâmetros da superfície $F_s$ do modelo de Drucker-Prager/Cap

Na Tabela 4.7 são apresentados, para cada nível de compactação, os valores médios de  $q^{esc}$  obtidos nos ensaios de CS e BR, tanto pelo critério baseado no fenômeno da dilatância - identificados graficamente - , quanto calculados a partir da tensão de ruptura (Equações 3.3 e 3.8). São apresentados também os valores da tensão normal média,  $p$ , referentes aos valores médios de  $q^{esc}$  e de  $q^{rup}$ .

A partir das tensões limites de escoamento identificadas, foi possível a iden-

Tabela 4.7 Valores de  $q^{esc}$ ,  $q^{rup}$  e  $p$  para cada nível de pressão de compactação

Critério	Compressão simples				Compressão diametral			
	Dilatância		Tensão de ruptura		Dilatância		Tensão de ruptura	
P [MPa]	$q^{esc}$	$p$	$q^{esc}$ [MPa]	$p$	$q^{esc}$	$p$	$q^{esc}$	$p$
40	1,5	0,5	4,9	1,6	0,23	0,04	0,7	0,12
60	2,3	0,8	6,6	2,2	0,38	0,07	0,9	0,16
80	1,6	0,5	5,3	1,8	0,36	0,07	0,7	0,13
120	2,7	0,9	6,3	2,1	0,42	0,08	0,8	0,15

tificação dos parâmetros  $d$  e  $\beta$  da superfície de Drucker-Prager para os níveis de compactação estudados (Equação 2.11), apresentados na Tabela 4.8. Também são apresentados valores para  $d$  e  $\beta$  baseados nas condições de ruptura.

Tabela 4.8 Valores médios de  $\beta$  e  $d$  identificados segundo os critérios de escoamento (dilatância) e de ruptura a partir de ensaios de CS e BR

Critério	Dilatância		Tensão de ruptura	
	$\beta$ [°]	$d$ [MPa]	$\beta$ [°]	$d$ [MPa]
P [MPa]				
40	70,2	0,11	70,5	0,32
60	70,1	0,18	70	0,44
80	69,4	0,18	70,4	0,35
120	70,2	0,21	70,5	0,38

As evoluções dos parâmetros  $d$  e  $\beta$  com o nível de pressão de compactação são mostradas nas Figuras 4.18 e 4.19, respectivamente. Para a análise baseada na tensão de escoamento, nota-se que os valores de  $d$  são dependentes do nível de compactação e tendem a se estabilizar a medida em que o nível de compactação é aumentado. Por outro lado, para a análise baseada na tensão de ruptura, os valores são maiores e mais aleatórios, sem apontar uma tendência bem definida. Para ambos os casos, não há uma evolução do valor  $d$  quando se passa de  $p = 60$  MPa para  $p = 80$  MPa, chegando a ocorrer uma queda para a análise baseada na tensão de ruptura. Em seguida, nota-se um leve aumento no valor de  $d$  para a pressão de compactação de 120 MPa.

Diferentemente de  $d$ , os valores de  $\beta$  se mostraram praticamente constantes em função da pressão de compactação, e praticamente iguais para ambos os critérios utilizados na identificação (escoamento e ruptura). Para o critério do escoamento, nota-se uma leve queda no valor de  $\beta$  para a pressão de compactação

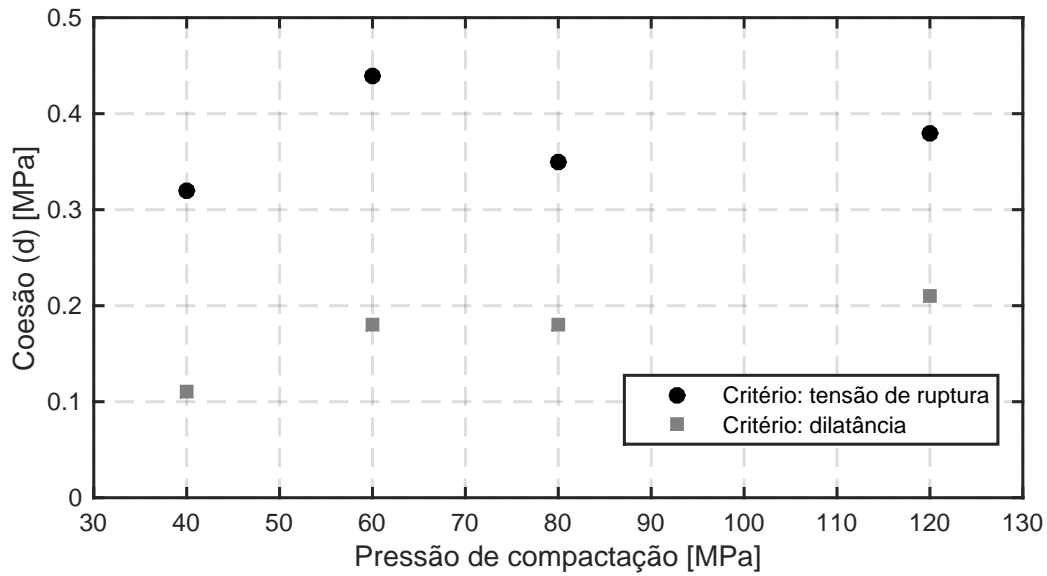


Figura 4.18 Evolução da coesão ( $d$ ) com o aumento da pressão de compactação

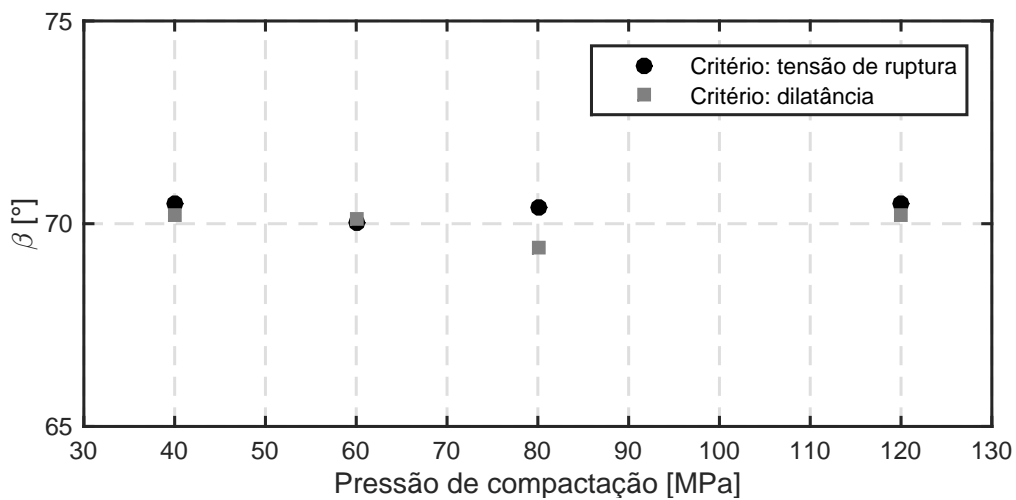


Figura 4.19 Evolução do ângulo de atrito interno ( $\beta$ ) com o aumento da pressão de compactação.

de 80 MPa que, em seguida, tende a aumentar para a pressão de compactação de 120 MPa, assim como observado para o valor de  $d$ .

## 4.6 Fractografia

Visando analisar os resultados inesperados relacionados ao nível de densificação, parâmetros elásticos e tensão de escoamento para a pressão de compactação de 80 MPa, as superfícies de fratura dos CDPs de compressão diametral foram observadas em diferentes escalas para cada nível de pressão de compactação estudado.

Na Figura 4.20 são apresentadas as imagens capturadas por uma câmera digital de alta resolução de uma região de aproximadamente  $9 \times 14 \text{ mm}^2$  da superfície de fratura de um CDP para cada um dos 4 níveis de pressão de compactação.

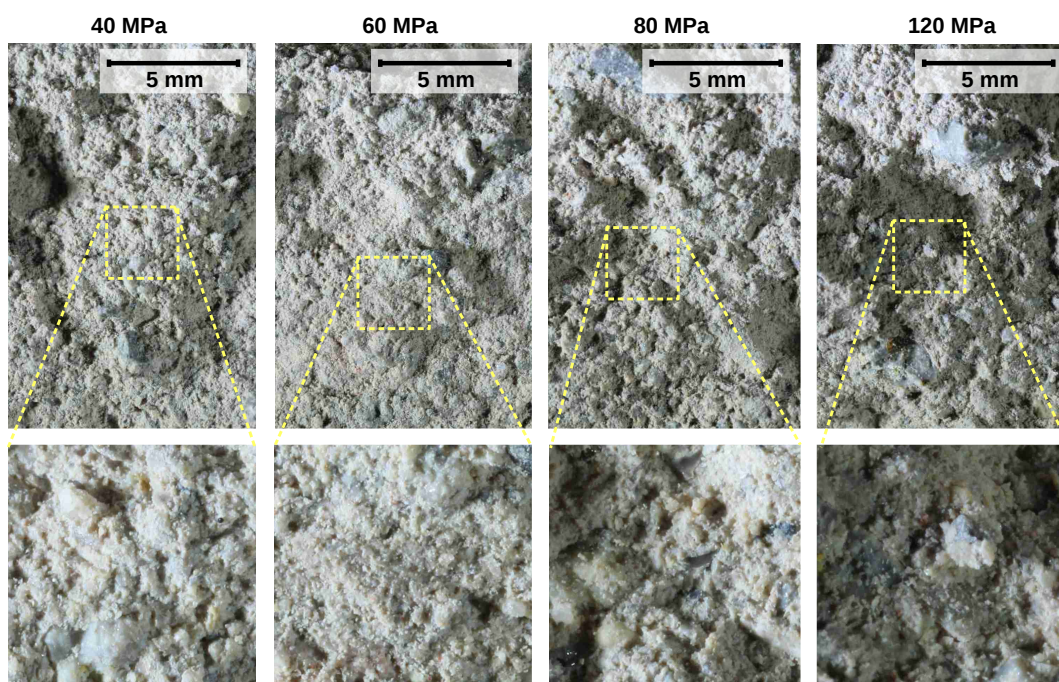


Figura 4.20 Fotografias da superfície de fratura de CDPs compactados em diferentes níveis de pressão de compactação e submetidos a ensaio de compressão diametral

De forma qualitativa e comparativa, nota-se um sutil aumento da densificação - redução aparente dos poros na superfície fotografada - do compacto verde passando-se de  $p = 40 \text{ MPa}$  para  $p = 60 \text{ MPa}$ . Para  $p = 80 \text{ MPa}$  é possível identificar um aumento da quantidade de poros em relação a  $p = 60 \text{ MPa}$ , enquanto o esperado seria uma evolução da densificação em função da pressão de compac-

tação. Observando-se a superfície de fratura para  $p = 120$  MPa, há novamente um aumento aparente da densificação, no entanto, a superfície é mais irregular se comparada à do CDP compactado com  $p = 60$  MPa, o que pode ser resultante dos fenômenos que ocorreram no nível de compactação anterior.

Do ponto de vista macroscópico ou fenomenológico, o processo de prensagem pode ser dividido em três estágios dominantes, de acordo com o aumento da tensão de compressão aplicada: rearranjo das partículas, empacotamento intergranular e empacotamento intragranular. No primeiro estágio o mecanismo de compactação predominante é o deslizamento e o rearranjo das partículas até um grau máximo de empacotamento sem fragmentação ou deformação dos grânulos. A compactação é análoga à que se pode obter em um processo de vibração. No estágio intermediário ocorre a maior parte de compactação, em que com o aumento da pressão, a área de contato entre os grânulos aumenta e a peça vai se tornando mais homogênea, mas alguns grânulos ainda podem ser identificados. Assim, ocorre redução da porosidade intergranular e paralelamente, pode ocorrer fragmentação dos grânulos. No estágio final ocorre diminuição da porosidade intragranular por meio do deslizamento e reordenação das partículas até atingir o empacotamento ou densificação máxima. [87]

Sendo assim, uma hipótese é que a densificação do material aumente com o aumento da pressão de compactação até um certo nível crítico em que as tensões locais nos grãos cause uma fragmentação dos mesmos (ou ao menos de uma determinada porção destes). A partir deste nível crítico, ocorre uma interrupção do processo de aumento do grau de empacotamento e da coesão do compactado verde. Em seguida, com o aumento da pressão de compactação, retoma-se o processo de rearranjo das partículas (fragmentadas e/ou desempacotadas nos estágios anteriores) e de evolução da densidade global do compactado verde. Seguindo esta hipótese, o nível de  $p = 80$  MPa já teria ultrapassado este nível crítico e o nível de  $p = 120$  MPa já estaria acima deste e teria alcançado o processo de recompactação.

As imagens obtidas pela microscopia confocal são apresentados na Figura 4.21, nas quais nota-se uma concordância com o observado na análise anterior.

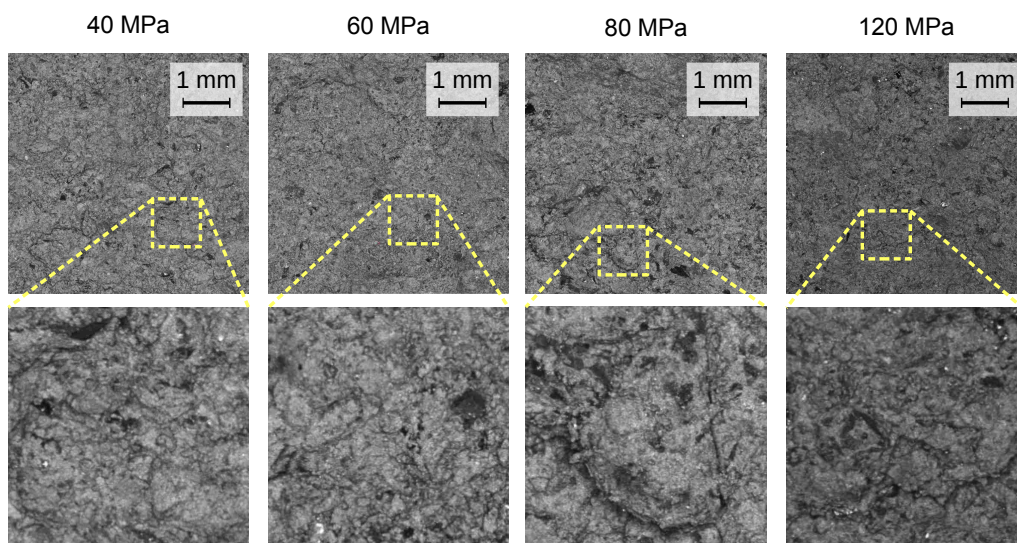


Figura 4.21 Micrografias de microscópio confocal da superfície de fratura de CDPs compactados em diferentes níveis de pressão e submetidos à compressão diametral

Na superfície do CDP compactado com  $p = 40$  MPa é perceptível uma microestrutura grosseira se comparada à superfície analisado do CDP compactado com  $p = 60$  MPa, que é formada por grãos menores e com menor quantidade de vazios. Passando-se para a imagem capturada para o nível de  $p = 80$  MPa, é possível detectar uma microestrutura mais grosseira novamente e a presença de contornos de grãos maiores, como se o material sofresse um processo de descompactação, mesmo com uma maior pressão aplicada. Aumentando esse nível de pressão de compactação, o processo de reordenação das partículas e outros mecanismos de compactação provavelmente voltam a progredir. Isso pode ser confirmado pela superfície observada para o caso de  $p=120$ MPa, em que há uma visível redução dos vazios e a microestrutura aparenta ser menos grosseira.

Para corroborar com a avaliação destas análises, a técnica de MEV também foi aplicada e as micrografias são apresentadas na Figura 4.22, das quais pode-se concluir os mesmos fenômenos observados anteriormente.

As micrografias de MEV evidenciam que para  $p = 40$  MPa o compactado não atinge um nível de densificação elevado, não havendo coesão completa entre os grãos. Esse nível de densificação aumenta quando  $p = 60$  MPa, mas é reduzido quando  $p = 80$  MPa, o que pode ser verificado pela presença de vazios e decoe-

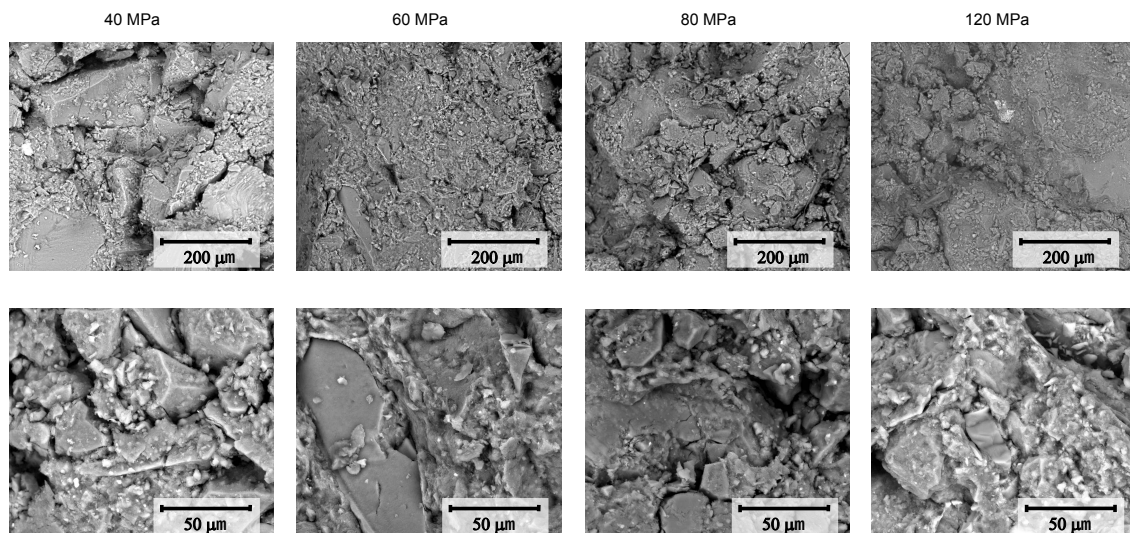


Figura 4.22 Micrografias de MEV da superfície de fratura de CDPs compactados em diferentes níveis de pressão e submetidos à compressão diametral

são dos grãos. Quando esse nível de pressão aplicada é ultrapassado, os mecanismos de recompactação atuam resultando em um maior nível de densificação, como pode ser observado na superfície com microestrutura mais homogênea para  $p=120$  MPa.

#### 4.7 Ensaio de validação

O ensaio de validação, constituído de uma prensagem uniaxial confinada seguida de prensagem isostática, se mostrou uma forma pragmática e de simples execução para validar o modelo de material identificado. Na Figura 4.23, estão apresentados o corpo de prova após as prensagens uniaxial e isostática e suas medidas numeradas de 1 a 14, sendo as medidas de 1 a 7 efetuadas na direção paralela a uma das faces laterais e as de 8 a 14 na direção perpendicular a esta.

A prensagem uniaxial de simples efeito aplicada, induz um gradiente de densidades ao longo da altura do compacto verde, sendo que as regiões mais distantes do punção tendem a se tornar menos densas devido ao atrito entre as paredes do ferramental e o compacto verde. Assim, após a prensagem isostática as densidades tendem a se igualar causando uma diminuição da área da seção transversal variável ao longo da altura, conferindo ao corpo de prova a forma geométrica de um tronco de pirâmide com base aproximadamente qua-



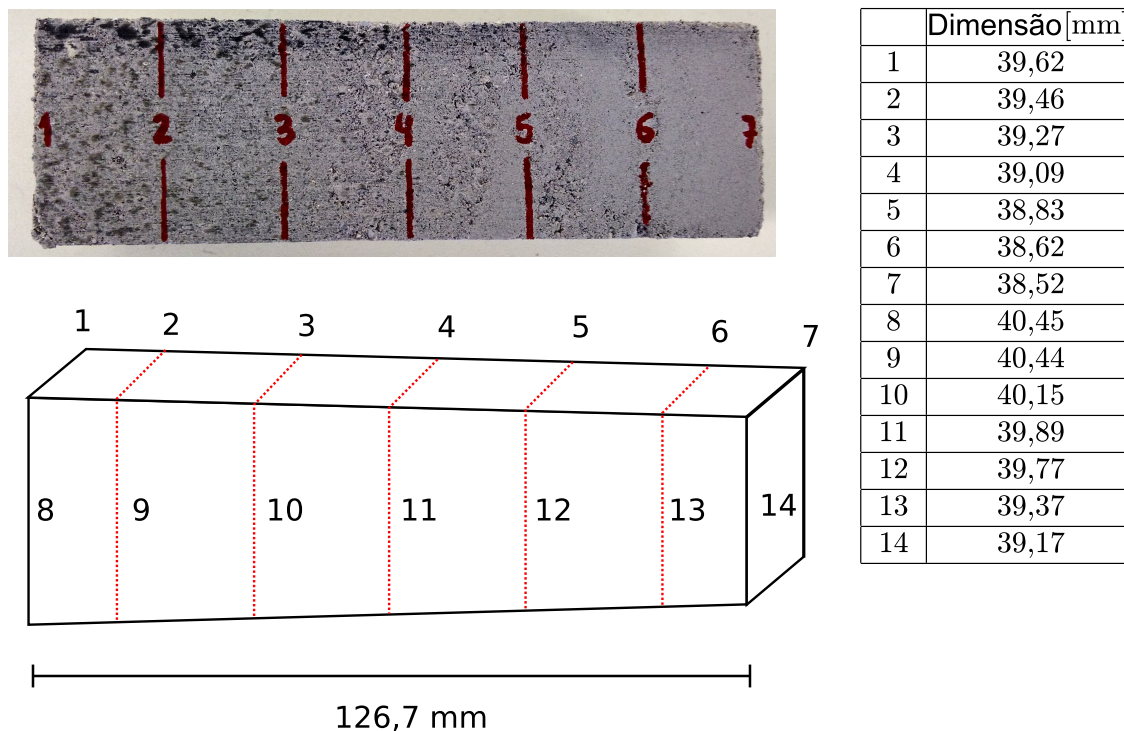


Figura 4.23 Corpo de prova do ensaio de validação após prensagem uniaxial confinada seguida de prensagem isostática. As dimensões apresentadas revelam indiretamente o gradiente de densidades imposto na prensagem uniaxial confinada de simples efeito

drada (as dimensões da cavidade da matriz utilizada são de  $\approx 39,9$  mm e  $\approx 40,5$  mm).

Observando-se a fotografia do CDP prensado (Figura 4.23), nota-se a presença de manchas pretas nas faces laterais, cuja intensidade diminui partindo-se da face que recebe o carregamento (esquerda) até desaparecerem na face oposta. Estas são atribuídas aos resíduos de metal da matriz que são retirados pelo material cerâmico devido a sua natureza abrasiva. Tal efeito ilustra de forma qualitativa o campo de deslocamentos sofrido pelo compacto verde na direção de prensagem, coerente com um processo de simples efeito.

#### 4.8 Simulação computacional do ensaio de validação

O modelo constitutivo (Drucker-Prager/Cap) utilizado para a simulação do ensaio de validação foi calibrado a partir dos parâmetros identificados experimentalmente:

- Parâmetros elásticos:  $E$  e  $\nu$ , assumidos como constantes em função do nível de prensagem, conforme resultados apresentados na Seção 4.3.5 (pág.73);
- Parâmetros da superfície de escoamento por cisalhamento (Drucker-Prager):  $d$  foi assumido dependente do nível de compactação, os valores foram inseridos em forma de tabela, os quais são interpolados pelo software via subrotina do tipo USDFLD;  $\beta$  foi assumido como constante, conforme resultados apresentados na Seção 4.5 (pág.82);
- Parâmetro de encruamento da superfície  $Cap$ : conforme resultados apresentados na Seção 4.2 (pág.60), são utilizados os pontos da curva  $p_b$  vs.  $\varepsilon_{vol}^p$  (Figura 4.3), que são inseridos em forma de tabela e interpolados pelo software;
- Parâmetros da superfície  $Cap$ :  $\alpha=0,02$ , foi assumido um valor baixo conforme sugerido pelo manual do software (entre 0,01 e 0,05 [40]);  $R = 0,35$ , este parâmetro foi variado e ajustado para comparação dos resultados da simulação com os experimentais, uma vez que não foi identificado experimentalmente, como explicitado a seguir;
- Parâmetro inicial da evolução da superfície  $Cap$ :  $\varepsilon_{vol}^p|_0$  foi adotado o valor nulo para representar um estado inicial de pó solto.

Na Figura 4.24 são apresentados os resultados, simulados e experimentais, da geometria final do CDP (largura em função da altura), para as medidas obtidas nas duas direções transversais do CDP: de 1 a 7 e de 8 a 14. Na Figura 4.24 (a) são mostradas 3 curvas simuladas, ilustrando a influência do parâmetro  $R$  nos

resultados finais. O valor de  $R=0,35$  foi obtido empiricamente tomando-se como base a comparação dos resultados simulados com os experimentais.

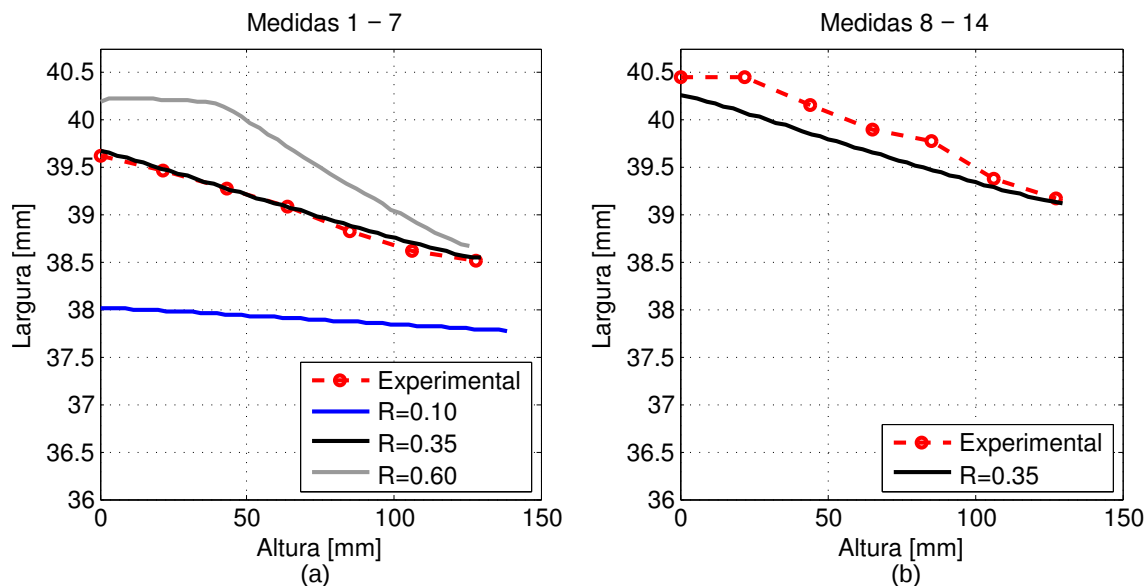


Figura 4.24 Comparação entre as geometrias finais do CDP do ensaio de validação, obtidas experimentalmente e pelas simulações computacionais nas duas direções transversais

Os resultados obtidos da simulação computacional estão muito próximos dos experimentais, demonstrando que o modelo computacional foi capaz de representar os dois processos aplicados (prensagem uniaxial confinada seguida de isostática), bem como prever com qualidade o gradiente de densidades induzido no primeiro processo e a consequente influência na geometria final do CDP após a prensagem isostática, conforme apresentado na Figura 4.25.

De forma a ilustrar a identificação realizada, na Figura 4.26 são apresentadas as superfícies do modelo de Drucker-Prager/*Cap* no plano  $q$  vs.  $p$ , identificadas a partir dos parâmetros obtidos. Para traçar a superfície  $F_s$ , foi adotado um valor fixo para o parâmetro  $d$ , igual a 0,2 MPa, para facilitar a visualização das curvas, uma vez que não se tem uma variação muito significativa deste parâmetro na escala de observação da figura.

Por fim, na Tabela 4.9 pode-se comparar os resultados finais da identificação do modelo para o material refratário com as duas únicas referências encontradas na literatura para materiais refratários [36, 37].

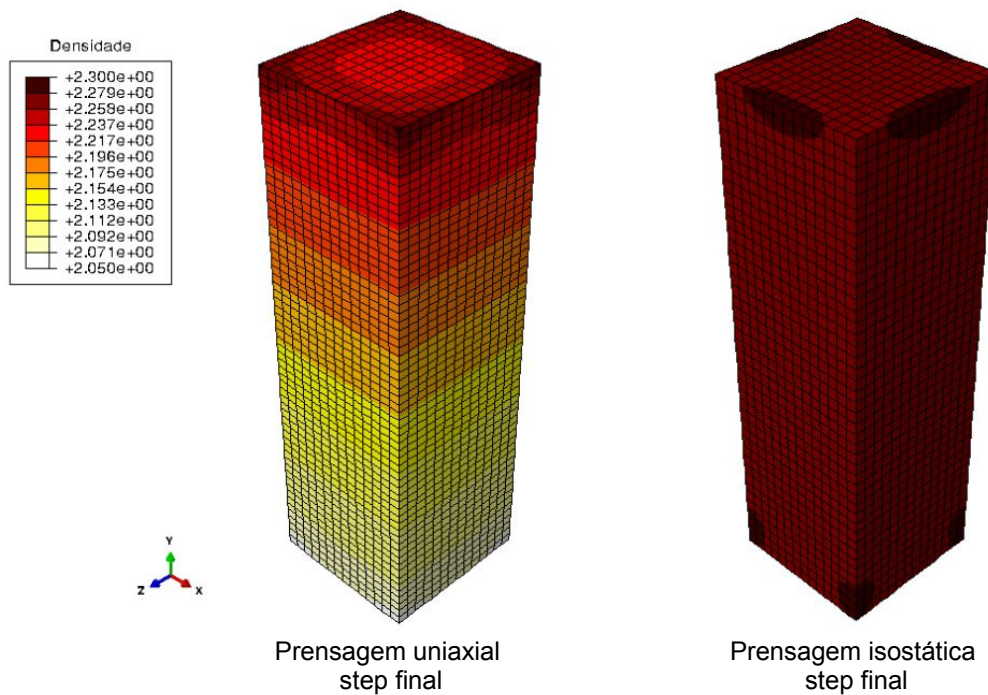


Figura 4.25 Distribuição de densidades obtida na simulação do ensaio de validação

Tabela 4.9 Parâmetros do modelo elastoplástico de Drucker-Prager/Cap utilizado por Gruber e Harmuth [36] e Gruber et al. [37]

Ref	parte elástica		superfície <i>Drucker-Prager</i>		superfície <i>Cap</i>		
	$E$ [MPa]	$\nu$	$d$ [MPa]	$\beta$ [°]	$\alpha$	$R$	$p_b$ vs. $\epsilon_{vol}^{pl}$
[36, 37]	1500	0,2	0,25	20	0,001	0,1	Fig. 2.10
–	827	0,1	11 até 0,21	70 (variável)	0,02	0,35	Fig. 4.3

Apesar de serem os únicos trabalhos encontrados que apresentam os valores dos parâmetros do modelo de Drucker-Prager/Cap para refratários, os materiais estudados não são especificados, tanto no caso dos tijolos refratários [36], quanto no dos bico coletores [37]. Isso não permite então uma comparação direta com os resultados obtidos neste trabalho, no entanto, por serem materiais de mesma natureza, espera-se certa correspondência entre os modelos identificados para representar o comportamento do material em pó. Além disso, o procedimento para identificação dos parâmetros  $d$ ,  $\beta$  e  $R$  não é apresentado e,

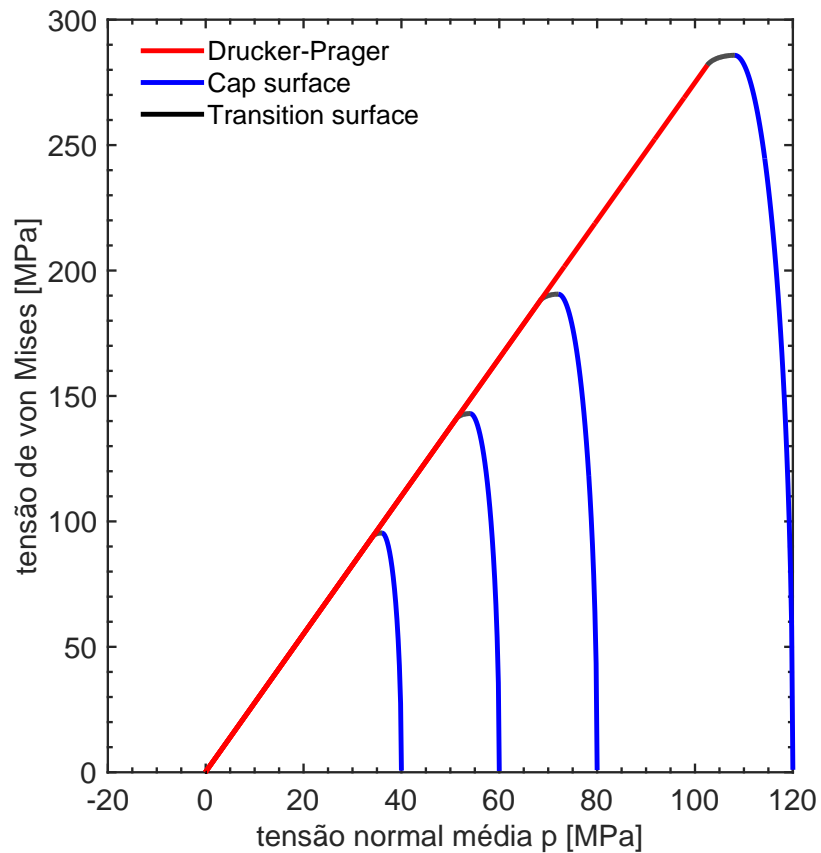


Figura 4.26 Representação no plano  $q$  vs.  $p$  do modelo de Drucker-Prager/*Cap* para os quatro níveis de pressão de compactação em que os parâmetros foram identificados (40, 60, 80 e 120 MPa)

segundo os próprios autores, foram adotadas simplificações para a obtenção da lei de encruamento e o modelo precisa ser aperfeiçoado e validado experimentalmente [36]. A identificação parcial do modelo constitutivo e as simplificações adotadas nestes trabalhos [36,37] podem resultar em aproximações inconsistentes com o comportamento real do material, sendo uma provável explicação para as grandes diferenças observadas em relação a alguns parâmetros identificados no presente trabalho.

Entre os valores analisados, o parâmetro  $\beta$  é o mais discrepante, seguido do parâmetro  $R$ . Como descrito na Seção 2, segundo Wagle et al. [69], estes parâmetros são os mais influentes na calibração do modelo de Drucker-Prager/*Cap* para pós cerâmicos. Com exceção de  $d$ , os parâmetros obtidos no presente

trabalho apresentam boa correspondência com o intervalo de valores dos parâmetros adotados para materiais cerâmicos granulares, que foi utilizado para a análise estatística de Wagle et al. [69] (Tabela 2.1).

## 5 CONCLUSÕES

Neste trabalho, verificou-se a complexidade na identificação dos parâmetros de um modelo constitutivo e, em específico, na determinação do início do escoamento para compactados verdes de um material refratário granular sílico aluminoso. Neste aspecto, a técnica de CID aplicada aos ensaios mecânicos foi determinante na análise dos resultados, por permitir a avaliação da qualidade dos ensaios e análises adicionais, que não são obtidas por técnicas convencionais.

A metodologia proposta possibilitou a identificação experimental da maioria dos parâmetros do modelo de Drucker-Prager/*Cap*, para níveis de pressão de compactação que foram definidos de forma a incluir a pressão de compactação aplicada na indústria para o material em estudo, que varia entre 80 e 120 MPa. Entre estes parâmetros, a lei de encruamento foi obtida na etapa de fabricação dos CDPs; os parâmetros elásticos foram identificados em ensaios de compressão simples, auxiliados pela técnica de CID; os parâmetros da superfície de escoamento plástico por cisalhamento,  $d$  e  $\beta$ , foram obtidos pela combinação de ensaios de compressão simples e diametral, segundo um critério baseado no fenômeno da dilatância, que foi possível pela análise mais profunda, por meio da técnica de CID, dos mecanismos de escoamento atuantes em compactados verdes; o parâmetro de forma da superfície *Cap*,  $R$ , e o parâmetro de forma da superfície de transição,  $\alpha$ , foram ajustados na simulação. Sendo assim, foi possível a identificação do modelo constitutivo a partir de uma metodologia pragmática, que consistiu na realização de ensaios mecânicos convencionais e aplicação de uma técnica precisa para análise dos dados experimentais.

A análise das superfícies de fratura de CDPs utilizados em ensaios BR por microscopia confocal e MEV corroboraram qualitativamente para a explicação dos resultados inesperados observados na pressão de compactação de  $p = 80$  MPa. A constatação de que a densificação do material evolui com o aumento da pressão de compactação até um certo nível crítico, a partir do qual ocorre fragmentação dos grãos que interrompe o processo de aumento de empacotamento e da coesão do compactado verde, é uma informação relevante para a indústria,

visto que  $p = 80$  MPa já teria ultrapassado este nível crítico e encontra-se no intervalo de pressões adotadas na fabricação dos tijolos refratários que utilizam o material em estudo. Caso esta constatação seja validada e dependendo do nível de densificação desejado, esse intervalo poderia ser modificado.

A simulação computacional apresentou boa concordância com os dados experimentais do ensaio de validação, mostrando que os parâmetros identificados são coerentes e o modelo é confiável para simular o processo de prensagem do material refratário e realizar análises de interesse industrial, como a previsão do gradiente de densidades.



## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como perspectivas para trabalhos futuros, sugere-se o desenvolvimento de matrizes instrumentadas para a realização de ensaios oedométricos que viabilizam a identificação de todos os parâmetros do modelo de Drucker-Prager/*Cap* implementado no Abaqus<sup>TM</sup>. Com a identificação completa e mais precisa, sugere-se a aplicação do modelo para análise das solicitações no ferramental de prensagem e utilizar a simulação para otimizar seu projeto.

Em relação à identificação da lei de encruamento do material, sugere-se a realização de uma análise da influência do processo de prensagem na obtenção da curva de densificação, comparando-se as curvas resultantes de prensagem uniaxial e de prensagem isostática, relacionando-as para eventualmente facilitar o procedimento experimental para obter esta lei.

Sugere-se também um estudo mais aprofundado para avaliar as hipóteses levantadas pela observação das superfícies de fratura de CDPs obtidos por meio da aplicação dos níveis de pressão de compactação estudados. Uma maneira de avaliar a evolução da densificação é medir a porosidade resultante em cada nível de compactação, que pode ser obtida pela medida do amortecimento das amostras por meio da aplicação da técnica de excitação por impulso.



## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] BROWN, S.; ABOU-CHEDID, G. Yield behavior of metal powder assemblages. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, v. 42, n. 3, p. 383–399, 1994.
- [2] JONSÉN, P.; HÄGGBLAD, H.-A. Modelling and numerical investigation of the residual stress state in a green metal powder body. *Powder Technology*, v. 155, p. 196–208, 2005.
- [3] CEDERGREN, J.; SØRENSEN, N.; BERGMARK, A. Three-dimensional analysis of compaction of metal powder. *Mechanics of Materials*, Elsevier, v. 34, n. 1, p. 43–59, 2002.
- [4] CEDERGREN, J.; SØRENSEN, N.; MELIN, S. Numerical investigation of powder compaction of gear wheels. *International journal of solids and structures*, Elsevier, v. 40, n. 19, p. 4989–5000, 2003.
- [5] SINKA, I. C.; COCKS, A. C. F. Constitutive modelling of powder compaction - ii. evaluation of material data. *Mechanics of Materials*, v. 39, p. 404–416, 2007.
- [6] ROCCO, F. O. *Calibração do modelo de Drucker-Prager/Cap para simulação numérica do processo de prensagem a frio de pós metálicos*. Dissertação (Mestrado), 2015.
- [7] SHIMA, S.; MIMURA, K. Densification behaviour of ceramic powder volume 28, issue 1, , 1986, pages 53-59. *International Journal of Mechanical Sciences*, v. 28, n. 1, p. 53–59, 1986.
- [8] CANTO, R. B. *Projeto e fabricação de moldes para prensagem isostática utilizando tecnologias CAD/CAE e prototipagem rápida*. Dissertação (Mestrado), 2002.
- [9] CANTO, R. B.; TITA, V.; CARVALHO, J. D.; PURQUERIO, B. d. M. Finite element simulation of ceramic powder isostatic pressing process using material parameters for uniaxial compaction. *Materials Science Forum*, v. 416–418, p. 561–566, 2003.
- [10] SOURIOU, D.; GOEURIOT, P.; BONNEFOY, O.; THOMAS, G.; DORÉ, F. Influence of the formulation of an alumina powder on compaction. *Powder Technology*, v. 190, n. 1–2, p. 152 – 159, 2009.
- [11] BIGG, D. M. Study of effect of pressure, time, and temperature on high-pressure powder molding. *Polymer Engineering and Science*, v. 17, n. 9, p. 691–699, 1977. ISSN 0032-3888.
- [12] CRAWFORD, R. J.; PAUL, D. W.; ADEEBNIA, Y. Microhardness and density distributions in polymeric powder compacts. *European Polymer Journal*, v. 16, p. 401–405, 1980.

[13] CRAWFORD, R. J.; PAUL, D. W. Radial and axial die pressures during solid phase compaction of polymeric powders. *European Polymer Journal*, v. 17, p. 1023–1028, 1981.

[14] CRAWFORD, R. J. Effect of compaction rate during the cold forming of polymeric powders. *Polymer Engineering and Science*, v. 22, n. 5, p. 300–306, 1982.

[15] CRAWFORD, R. J.; SPREVAK, D. Cold compaction of polymeric powders in tapered dies. *European Polymer Journal*, v. 20, p. 441–446, 1984.

[16] CANTO, R. B.; SCHMITT, N.; CARVALHO, J.; BILLARDON, R. Experimental identification of the deformation mechanisms during sintering of cold compacted polytetrafluoroethylene powders. *Polymer Engineering and Science*, v. 51, n. 11, p. 2220–2235, 2011.

[17] MELO, C. C.; SCHMITT, N.; CARVALHO, J.; BILLARDON, R.; CANTO, R. B. Identificação de parâmetros do processo de compactação do PTFE utilizando procedimento experimental associado à análise inversa pelo método dos elementos finitos. In: *Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais - 20° CBECiMat*. [S.l.: s.n.], 2012. p. 11638–11645.

[18] MICHRAFY, A.; RINGENBACHER, D.; TCHORELOFF, P. Modelling the compaction behaviour of powders: application to pharmaceutical powders. *Powder Technology*, v. 127, n. 3, p. 257–266, NOV 5 2002.

[19] SINKA, I. C.; CUNNINGHAM, J. C.; ZAVALIANGOS, A. The effect of wall friction in the compaction of pharmaceutical tablets with curved faces: a validation study of the drucker–prager cap model. *Powder Technology*, v. 133, p. 33–43, 2003.

[20] CUNNINGHAM, J. C.; SINKA, I. C.; ZAVALIANGOS, A. Analysis of tablet compaction. i. characterization of mechanical behavior of powder and powder/tooling friction. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, v. 93, n. 8, p. 2022–2039, AUG 2004. ISSN 0022-3549.

[21] WU, C. Y.; RUDDY, O. M.; BENTHAM, A. C.; HANCOCK, B. C.; BEST, S. M.; ELLIOTT, J. A. Modelling the mechanical behaviour of pharmaceutical powders during compaction. *Powder Technology*, v. 152, n. 1-3, p. 107–117, APR 29 2005. ISSN 0032-5910.

[22] WU, C. Y.; HANCOCK, B. C.; MILLS, A.; BENTHAM, A. C.; BEST, S. M.; ELLIOTT, J. A. Numerical and experimental investigation of capping mechanisms during pharmaceutical tablet compaction. *Powder Technology*, v. 181, n. 2, p. 121–129, FEB 6 2008. ISSN 0032-5910. Symposium on Particulate Processes held at the Pharmaceutical Industry Conference, Montreal, CANADA, JUN 26-30, 2005.

- [23] ALBERO, J. A operação de prensagem: Considerações técnicas e sua aplicação industrial. PARTE I: O preenchimento das cavidades do molde. *Cerâmica Industrial*, v. 5, n. 5, p. 23–28, 2000.
- [24] CARNAVAS, P. C.; PAGE, N. W. Elastic properties of compacted metal powders. *Journal of Materials Science*, v. 33, n. 18, p. 4647–4655, SEP 15 1998. ISSN 0022-2461.
- [25] DIETER, G. E. *Mechanical metallurgy*. [S.l.]: McGraw-Hill New York, 1976.
- [26] WAGLE, G. *Die Compaction Simulation: Simplyfying the application of a complex constitutive model using numerical and physical experiments*. Tese (Doutorado) — The Pennsylvania State University, 2006.
- [27] LU, C. *Determination of Cap Model Parameters using Numerical Optimization Method for Powder Compaction*. Tese (Doutorado) — Marquette University, 2010.
- [28] ZHANG, B.; JAIN, M.; ZHAO, C.; BRUHIS, M.; LAWCOCK, R.; LY, K. Experimental calibration of density-dependent modified drucker-prager/cap model using an instrumented cubic die for powder compact. *Powder Technology*, Elsevier, v. 204, n. 1, p. 27–41, 2010.
- [29] SHANG, C.; SINKA, I.; PAN, J. Constitutive model calibration for powder compaction using instrumented die testing. *Experimental mechanics*, v. 52, n. 7, p. 903–916, 2011.
- [30] HAN, L.; ELLIOTT, J.; BENTHAM, A.; MILLS, A.; AMIDON, G.; HANCOCK, B. A modified drucker-prager cap model for die compaction simulation of pharmaceutical powders. *International Journal of Solids and Structures*, Elsevier, v. 45, n. 10, p. 3088–3106, 2008.
- [31] REYNOLDS, O. On the dilatancy of media composed of rigid particles in contact. *Philosophical magazine and Journal of Science*, v. 20, p. 469–481, 1885.
- [32] CHTOUROU, H.; GUILLOT, M.; GAKWAYA, A. Modeling of the metal powder compaction process using the cap model. part i. experimental material characterization and validation. *International Journal of Solids and Structures*, v. 39, n. 4, p. 1059 – 1075, 2002. ISSN 0020-7683. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/article/B6VJS-44HYDG3-C/2/09ac18e19b33708df75e486562b687ed>.
- [33] ZEUCH, D. H.; GRAZIER, J.; ARGÜELLO, J.; EWSUK, K. G. Mechanical properties and shear failure surfaces for two alumina powders in triaxial compression. *Journal of materials science*, Springer, v. 36, n. 12, p. 2911–2924, 2001.
- [34] ZIPSE, H. Finite-element simulation of the die pressing and sintering of a ceramic component. *Journal of the European Ceramic Society*, Elsevier, v. 17, n. 14, p. 1707–1713, 1997.

- [35] HENDERSON, R. J.; CHANDLER, H. W.; AKISANYA, A. R.; BARBER, H.; MORIARTY, B. Finite element modelling of cold isostatic pressing. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 20, n. 8, p. 1121–1128, JUL 2000. ISSN 0955-2219.
- [36] GRUBER, D.; HARMUTH, H. Simulation of moulding of refractory bricks. *Advances in Science and Technology*, v. 70, p. 167–172, 2010.
- [37] GRUBER, D.; HARMUTH, H.; MICHELITSCH, A. Simulation of moulding – influencing factors and results for collector nozzels. In: \_\_\_\_\_. *Refractories for Metallurgy*. [S.l.: s.n.], 2012. p. 112–115.
- [38] MISES, R. V. Göttinger nachrichten. *Math. Phys. Klasse*, p. 582, 1913.
- [39] DRUCKER, D.; PRAGER, W. Soil mechanics and plastic analysis or limit design. *Quarterly Journal of Applied Mathematics*, v. 10, n. 2, p. 157–165, 1952.
- [40] ABAQUS6.14. *Abaqus 6.14 Documentation*. Providence, RI, USA., 2014.
- [41] BESNARD, G.; HILD, F.; ROUX, S. “finite-element” displacement fields analysis from digital images: Application to portevin-le chatelier bands. *Experimental Mechanics*, v. 46, n. 6, p. 789–803, DEC 2006. ISSN 0014-4851.
- [42] HILD, F.; ROUX, S. *CORRELI-Q4: A software for Finite-Element displacement Field measurements by digital image correlation*. LMT-Cachan. [S.l.], 2008.
- [43] SARACURA, R. G. M. *Estudo da fissuração de concretos refratários durante o processo de cura auxiliado pela técnica de correlação de imagens digitais (exame de qualificação)*. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal de São Carlos, 2014.
- [44] RIUL, C.; TITA, V.; CARVALHO, J. de; CANTO, R. B. Processing and mechanical properties evaluation of glass fiber-reinforced ptfе laminates. *Composites Science and Technology*, v. 72, n. 11, p. 1451–1458, 2012. ISSN 0266-3538. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0266353812002084?v=s5>.
- [45] SARACURA, R. G. M.; SANTOS, F. S.; RAZZINO, C. A.; LIBARDI, W.; TARPANI, J. R.; CANTO, R. B. Análise dos campos de deslocamento e de deformação pela técnica de correlação de imagens digitais em laminados compósitos sólidos ensaiados por compressão após impacto. In: *Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais*. [S.l.: s.n.], 2012. p. 5494–5501.
- [46] TARPANI, J. R.; CANTO, R. B.; SARACURA, R. G. M.; IBARRA-CASTANEDO, C.; MALDAGUE, X. P. V. Compression after impact and fatigue of reconsolidated fiber-reinforced thermoplastic matrix solid composite laminate. *Procedia Materials Science*, v. 3, n. 0, p. 485 – 492, 2014. ISSN 2211-8128. 20th European Conference on Fracture. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2211812814000820>.

- [47] STRABELLI, P. G.; SCIUTI, V. F.; MONTILHA, F. S.; CANTO, L. B.; CANTO, R. B. Influência de variáveis de sinterização na microestrutura de peças de PTFE moldadas por prensagem isostática. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, SciELO Brasil, v. 24, n. 5, p. 612–619, 2014.
- [48] SCIUTI, V. F.; ANGÉLICO, R. A.; BOSE-FILHO, W. W.; SCHMITT, N.; CANTO, R. B. Identificação dos parâmetros de um modelo de comportamento mecânico para o PTFE sob  $-10^{\circ}\text{C}$  assistida pela técnica de correlação de imagens digitais e por métodos de otimização. In: *Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais - 21° CBECiMat*. Cuiabá: [s.n.], 2014. p. 7109–7116.
- [49] GAMBONI, O. C.; RIUL, C.; BILLARDON, R.; Bose Filho, W. W.; SCHMITT, N.; CANTO, R. B. On the formation of defects induced by air trapping during cold pressing of PTFE powder. *Polymer*, v. 82c, p. 75–86, 2016.
- [50] MONTILHA, F. S.; SCIUTI, V. F.; RIUL, C.; BOSE-FILHO, W. W.; SCHMITT, N.; CANTO, R. B. Análise da aplicação do método da normalização linear da carga para identificação de curvas J-R e da tenacidade à fratura do politetrafluoretileno (PTFE). In: *Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais - 21° CBECiMat*. Cuiabá: [s.n.], 2014. p. 7141–7148.
- [51] MELO, C. C.; SCIUTI, V. F.; MONTILHA, F. S.; ROCCO, F. O.; CANTO, R. B. Simulação computacional para a otimização da matriz elastomérica na prensagem multiaxial indireta com elastômero confinado aplicada em pós cerâmicos. In: *60 Congresso Brasileiro de Cerâmica (CBC)*. [S.l.: s.n.], 2016.
- [52] SCIUTI, V. F. *Caracterização experimental e simulação computacional das deformações induzidas na fusão e cristalização do PTFE*. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal de São Carlos - Brasil, 2016.
- [53] TITA, V.; CALIRI, M. F.; ANGÉLICO, R. A.; CANTO, R. B. Experimental analyses of the poly (vinyl chloride) foams' mechanical anisotropic behavior. *Polymer Engineering & Science*, Wiley Online Library, 2012.
- [54] ROCCO, F. O.; MELO, C. C.; BALANCIN, O.; CANTO, R. B. Identificação de parâmetros para a simulação computacional da prensagem de pós ferrosos. In: *Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais - 21° CBECiMat*. [S.l.: s.n.], 2014. p. 5400–5407.
- [55] STAFUZZA, D. B. D.; RODRIGUES, J. A.; MIYAJI, D.; CANTO, R. B. Aplicação da técnica de correlação de imagens digitais ao método da cunha de energia de fratura em concretos refratários. In: *Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais - 20° CBECiMat*. Joinville: [s.n.], 2012. p. 2300–2307.
- [56] VARGAS, R.; NEGGERS, J.; CANTO, R. B.; RODRIGUES, J. A.; HILD, F. Analysis of wedge splitting test on refractory castable via integrated DIC. *Journal of the European Ceramic Society*, (in press), p. 4309–4317, 2016.

- [57] SARACURA, R. G. M.; CANTO, R. B.; PANDOLFELLI, V. C.; SCHMITT, N.; HILD, F. Surface crack network detection on MgO-based refractory castable by digital image correlation. *China's Refractories*, v. 24, n. 1, p. 32–37, 2015.
- [58] MONTILHA, F. S.; MELO, C. C.; ROCCO, F. O.; PANDOLFELLI, V. C.; CANTO, R. B. Identificação de parâmetros elásticos de compactos verdes de um material cerâmico sílico-aluminoso para aplicação em simulação computacional. In: *60 Congresso Brasileiro de Cerâmica (CBC)*. [S.l.: s.n.], 2016.
- [59] MICHRAFY, A.; DODDS, J.; KADIRI, M. Wall friction in the compaction of pharmaceutical powders: measurement and effect on the density distribution. *Powder technology*, Elsevier, v. 148, n. 1, p. 53–55, 2004.
- [60] JONSÉN, P. Fracture and stress in powder compacts. Ph. D. Dissertation, Lulea University of Technology, 2006.
- [61] HAN, L.; ELLIOTT, J.; BENTHAM, A.; MILLS, A.; AMIDON, G.; HANCOCK, B. A modified drucker-prager cap model for die compaction simulation of pharmaceutical powders. *International Journal of Solids and Structures*, Elsevier, v. 45, n. 10, p. 3088–3106, 2008.
- [62] HERNÁNDEZ, J.; OLIVER, J.; CANTE, J.; WEYLER, R. Numerical modeling of crack formation in powder forming processes. *International Journal of Solids and Structures*, Elsevier, v. 48, n. 2, p. 292–316, 2011.
- [63] HENDERSON, R.; CHANDLER, H.; AKISANYA, A.; CHANDLER, C.; NIXON, S. Micro-mechanical modelling of powder compaction. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Elsevier, v. 49, n. 4, p. 739–759, 2001.
- [64] HENDERSON, R.; CHANDLER, H.; AKISANYA, A.; MORIARTY, B. Bag design in isostatic pressing. *Materials & Design*, Elsevier, v. 21, n. 4, p. 259–262, 2000.
- [65] MODNET, P. Computer modelling group, comparison of computer models representing powder compaction process. *Powder Metallurgy*, v. 42, p. 301–311, 1999.
- [66] BORTZMEYER, D. Modelling ceramic powder compaction. *Powder Technology*, v. 70, n. 2, p. 131 – 139, 1992. ISSN 0032-5910. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0032591092850403>.
- [67] AYDIN, I.; BRISCOE, B. J.; SANLITURK, K. Y. The internal form of compacted ceramic components: A comparison of a finite element modelling with experiment. *Powder Technology*, v. 89, n. 3, p. 239–254, DEC 1996. ISSN 0032-5910.
- [68] PARK, H.; KIM, K. Consolidation behavior of sic powder under cold compaction. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 299, n. 1, p. 116–124, 2001.



- [69] WAGLE, G. S.; ENGEL, R. S.; BOLLINA, R.; GERMAN, R. M. Statistical analysis of modified drucker-prager cap model parameters for application to modeling die compaction. In: *Advances in powder metallurgy and particulate materials*. [S.l.: s.n.], 2003.
- [70] SHANG, C.; SINKA, I.; PAN, J. Constitutive model calibration for powder compaction using instrumented die testing. *Experimental mechanics*, Springer, v. 52, n. 7, p. 903–916, 2012.
- [71] SHIN, H.; KIM, J.-B. A numerical investigation on determining the failure strength of a powder compact in unconfined compression testing by considering the compressible character of the specimen. *Powder Technology*, v. 277, p. 156 – 162, 2015. ISSN 0032-5910. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591015001874>.
- [72] RIERA, M. D.; PRADO, J. M.; DOREMUS, P. Modelling of powder die compaction. In: \_\_\_\_\_. [S.l.]: Springer London, 2008. cap. Model Input Data — Elastic Properties, p. 65–76.
- [73] MAZEL, V.; DIARRA, H.; BUSIGNIES, V.; TCHORELOFF, P. Comparison of different failure tests for pharmaceutical tablets: Applicability of the drucker–prager failure criterion. *International Journal of Pharmaceutics*, v. 470, n. 1–2, p. 63 – 69, 2014. ISSN 0378-5173. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0378517314003147>.
- [74] MATERIALS, A. S. for T. *Standard test method for unconfined compressive strength of cohesive soil*. [S.l.]: West Conshohocken, 2013.
- [75] BRISCOE, B. J.; ÖZKAN, N. Compaction behaviour of agglomerated alumina powders. *Powder technology*, Elsevier, v. 90, n. 3, p. 195–203, 1997.
- [76] CAZACU, O.; JIN, J.; CRISTESCU, N. D. A new constitutive model for alumina powder compaction. *KONA Powder and Particle Journal*, p. 103–112, 1997.
- [77] KRAFT, T.; RIEDEL, H.; O., R. Compaction and sintering of a ceramic seal: Modeling and experimental response. *International Journal of Powder Metallurgy*, v. 39, p. 27–34, 2003.
- [78] FOO, Y.; SHENG, Y.; BRISCOE, B. An experimental and numerical study of the compaction of alumina agglomerates. *International Journal of Solids and Structures*, v. 41, n. 21, p. 5929 – 5943, 2004. ISSN 0020-7683. Granular Mechanics. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0020768304002884>.
- [79] RIEDEL, H.; KRAFT, T. Continuum scale simulation of engineering materials: Fundamentals — microstructures — process applications. In: \_\_\_\_\_. [S.l.]: Wiley-VCH Verlag GmbH and Co., KGaA, Weinheim, FRG, 2004. cap. Simulation in Powder Technology.

- [80] ABDULLAH, O. G.; RASIN, F. A.; AL-DHAHIR, T. A. Finite element simulation of alumina ceramic powder compaction. *International Journal of Pure and Applied Physics*, Research India Publications, v. 5, n. 2, p. 15–31, 2009.
- [81] SHIN, H.; KIM, J.-B. Physical interpretations for cap parameters of the modified drucker-prager cap model in relation to the deviator stress curve of a particulate compact in conventional triaxial testing. *Powder Technology*, v. 280, p. 94 – 102, 2015. ISSN 0032-5910. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0032591015002971>.
- [82] (LSTC), L. S. T. C. *LS-DYNA keyword user's manual*. Mater. Models, vol. II, 2012.
- [83] SCHWER, L. E.; MURRAY, Y. D. Continuous surface cap model for geomaterial modeling: a new ls-dyna material type. In: *7th Int. LS-DYNA User's Conference*. [S.l.: s.n.], 2009. p. 16–35.
- [84] SONG, J. H.; CHANDLER, H. W. The determination of some compaction properties of ceramic powders using a simple cylindrical apparatus. *British Ceramic Transactions and Journal*, v. 89, n. 2, p. 49–52, 1990.
- [85] PEREIRA, A. H. A.; VENET, M.; TONNESEN, T.; RODRIGUES, J. A. Desenvolvimento de um equipamento para a caracterização não-destrutiva dos módulos elásticos de materiais cerâmicos em geral. *Cerâmica*, v. 56, p. 118–122, 2010.
- [86] PEREIRA, A. H. A. *Avaliação do dano por choque térmico em concretos refratários via espectroscopia acústica ressonante não-linear*. Tese (Doutorado) — Universidade Federal de São Carlos - Brasil, 2012.
- [87] ALBERO, J. A operação de prensagem: Considerações técnicas e sua aplicação industrial. PARTE II: A compactação. *Cerâmica Industrial*, v. 5, n. 5, p. 14–20, 2000.

## APÊNDICE A

Curvas obtidas de ensaios de compressão simples de CDPs prensados nos demais níveis de compactação estudados (40, 60 e 80 MPa):

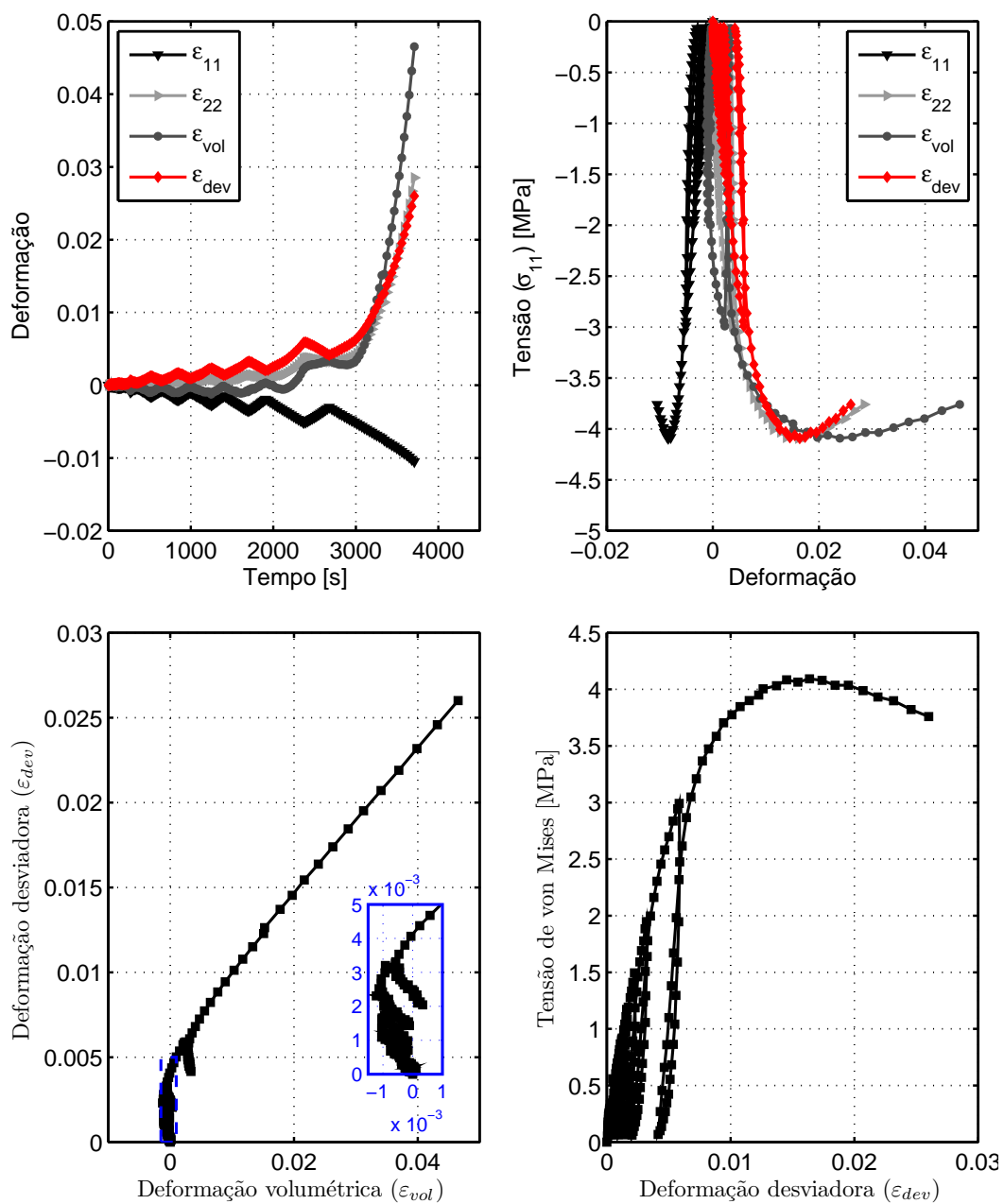


Figura A1 CS25,  $p = 40$  MPa

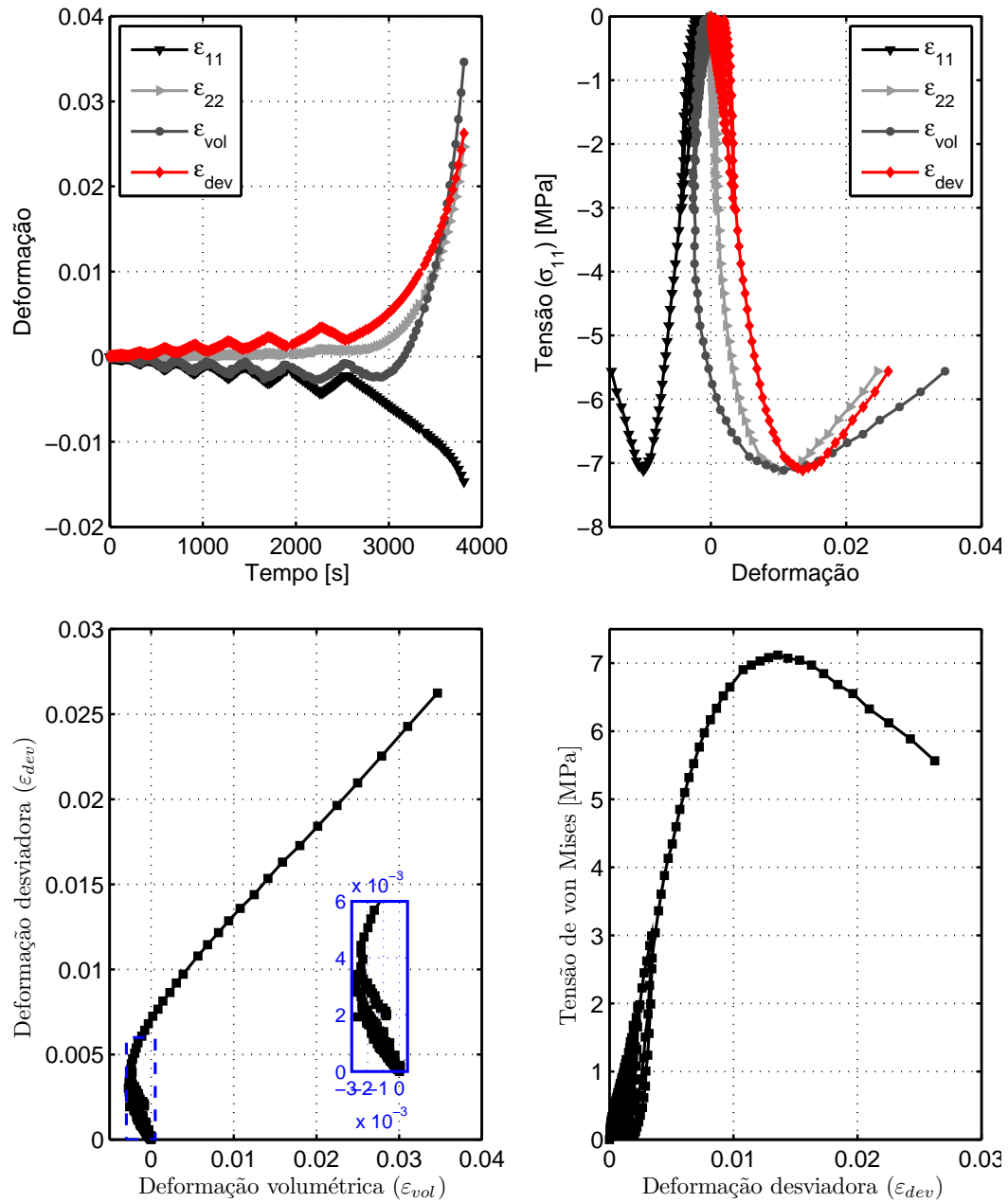


Figura A2 CS27,  $p = 60$  MPa

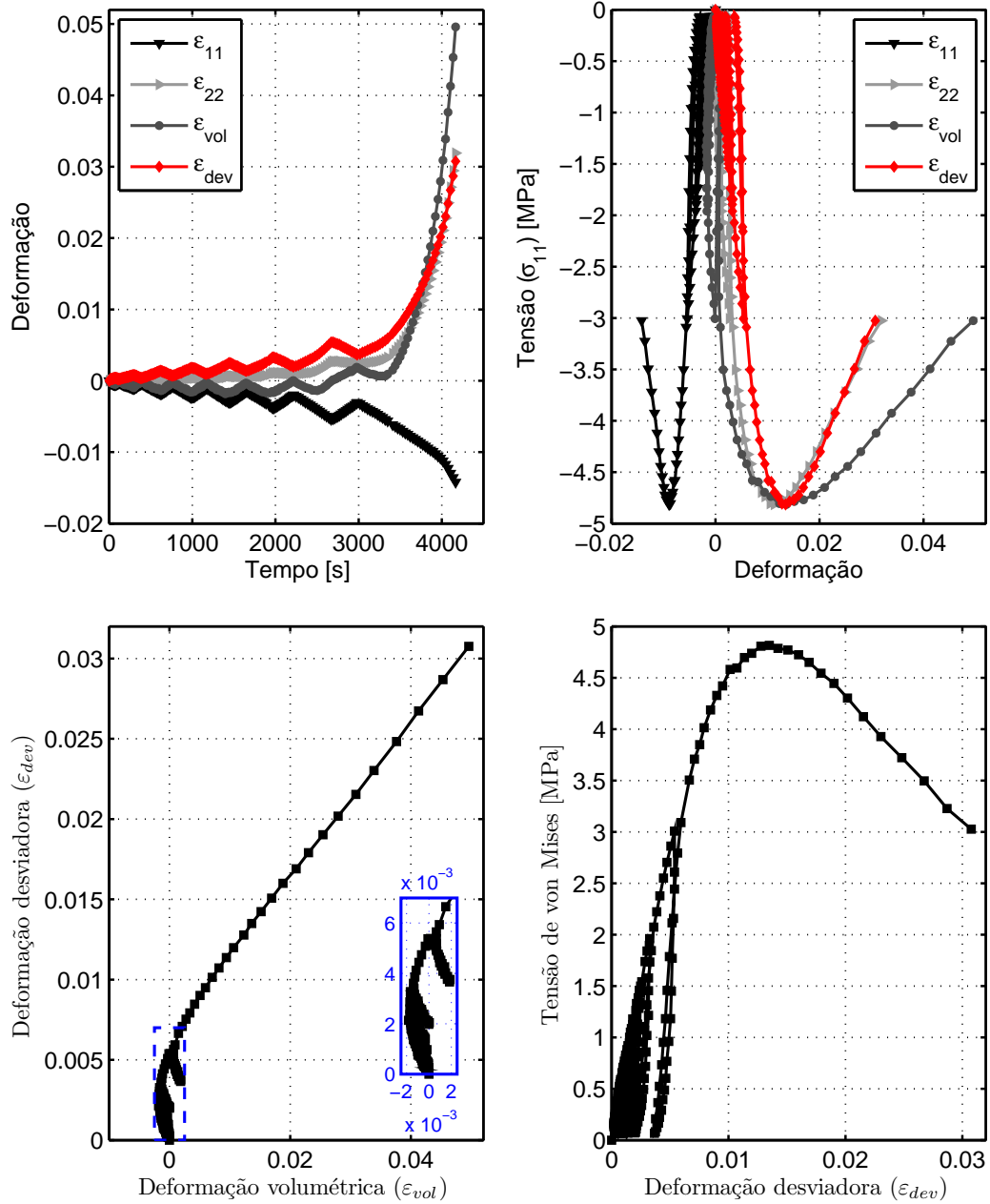


Figura A3 CS23,  $p = 80$  MPa



## APÊNDICE B

Curvas obtidas de ensaios de compressão diametral de CDPs prensados nos demais níveis de compactação estudados (40, 60 e 80 MPa):

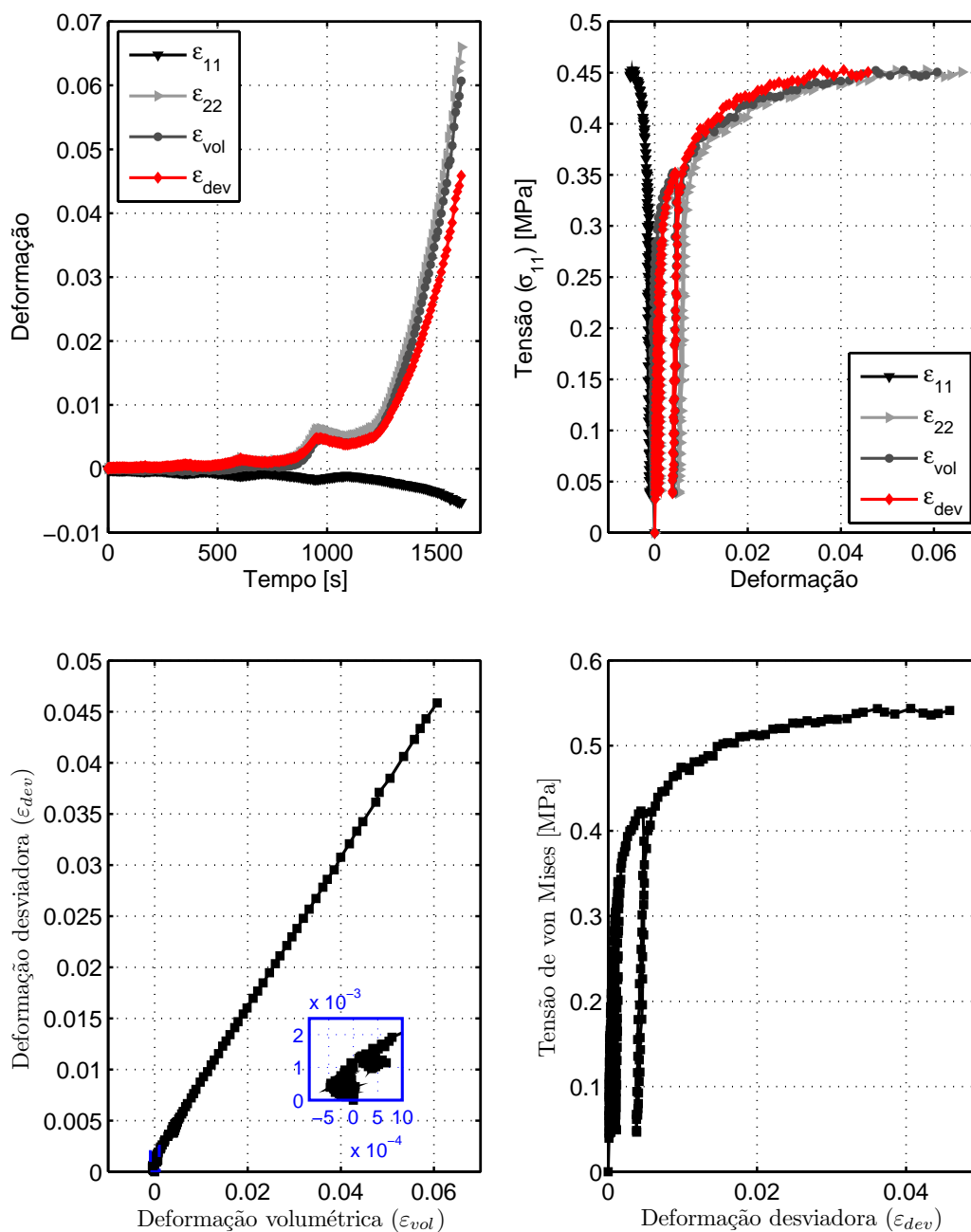


Figura B1 BR15,  $p = 40$  MPa

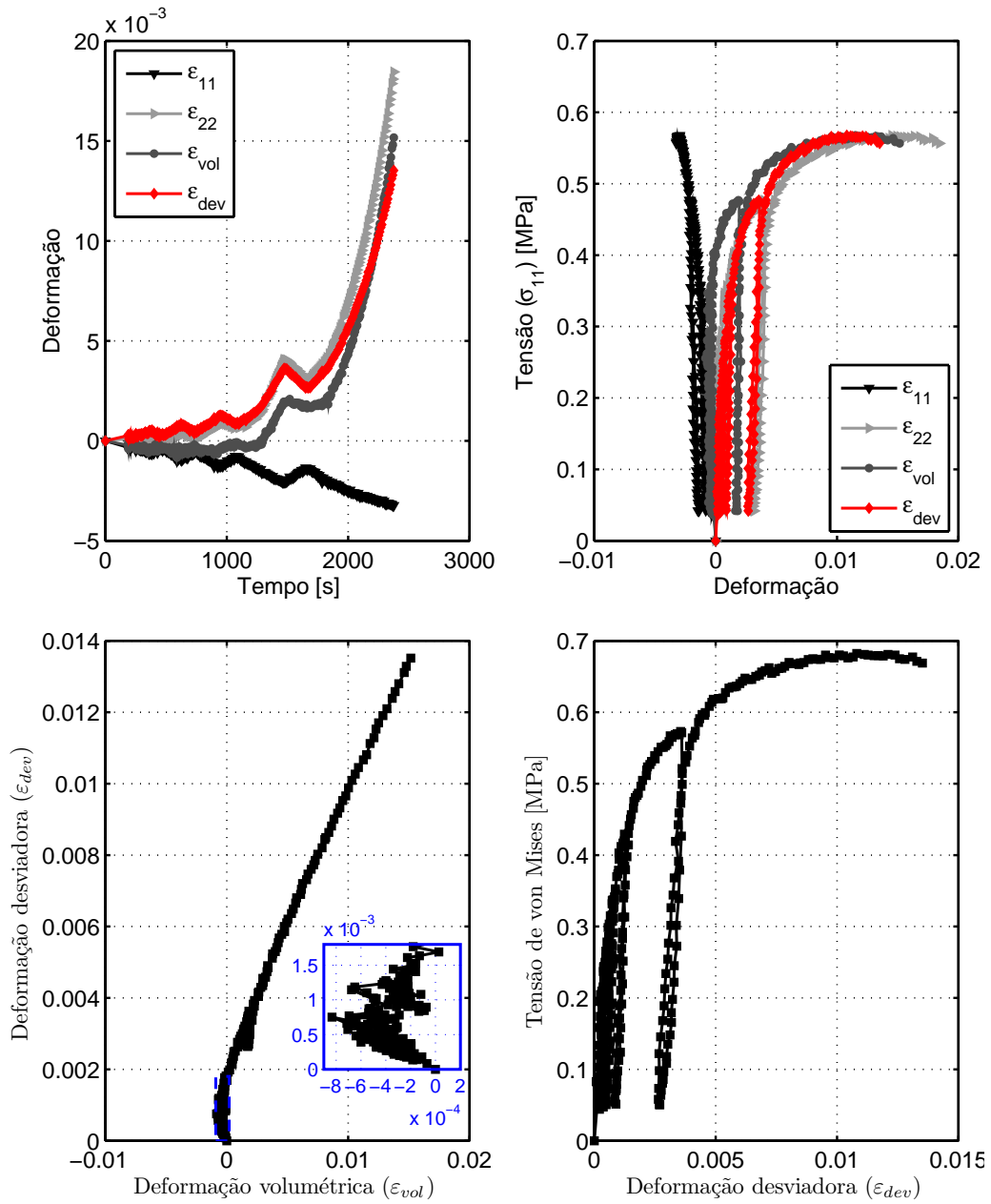


Figura B2 BR11,  $p = 60$  MPa



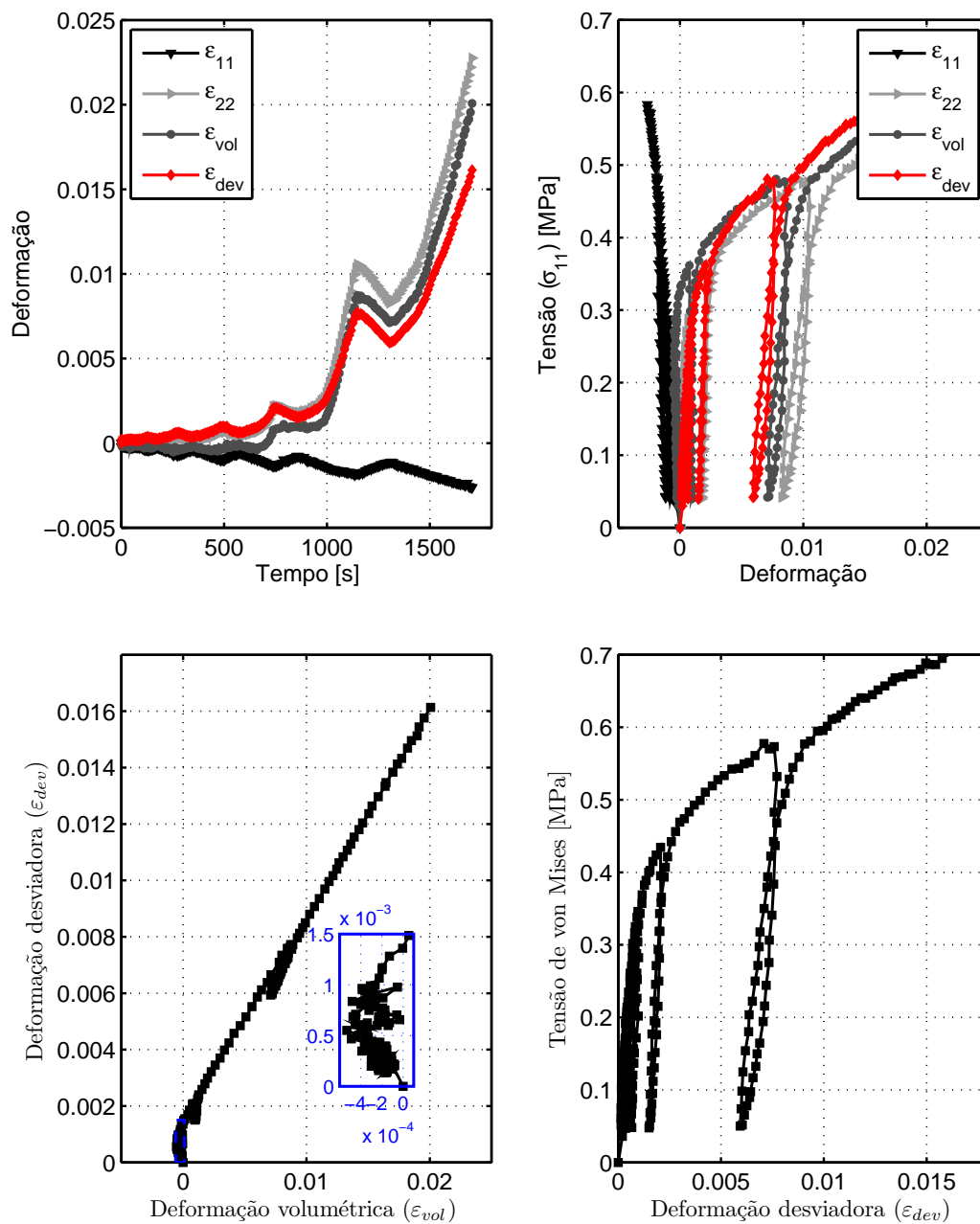


Figura B3 BR21,  $p = 80$  MPa



## ANEXO A

Folha de dados técnicos fornecido pela Magnesita Refratários S.A.



Praça Louis Ensch, 240  
CEP: 32210-902  
Cidade Industrial | Contagem | MG | Brasil

qualidade@magnesita.com.br  
www.magnesita.com.br

### FOLHA DE DADOS TÉCNICOS

**SIAL-45-RT**

EDIÇÃO: 27/02/2015

**CÓDIGO DA MARCA** 994

**DESCRIÇÃO DO PRODUTO** Tijolos e peças refratárias sílico-aluminosas queimadas. Resistente ao choque térmico e ao ataque de álcalis.

**APLICAÇÕES PRINCIPAIS** Fornos rotativos de cimento e cal: Locais sujeitos a variações de temperatura.  
Fornos de vidro: empilhamento e paredes de câmaras regeneradoras.

#### PROPRIEDADES QUÍMICAS (%)

SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O + K <sub>2</sub> O
53,9	40,5	2,4	1,6	0,9

#### PROPRIEDADES FÍSICAS

	Valor Típico	Unidade
Densidade de massa aparente	2,30	(g/cm <sup>3</sup> )
Porosidade aparente	15,4	(%)
Resistência a compressão a temperatura ambiente	50	(MPa)
Resistência ao choque térmico (950°C x 15 min)	30	(Ciclos)
Condutividade térmica a 600°C	1,37	(W/mK)
Condutividade térmica a 800°C	1,41	(W/mK)
Condutividade térmica a 1000°C	1,45	(W/mK)

#### NOTAS

- Os ensaios são realizados de acordo com as normas: ABNT, ASTM, EN, DIN e procedimentos internos.
- Para informações adicionais sobre segurança recomenda-se consultar a Folha de Informações de Segurança de Produtos Químicos - FISPQ da marca
- As análises químicas foram realizadas conforme metodologia da Magnesita Refratários, utilizando amostra em base calcinada.
- A análise química e ensaios especiais seguem o plano de amostragem da Gerência de Controle de Qualidade segundo o sistema da qualidade ISO 9001.
- Os dados técnicos foram obtidos a partir de corpos-de-prova desta marca, provenientes de produções industriais.
- Os valores típicos foram calculados estatisticamente de acordo com o banco de dados de caracterização da marca.
- As informações contidas nesta folha poderão sofrer alterações sem aviso prévio. Ao ser confirmada a ordem de venda, deve ser verificado com a área comercial se essa FDT encontra-se na última revisão.