

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

ESTUDO DA CINEMÁTICA DO
ENSAIO DE FRATURA PELO MÉTODO DA CUNHA
COM AUXÍLIO DA TÉCNICA DE CORRELAÇÃO DE IMAGENS DIGITAIS

Matheus William Parmezani Cardoso

São Carlos-SP

2026

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

ESTUDO DA CINEMÁTICA DO
ENSAIO DE FRATURA PELO MÉTODO DA CUNHA
COM AUXÍLIO DA TÉCNICA DE CORRELAÇÃO DE IMAGENS DIGITAIS

Matheus William Parmezani Cardoso

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

Orientador: Dr. Rodrigo Bresciani Canto

Coorientador: Dr. Vinicius Fiocco Sciuti

Agência Financiadora: CAPES - Processo: 88887.952523/2024-00

São Carlos - SP

2026

DEDICATÓRIA

Àqueles que, de alguma forma, contribuíram para que minha trajetória até aqui fosse mais leve, crítica e saudável. Em especial, aos meus pais, por serem os principais responsáveis pela pessoa que sou, e aos meus irmãos, por me entenderem tão bem.

VITAE

Bacharel em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos
(2024).



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

Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato Matheus William Parmezani Cardoso, realizada em 18/02/2026.

Comissão Julgadora:

Prof. Dr. Rodrigo Bresciani Canto (UFSCar)

Profa. Dra. Ana Paula da Luz (UFSCar)

Prof. Dr. Mateus Mota Morais (USP)

O Relatório de Defesa assinado pelos membros da Comissão Julgadora encontra-se arquivado junto ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

AGRADECIMENTOS

À CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior pelo apoio financeiro para realização desse trabalho com bolsa de estudos, processo nº 88887.952523/2024-00. O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

Agradeço ao Prof. Rodrigo e ao Prof. Vinicius pela confiança, orientação, estrutura, recursos financeiros e apoio. Agradeço também à Prof^a Ana Paula por disponibilizar o laboratório, os materiais e o conhecimento necessários para a produção dos corpos de prova que foram objeto de estudo e à empresa Almatris pela doação dos materiais cerâmicos utilizados.

Aos membros do grupo MECM, pelo auxílio, pelas discussões e pela convivência, que foram fundamentais para tornar o processo mais confortável, apesar dos desafios.

Deixo registrado meu agradecimento aos meus familiares e amigos por terem sido minha rede de apoio do início ao fim. Cito, em especial, a República CTC, por ser minha segunda família.

RESUMO

Concretos refratários são indispensáveis na indústria de base por manterem suas propriedades físico-químicas em altas temperaturas. Devido à natureza quase frágil desses materiais, o surgimento de trincas ao longo do tempo de uso é inevitável, e o aumento de sua durabilidade pode ser alcançado por meio do desenvolvimento de composições que maximizem a resistência à propagação de trincas. A energia de fratura, diretamente relacionada a essa resistência, pode ser obtida pelo Ensaio de Fratura pelo Método da Cunha (EFMC). A técnica de Correlação de Imagens Digitais (CID) é frequentemente utilizada em conjunto com o EFMC por possibilitar a medição de campos de deslocamento sem contato com o Corpo de Prova (CP). Neste trabalho, investigou-se a repetibilidade da energia de fratura para sete CPs nominalmente idênticos e calculou-se a parcela espúria introduzida quando a energia é determinada exclusivamente a partir dos dados da máquina de ensaios. Para três EFMCs com maior repetibilidade, investigou-se também a eficiência do aparato experimental na transferência de trabalho, a cinemática do Sistema de Transferência de Carga (STC) e o processo de fratura nas duas faces analisadas. Os resultados mostraram que medições baseadas no deslocamento vertical do travessão superestimam sistematicamente a energia de fratura em cerca de 8,4% em relação às medições via CMOD (deslocamento de abertura da boca da trinca, do inglês *Crack Mouth Opening Displacement*) obtidas por CID, com a eficiência global do sistema estabilizando-se em 92-93% nos estágios finais. A análise cinemática demonstrou que o STC de componentes soltos apresenta comportamento globalmente estável, com deslizamento desprezível e assimetrias de movimento dos roletes inferiores a 5% do CMOD final. A propagação de trinca evidenciou comportamento em dois estágios: avanço espacial da frente de trinca seguido de abertura progressiva pós-pico.

Palavras-chave: Concreto refratário; Ensaio de Fratura pelo Método da Cunha; Correlação de Imagens Digitais; Cinemática.

ABSTRACT
KINEMATIC ANALYSIS OF THE WEDGE SPLITTING TEST
ASSISTED BY DIGITAL IMAGE CORRELATION

Castable refractories are indispensable in the basic industry due to their ability to maintain physicochemical properties at high temperatures. Owing to the quasi-brittle nature of these materials, crack initiation and propagation over prolonged service times are inevitable, and improving their durability can be achieved through the development of compositions that maximize resistance to crack propagation. Fracture energy, directly related to this resistance, can be obtained by the Wedge Splitting Test (WST). The Digital Image Correlation (DIC) technique is frequently used with the WST, as it enables non-contact full-field displacement measurements on the specimen. In this work, the repeatability of fracture energy was investigated for seven nominally identical specimens, and the spurious contribution introduced when energy is determined exclusively from testing machine data was quantified. For three WSTs exhibiting the highest repeatability, the efficiency of the experimental setup in transferring work to the specimens, the kinematics of the Load Transfer System (LTS), and the fracture process on both analyzed faces were also investigated. Results showed that measurements based on the vertical actuator displacement systematically overestimate fracture energy by approximately 8.4% relative to CMOD (Crack Mouth Opening Displacement)-based measurements obtained via DIC, with the overall system efficiency stabilizing at 92-93% during the final loading stages. The kinematic analysis demonstrated that the loose-component LTS exhibits globally stable behavior, with negligible sliding at the contacts and roller motion asymmetries below 5% of the final CMOD. Crack propagation showed a two-stage behavior: spatial advance of the crack front followed by progressive crack opening in the post-peak regime.

Keywords: Castable refractory; Wedge Splitting Test; Digital Image Correlation; Kinematics.

PUBLICAÇÕES

CARDOSO, M. W. P.; SCIUTI, V. F.; CANTO, R. B.. Repeatability of the Wedge Splitting Test on Aluminous Refractory Castable. In: B-MRS Meeting 2025, Salvador - BA. XXIII B-MRS Meeting - Program, 2025.

ÍNDICE DE ASSUNTOS

| | |
|--|------|
| FOLHA DE APROVAÇÃO | i |
| AGRADECIMENTOS | ii |
| RESUMO | iii |
| ABSTRACT | iv |
| PUBLICAÇÕES | v |
| ÍNDICE DE ASSUNTOS | vi |
| ÍNDICE DE TABELAS | viii |
| ÍNDICE DE FIGURAS | ix |
| SÍMBOLOS E ABREVIATURAS | xii |
| 1 INTRODUÇÃO | 1 |
| 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA | 3 |
| 2.1 CONCRETOS REFRAATÓRIOS | 3 |
| 2.1.1 ALUMINA TABULAR | 4 |
| 2.1.2 ALUMINA CALCINADA | 5 |
| 2.1.3 ALUMINA REATIVA | 5 |
| 2.1.4 CIMENTO DE ALUMINATO DE CÁLCIO | 6 |
| 2.2 ENSAIO DE FRATURA PELO MÉTODO DA CUNHA | 8 |
| 2.3 CORRELAÇÃO DE IMAGENS DIGITAIS | 11 |
| 2.4 ENERGIA DE FRATURA E MECANISMOS DE TENACIFICAÇÃO | 14 |
| 3 MATERIAIS E MÉTODOS | 17 |
| 3.1 FORMULAÇÃO DO CONCRETO REFRAATÓRIO | 17 |

| | | |
|-------|--|----|
| 3.2 | PRODUÇÃO DOS CORPOS DE PROVA | 17 |
| 3.3 | ENSAIO DE FRATURA PELO MÉTODO DA CUNHA | 21 |
| 3.4 | CORRELAÇÃO DE IMAGENS DIGITAIS | 23 |
| 3.4.1 | ANÁLISES DOS EFMCS REALIZADOS | 24 |
| 3.4.2 | ANÁLISE DA CINEMÁTICA DO EPMC | 25 |
| 4 | RESULTADOS E DISCUSSÃO | 31 |
| 4.1 | CURVAS DE FORÇA-DESLOCAMENTO | 31 |
| 4.2 | ENERGIA DE FRATURA | 33 |
| 4.3 | ANÁLISE DA CINEMÁTICA DO EPMC | 34 |
| 4.4 | INCERTEZA DE MEDIÇÃO | 34 |
| 4.5 | CURVAS DE FORÇA-DESLOCAMENTO | 35 |
| 4.6 | TRABALHO CUMULATIVO | 37 |
| 4.7 | CINEMÁTICA DOS ROLETES | 38 |
| 4.8 | CAMPOS DE DESLOCAMENTO HORIZONTAL | 41 |
| 4.9 | CAMPOS DE DESLOCAMENTO VERTICAL | 42 |
| 4.10 | PROPAGAÇÃO DE TRINCA | 44 |
| 5 | CONCLUSÕES | 49 |
| 6 | SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS | 51 |
| 7 | REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 52 |

ÍNDICE DE TABELAS

| | | |
|-----|---|----|
| 2.1 | Energia de fratura de diferentes materiais refratários. | 11 |
| 3.1 | Formulação do concreto refratário avaliado. <i>d</i> : diâmetro médio das partículas. | 17 |
| 3.2 | Equipamentos e parâmetros de aquisição de imagens para CID. | 24 |
| 4.1 | $F_{V,max}$, média e desvio padrão. | 32 |
| 4.2 | Energias de fratura, médias, desvios padrão e diferença relativa. | 33 |
| 4.3 | Desvios padrão das variáveis cinemáticas globais calculados a partir de 20 imagens de referência no estado de pré-carga para os EFMCs selecionados. | 34 |
| 4.4 | Compensação de deslocamento aplicada para que as cargas de pico do EFMC01 e EFMC02 coincidam com o EFMC04. | 35 |
| 4.5 | Valores de patamar da SCD para os três EFMCs selecionados. | 46 |
| 4.6 | Valores de $[\bar{u}]$ final para os três EFMCs selecionados. | 46 |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | | |
|------|---|----|
| 2.1 | Configurações de STC mais complexas que a utilizada neste trabalho, empregadas por (a) <i>Linsbauer & Tschegg</i> [4] e (b) <i>Skoček & Stang</i> [48]. | 9 |
| 2.2 | Esquema do equilíbrio de forças no STC. Adaptado de [52]. | 10 |
| 3.1 | (a) Molde utilizado para produção dos CPs desmontado e (b) montado. | 18 |
| 3.2 | (a) Moldes em PVC preenchidos com concreto, acoplados com as peças de PLA e (b) CP durante o processo de desmoldagem, ainda aderido no molde após ocorrida a cura. | 19 |
| 3.3 | (a) CPs na estufa antes de serem submetidos ao processo de cura e (b) secagem. | 19 |
| 3.4 | (a) CPs no forno antes da calcinação e (b) após etapa de sinterização. | 20 |
| 3.5 | (a) CP com a base retificada à esquerda e outro sem à direita. (b) CP com a base retificada, vista mais próxima. | 20 |
| 3.6 | CPs produzidos retificados e com o aspecto mosqueado aplicado às duas faces opostas de interesse para a aplicação da CID. | 21 |
| 3.7 | Geometria do CP e STC (a) em perspectiva isométrica e (b) vistos de frente. Dimensões em mm. | 21 |
| 3.8 | Fotografia do STC e CP montados entre as placas da máquina de ensaios para a realização do EFMC. | 22 |
| 3.9 | Malhas utilizadas para medição do CMOD (δ_H) posicionadas na face referente a CAM1 do EFMC01. | 25 |
| 3.10 | Malhas usadas para análises via CID posicionadas na face referente a CAM1 do EFMC01: (a) malhas e domínios Ω indicados; (b) região do topo do STC ampliada; e (c) campo de tamanho característico dos elementos em pixels. | 26 |

| | | |
|-----|---|----|
| 4.1 | F_V versus δ_V para os sete EFMCs estudados. | 31 |
| 4.2 | F_H versus δ_H para os sete EFMCs estudados. | 32 |
| 4.3 | Força-deslocamento para os três EFMCs selecionados: (a) F_V versus δ_V ; (b) F_V versus $\bar{\Delta}_{y,c}$; e (c) F_H versus $\bar{\Delta}_{CMOD}$. As estrelas indicam as cargas de pico. | 36 |
| 4.4 | Eficiência da transmissão de trabalho versus $\log(\bar{\Delta}_{CMOD})$ para os EFMCs selecionados. (a) Razão W_{CMOD}/W_M , representando a eficiência global do sistema do EFMC. (b) Razão W_{CMOD}/W_c , representando a eficiência do STC. As estrelas indicam as cargas de pico. | 37 |
| 4.5 | Diferença no deslocamento de abertura dos roletes entre as superfícies referente a CAM1 e CAM2 ($\Delta_{ROD,CAM1} - \Delta_{ROD,CAM2}$) em função de $\bar{\Delta}_{CMOD}$ para os EFMCs selecionados. Valores positivos indicam maior abertura dos roletes na superfície da CAM1. As estrelas indicam as cargas de pico. | 38 |
| 4.6 | Diferença de deslocamento vertical entre roletes ($\Delta_{y,r I} - \Delta_{y, II}$) referente a (a) CAM1 e (b) CAM2 para os EFMCs selecionados. Valores positivos indicam maior deslocamento descendente do rolete I. As estrelas indicam as cargas de pico. | 39 |
| 4.7 | Diferença entre o deslocamento vertical médio medido dos roletes e a previsão analítica, $\frac{1}{2}(\bar{\Delta}_{y,c} + \bar{\Delta}_{y,p}) - \bar{\Delta}_{y,r}$, em função de $\bar{\Delta}_{CMOD}$ para os ensaios selecionados. Valores próximos a zero indicam deslizamento desprezível nos contatos dos roletes. As estrelas indicam as cargas de pico. | 40 |
| 4.8 | Campos de deslocamento horizontal (U_x) para a última imagem analisada ($F_V \approx 25$ N). (a,d) EFMC01 CAM1 e CAM2 ($\bar{\Delta}_{CMOD} \approx 0,82$ mm), (b,e) EFMC02 CAM1 e CAM2 ($\bar{\Delta}_{CMOD} \approx 0,98$ mm), (c,f) EFMC04 CAM1 e CAM2 ($\bar{\Delta}_{CMOD} \approx 0,82$ mm). | 42 |

| | | |
|------|--|----|
| 4.9 | Campos de deslocamento vertical (U_y) para a última imagem analisada ($F_V \approx 25$ N). (a,d) EFMC01 CAM1 e CAM2 ($\bar{\Delta}_{CMOD} \approx 0,82$ mm), (b,e) EFMC02 CAM1 e CAM2 ($\bar{\Delta}_{CMOD} \approx 0,98$ mm), (c,f) EFMC04 CAM1 e CAM2 ($\bar{\Delta}_{CMOD} \approx 0,82$ mm). | 43 |
| 4.10 | Campo com elementos danificados para $k_{[\bar{u}]} = 3,2$ e $k_{\phi^2} = 3$. As cores referem-se ao $\bar{\Delta}_{CMOD}$ calculado para imagem em que o elemento foi identificado como danificado pela primeira vez. (a,d) EFMC01 CAM1 e CAM2, (b,e) EFMC02 CAM1 e CAM2, (c,f) EFMC04 CAM1 e CAM2. | 45 |
| 4.11 | SCD <i>versus</i> MCOD ($[\bar{u}]$) para os três EFMCs selecionados: (a) CAM1; e (b) CAM2. As estrelas indicam as cargas de pico. | 46 |
| 4.12 | Superfície de fratura do EFMC01: (a) visão geral e (b) detalhe ampliado. | 48 |

SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

A - Alumina (Al_2O_3)

AH3 - Hidróxido de Alumínio (Gibbsita, $\text{Al}(\text{OH})_3$)

AT - Alumina Tabular

AZS - Alumina-Zircônia-Sílica

BFA - Alumina Eletrofundida Marrom (do inglês *Brown Fused Alumina*)

C - Óxido de Cálcio (CaO)

CA6 - Hexaluminato de Cálcio (CaAl_2O_6)

CAC - Cimento de Aluminato de Cálcio

CAM1 - Câmera 1

CAM2 - Câmera 2

CAPES - Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior

CID - Correlação de Imagens Digitais

CMOD - Deslocamento de Abertura da Boca da Trinca (do inglês *Crack Mouth Opening Displacement*)

CP - Corpo de Prova

DTP - Distribuição de Tamanho de Partículas

EFMC - Ensaio de Fratura pelo Método da Cunha

H - (Água, H_2O)

MCOD - Deslocamento Médio de Abertura da Trinca (do inglês *Mean Crack Opening Displacement*)

MECM - Grupo de Mecânica Experimental, Computacional e de Materiais

MEF - Método dos Elementos Finitos

PLA - Políácido Láctico

PVC - Policloreto de Vinila

ROD - Deslocamento de Abertura dos Roletes (do inglês *Roller Opening Displacement*)

ROI - Região de Interesse (do inglês *Region of Interest*)

SCD - Densidade Superficial de Trinca (do inglês *Surface Crack Density*)

STC - Sistema de Transferência de Carga

T3 - Elemento triangular de três nós

TA - Alumina Tabular (do inglês *Tabular Alumina*)

WFA - Alumina Eletrofundida Branca (do inglês *White Fused Alumina*)

WST - Ensaio de Fratura pelo Método da Cunha (do inglês *Wedge Splitting Test*)

A - Área projetada para surgimento das superfícies de trincas [mm²]

d - Diâmetro médio das partículas [mm, μm]

dc - Incremento de propagação de trinca [mm]

$d\delta_H$ - Incremento do CMOD [mm]

$d\delta_V$ - Incremento do deslocamento do travessão da máquina de ensaios [mm]

De - Número de elementos danificados

dW_{fs} - Variação do trabalho para formação de superfície [J]

E_p - Módulo de elasticidade da partícula [GPa]

E_m - Módulo de elasticidade da matriz [GPa]

f - Imagem de referência

F_H - Força horizontal transferida ao CP pelo STC [N, kN]

F_V - Força vertical imposta pelo atuador da máquina de ensaios [N, kN]

$F_{V,max}$ - Força vertical máxima [N, kN]

g - Imagem na condição deformada

i - Índice

$[\bar{u}]$ - Deslocamento médio de abertura da trinca (MCOD) [mm]

$k_{[\bar{u}]}$ - Multiplicador do limiar para identificação de elementos danificados ($[\bar{u}]$)

k_{ϕ^2} - Multiplicador do limiar para identificação de elementos danificados (ϕ^2)

ℓ - Tamanho médio dos elementos danificados [pixels, mm]

Ne - Número total de elementos na malha do CP

N_λ - Número de nós no conjunto \mathcal{N}_λ

\mathcal{N}_λ - Conjunto de nós pertencentes à malha que discretiza Ω_λ

$N_{ROI I}$ - Número de nós na ROI I

$N_{ROI II}$ - Número de nós na ROI II

$N_{r, I}$ - Número de nós no rolete I

$N_{r\ II}$ - Número de nós no rolete II

$\overline{\text{rms}}(\phi^2)$ - Valor médio da raiz média quadrática de ϕ^2

SCD - Densidade superficial de trinca [%]

SCD_{lim} - Limiar de detecção de trinca [%]

SCD_{ref} - SCD média das imagens de referência [%]

t_0 - Instante de tempo inicial [s]

t_f - Instante de tempo final [s]

\mathbf{u} - Vetor de deslocamento [mm]

\mathbf{u}_{CID} - Campo de deslocamento obtido via CID [mm]

U_{CP} - Energia elástica armazenada no CP [J]

U_M - Energia elástica armazenada na máquina de ensaios [J]

$\mathbf{u}_{x,i}$ - Deslocamento horizontal do nó i [mm]

U_x - Campo de deslocamento horizontal [mm]

$\mathbf{u}_{y,i}$ - Deslocamento vertical do nó i [mm]

U_y - Campo de deslocamento vertical [mm]

var - Variável genérica

$\{\mathbf{v}\}$ - Vetor de amplitudes

$\{\mathbf{v}_{CID}\}$ - Vetor de amplitudes após minimização

v_i - Amplitude da função de forma i

W_c - Trabalho transferido à cunha [J]

W_{CMOD} - Trabalho consumido pelo CP (baseado em CMOD) [J]

W_M - Trabalho total baseado na máquina de ensaios [J]

\mathbf{x} - Vetor de posições [pixels, mm]

α - Ângulo da cunha [graus, °]

β - Ângulo das placas do STC [graus, °]

γ_{wof} - Energia de fratura [$\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$]

$\gamma_{wof,H}$ - Energia de fratura em função da força horizontal e CMOD [$\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$]

$\gamma_{wof,V}$ - Energia de fratura em função da força vertical e deslocamento do travessão [$\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$]

γ_0 - Energia consumida pela quebra de ligações entre átomos ou íons [$\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$]

γ_P - Energia consumida por microdeformações plásticas na(s) ponta(s) da(s) trinca(s) [$\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$]

$\overline{\Delta\gamma}$ - Energia consumida por interações entre a(s) trinca(s) e a microestrutura [$\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$]

δ_H - CMOD medido via CID [mm]

δ_V - Deslocamento vertical do travessão da máquina de ensaios [mm]

Δ_{CMOD} - CMOD calculado via CID para análise cinemática [mm]

$\Delta_{CMOD,CAM1}$ - CMOD na superfície da CAM1 [mm]

$\Delta_{CMOD,CAM2}$ - CMOD na superfície da CAM2 [mm]

Δ_{ROD} - Deslocamento de abertura dos roletes [mm]

$\Delta_{ROD,CAM1}$ - ROD na superfície da CAM1 [mm]

$\Delta_{ROD,CAM2}$ - ROD na superfície da CAM2 [mm]

$\Delta_{y,c}$ - Deslocamento vertical da cunha [mm]

$\Delta_{y,p}$ - Deslocamento vertical da placa [mm]

$\Delta_{y,r}$ - Deslocamento vertical médio dos roletes [mm]

$\Delta_{y,r I}$ - Deslocamento vertical do rolete *I* [mm]

$\Delta_{y,r II}$ - Deslocamento vertical do rolete *II* [mm]

ϵ_1 - Deformação principal máxima média [adimensional]

ζ - Parâmetro adimensional dependente das propriedades elásticas;

Γ_i - Energia de fratura da interface [$\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$]

Γ_p - Energia de fratura da partícula [$\text{J}\cdot\text{m}^{-2}$]

λ - Componente genérico do STC

ν_i - Amplitude da função de forma *i*

Ω - Região de interesse

Ω_λ - Domínio do componente λ

ϕ^2 - Resíduo de níveis de cinza

Ψ_i - Função de forma *i*

$\sigma([\bar{u}])$ - Desvio padrão de $[\bar{u}]$ [mm]

$\sigma_{SCD_{ref}}$ - Desvio padrão da SCD das imagens de referência [%]

σ_{var} - Incerteza de medição da variável cinemática [mm]

1 INTRODUÇÃO

Concretos refratários possuem elevada resistência química e propriedades termomecânicas úteis em altas temperaturas, sendo empregados como revestimento na indústria de base, principalmente nos setores vidreiro, siderúrgico, de cimento e petroquímico. O caráter quase frágil desses materiais, somado às solicitações severas às quais são expostos, implicam em surgimento de trincas após tempo prolongado de uso [1]. Nesse sentido, entender como maximizar a energia de fratura (γ_{wof}) e, conseqüentemente, a resistência à propagação de trincas nesses materiais, a fim de aumentar sua vida útil durante aplicação, é de extrema relevância econômica, tecnológica e ambiental.

O Ensaio de Fratura pelo Método da Cunha (EFMC) [2–4], em conjunto com a técnica de Correlação de Imagens Digitais (CID), vêm sendo frequentemente utilizados na última década para estudo do processo de fratura em cerâmicas refratárias [5–13]. O EFMC favorece a propagação estável de trincas mesmo em materiais quase frágeis, gerando extensa área de superfícies formadas pelas trincas, e a CID possibilita medir deslocamentos ocorrentes na superfície dos Corpos de Prova (CPs), sem necessidade de contato com os mesmos, tornando a união destas duas ferramentas de análise (EFMC + CID) bastante útil.

Os campos de deslocamentos medidos podem ser utilizados para análise visual do processo de fratura, para computar campos de deformação, para calcular o CMOD (deslocamento de abertura da boca da trinca, do inglês *Crack Mouth Opening Displacement*) e, por conseguinte, a energia de fratura [4] ou, ainda, serem empregados para calibração e validação de modelos numéricos baseados no Método dos Elementos Finitos (MEF), possibilitando ajuste de parâmetros constitutivos e verificação da precisão de simulações computacionais [14–18].

Apesar dos avanços nas técnicas de medição, a maioria dos estudos foca exclusivamente no comportamento mecânico de um ou poucos CPs, além de ignorar a cinemática do aparato experimental. Em ensaios de fratura, a energia total fornecida pela máquina de ensaios pode ser dividida entre a energia consumida pelo CP e pelo sistema experimental propriamente dito, a qual resulta

da energia elástica armazenada e do trabalho gerado por atrito nos componentes [4, 7, 9]. Esta última parcela constitui uma contribuição espúria e conduz à superestimação da energia de fratura quando calculada somente a partir dos dados obtidos diretamente da máquina de ensaios. Neste trabalho, foram estudados sete EFMCs realizados em CPs que possuem - virtualmente - mesmas geometria, dimensões, formulação e processamento. Análises aprofundadas da cinemática do Sistema de Transferência de Carga (STC), da dissipação de energia por parte do aparato experimental e do processo de fratura para três dos casos regulares mais repetitivos foram realizadas.

Dentre os objetivos desse trabalho, têm-se: a medição da variação na energia de fratura obtida com a realização do EFMC em CPs de concreto refratário desenvolvido para aplicações siderúrgicas; o estudo da cinemática do STC utilizado no EFMC; o cálculo da eficiência do trabalho fornecido pela máquina de ensaio em ser transferido para cunha e CP; e a caracterização do processo de fratura através da análise visual e pós-processamento de campos de deslocamentos obtidos via CID.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 CONCRETOS REFRAATÓRIOS

Concretos refratários são materiais quase frágeis, ou seja, diferentemente dos materiais idealmente frágeis ou dúcteis, eles apresentam um comportamento de *softening*, *i.e.*, queda gradual da carga após o pico de carregamento em um ensaio mecânico controlado por taxa de deslocamentos, com propagação estável de trinca. Isso se deve à atuação de mecanismos de tenacificação que consomem energia durante o processo de fratura e dificultam a falha de maneira puramente frágil e catastrófica [19]. Devido a essa tenacidade, aliada à elevada resistência química e termomecânica mesmo em altas temperaturas, eles são amplamente utilizados pela indústria de base (*e.g.*, produção de vidros, cimentos, ligas de aço e derivados do petróleo) [1].

Em comparação com cerâmicas conformadas (*e.g.*, tijolos), os refratários monolíticos, possuem maior facilidade de instalação, menor custo e menor quantidade de juntas - as quais são regiões mais suscetíveis a ataques corrosivos [20]. Os concretos são constituídos, majoritariamente, por uma matriz de partículas finas, com dimensões de até 200 μm , que conferem maior processabilidade na mistura e interligam os agregados. Em sistemas formulados com alumina e Cimento de Aluminato de Cálcio (CAC), a baixas temperaturas (cura) e na presença de água, a coesão inicial é garantida pelo fenômeno de hidratação, formando uma estrutura rígida no concreto verde. Com o aumento da temperatura (≈ 100 a $600\text{ }^\circ\text{C}$), ocorre a desidratação progressiva dos hidratos formados durante a cura. A altas temperaturas, acima de $1000\text{ }^\circ\text{C}$, predominam mecanismos de sinterização que levam a mudanças microestruturais que podem aumentar ou reduzir a resistência mecânica do refratário, além de provocar variações em sua densidade, distribuição de poros e tamanho dos poros. [20, 21].

Os agregados são partículas maiores que 200 μm , podendo ultrapassar uma dezena de milímetros. Contribuem para resistência mecânica e podem contribuir para a tenacidade ao dificultar a propagação de trincas com a promoção de mecanismos de tenacificação como a deflexão de trinca. Entretanto, a tenacificação

global do sistema também depende fortemente da matriz e da interface matriz-agregado. Em concretos modernos, a adição de finos otimiza o empacotamento de partículas e a reologia, permitindo uma maior densificação e o aumento da resistência à propagação de trincas [20].

2.1.1 ALUMINA TABULAR

A alumina (Al_2O_3 ou óxido de alumínio) é uma das matérias-primas mais utilizadas em aplicações refratárias devido à sua elevada refratariedade e resistência à erosão e à corrosão [1, 22–26]. Três tipos principais de coríndon (Al_2O_3 mineral natural, fase α) sintético são produzidos: Alumina Tabular (AT ou TA, do inglês *Tabular Alumina*), Alumina Eletrofundida Branca (WFA, do inglês *White Fused Alumina*) e Alumina Eletrofundida Marrom (BFA, do inglês *Brown Fused Alumina*) [1, 25, 27].

A Alumina Tabular é produzida por sinterização acima de 1800°C , resultando em grãos alongados e tabulares (0,05–1 mm) com aproximadamente 5% de porosidade fechada distribuída uniformemente, com poros menores que $10\ \mu\text{m}$ [26, 28]. A Alumina Eletrofundida Branca é obtida por fusão em forno elétrico a arco, apresentando grãos maiores, porosidade fechada inferior a 1%, mas com poros maiores ($31\text{--}47\ \mu\text{m}$) e distribuição menos uniforme [28–30].

A principal impureza em ambos os materiais é o sódio, proveniente do processo Bayer, que forma $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ que possui menor dureza e refratariedade [31]. Na WFA, devido aos grãos maiores, $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ tende a concentrar-se nos contornos de grão e acumular-se nas frações granulométricas mais finas durante a moagem [28].

A AT geralmente apresenta menor densidade aparente que a WFA devido à maior quantidade de poros fechados [28, 32]. Esses poros fechados conferem à Alumina Tabular uma maior resistência ao choque térmico, quando comparada à Alumina Eletrofundida Branca [1, 33], além de que os grãos de AT apresentam maiores valores de resistência mecânica e módulos de Weibull, em comparação aos grãos de WFA [34].

2.1.2 ALUMINA CALCINADA

A alumina calcinada é produzida pela calcinação do hidróxido de alumínio do processo Bayer em temperaturas superiores a 1200 °C [35], resultando na fase estável α -Al₂O₃ com elevada pureza. A α -alumina apresenta ponto de fusão de aproximadamente 2050–2072 °C.

Em temperaturas inferiores a 1400 °C, a alumina calcinada não apresenta transformações de fase significativas, quando já se encontra na forma α -Al₂O₃. No entanto, se a calcinação foi incompleta, podem ocorrer transformações sequenciais das fases metaestáveis de transição: γ -Al₂O₃ (formada acima de 600 °C) transforma-se em δ -Al₂O₃ acima de 1000 °C, que por sua vez se converte em θ -Al₂O₃ também acima de 1000 °C, finalmente transformando-se em α -Al₂O₃ acima de 1100–1200 °C [36, 37]. A presença de impurezas, como o sódio residual do processo Bayer, pode alterar essas temperaturas de transformação, formando β -Al₂O₃ de menor dureza e reduzindo a refratariedade do material devido a fases eutéticas de baixo ponto de fusão no sistema Na₂O-Al₂O₃ [31].

A completa conversão para a fase α -Al₂O₃ é fundamental para as propriedades mecânicas dos refratários, pois esta fase possui estrutura hexagonal compacta com ligações Al-O de caráter iônico-covalente altamente estáveis, conferindo elevada dureza (9 na escala de Mohs), alta resistência mecânica e estabilidade térmica. As fases de transição (γ , δ , θ), por outro lado, possuem estruturas cristalinas metaestáveis com vacâncias catiônicas e menor coordenação Al-O, resultando em ligações químicas mais fracas e propriedades mecânicas inferiores comparadas à fase α -Al₂O₃ [37].

2.1.3 ALUMINA REATIVA

A alumina reativa é caracterizada por sua elevada área superficial específica (tipicamente 3–15 m²/g) e tamanho reduzido de partículas (diâmetro < 1 μ m) [35, 38], o que lhe confere alta reatividade superficial e elevada cinética de sinterização. A denominação “reativa” está associada à sua capacidade de promover densificação e formação de ligações cerâmicas em temperaturas significativamente menores que as aluminas convencionais.

Segundo a teoria de sinterização, a taxa de formação e crescimento de pescoço entre cristais no estágio inicial é fortemente afetada pelo tamanho cristalino [39, 40]. Partículas menores possuem maior energia superficial e maior força motriz de sinterização devido à maior curvatura superficial, acelerando os processos difusivos responsáveis pela formação e crescimento de pescoços entre partículas. A redução do tamanho de partícula em uma ordem de grandeza pode acelerar a sinterização em até quatro ordens de magnitude, explicando a alta reatividade térmica dessas aluminas.

Na formulação de concretos refratários, a alumina reativa desempenha múltiplas funções essenciais [35, 38]: facilita o empacotamento denso da matriz na faixa submícron, reduzindo a porosidade; reduz a demanda de água durante a mistura devido à morfologia esférica das partículas, melhorando a trabalhabilidade; acelera a sinterização e densificação em altas temperaturas, permitindo o desenvolvimento de resistência mecânica em temperaturas mais baixas; e favorece a formação *in situ* de fases alongadas e aciculares (como CA_6 e $Al_{18}B_4O_{33}$) quando combinada com agentes mineralizadores, promovendo autorreforço microestrutural (*self-reinforcement*) através de mecanismos de tenacificação por ponte de trincas (*crack bridging*) [38]. O desenvolvimento de aluminas reativas multimodais permitiu a extensão do uso de concretos refratários para aplicações acima de 1600 °C, representando um avanço significativo nas propriedades termomecânicas desses materiais [35].

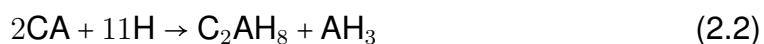
2.1.4 CIMENTO DE ALUMINATO DE CÁLCIO

O CAC é um ligante hidráulico, *i.e.*, tem como principal função reagir com água e propiciar rigidez e resistência mecânica a verde em baixas temperaturas. É um dos mais utilizados em concretos refratários por conferir alta resistência mecânica a verde, além de possuir elevada disponibilidade, baixo custo e resistência ao ataque por agentes agressivos [41, 42]. Ademais, para formulações que possuem CAC como ligante, cerca de 24 h são suficientes para atingirem 70–80 % da resistência mecânica máxima quando a cura é realizada nas condições adequadas, enquanto concretos com cimento Portland podem levar até 28 dias.

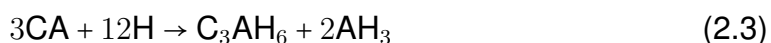
O processo de hidratação do CAC é exotérmico e fortemente dependente da temperatura de cura. A principal fase hidráulica do CAC é o monoaluminato de cálcio (CaAl_2O_4 ou CA, onde C = CaO e A = Al_2O_3), que reage com água formando diferentes produtos hidratados conforme a temperatura. Em temperaturas abaixo de 20°C , a reação predominante é:



em que H representa H_2O . Na faixa de temperatura entre 20 e 30°C , formam-se preferencialmente aluminato de cálcio octahidratado (C_2AH_8) e hidróxido de alumínio (AH_3 ou gibsita):

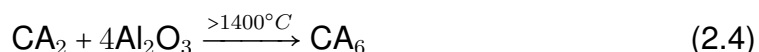


Em temperaturas acima de 40°C , a hidratação leva diretamente à formação das fases estáveis trialuminato de cálcio hexaidratado (C_3AH_6 , hidrogranada) e gibsita (AH_3):



Quando misturado e curado entre 22 e 35°C , o CAC é mais resistente e menos propenso a explosão por ter maior permeabilidade, principalmente devido ao particulado hidratado e aos aluminatos de cálcio mais cristalinos formados [43]. As fases metaestáveis CAH_{10} e C_2AH_8 convertem-se gradualmente em C_3AH_6 e AH_3 ao longo do tempo, processo conhecido como conversão. Esta transformação resulta em aumento de porosidade e potencial redução de resistência mecânica devido à liberação de água estrutural.

Ademais, formulações com CaO e elevado teor de alumina promovem a formação de hexaluminato de cálcio ($\text{CaAl}_{12}\text{O}_{19}$ ou CA_6) em temperaturas acima de 1400°C através da reação em estado sólido:



O CA_6 pode contribuir significativamente para a resistência à propagação de

trincas quando uma fase na forma de plaquetas hexagonais é obtida, promovendo autorreforço microestrutural por mecanismos de tenacificação como deflexão de trincas (*crack deflection*) e ponte de trincas (*crack bridging*) [44].

2.2 ENSAIO DE FRATURA PELO MÉTODO DA CUNHA

O EFMC (ou *WST*, do inglês *Wedge Splitting Test*) [2–4] é utilizado para propagação de trincas de maneira estável em materiais com comportamento quase frágil, como concretos refratários, sendo frequentemente empregado para a obtenção da energia de fratura. O ensaio consiste na aplicação de uma força vertical (F_V) em uma cunha, a força vertical é convertida em forças horizontais (F_H) gerando uma sollicitação de abertura da trinca (modo I) no CP e propagação desta a partir da raiz de um entalhe pré-existente. A configuração do EFMC gera um carregamento ampliado no CP em relação ao imposto pelo atuador da máquina de ensaios, de modo que menos energia elástica é armazenada na estrutura da máquina, reduzindo a instabilidade decorrente de uma liberação repentina de energia durante a propagação da trinca [45, 46].

O projeto do Sistema de Transferência de Carga (STC) no EFMC varia na literatura. As configurações utilizadas nos primeiros artigos científicos publicados sobre o EFMC, de *Linsbauer & Tschegg* (1986) [3] e de *Brühwiler & Wittmann* (1990) [4], e algumas implementações subsequentes [47–49], apresentadas na Figura 2.1, empregam montagens sofisticadas incorporando acoplamentos mecânicos mais restritivos entre componentes (não apenas contato) e dispositivos de medição integrados, que introduzem restrições práticas para aplicações em alta temperatura. Por outro lado, configurações mais simples de STC, consistindo de componentes soltos e mantidos em contato e posicionados apenas pela geometria e carregamento, oferecem vantagens em termos de compatibilidade térmica, facilidade de implementação e custo reduzido.

De maneira geral, considerando STCs que contenham como principais elementos uma cunha com movimento vertical e dois elementos de transferência de carga na direção horizontal, a relação entre a força vertical aplicada pela máquina de ensaios (F_V) e a força horizontal transmitida ao corpo de prova (F_H) é

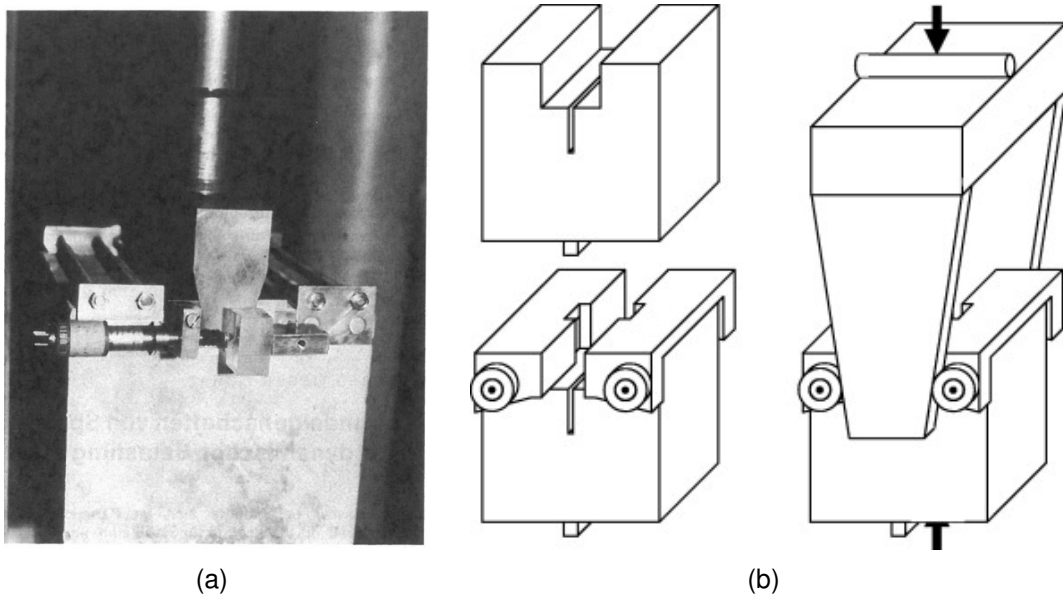


Figura 2.1: Configurações de STC mais complexas que a utilizada neste trabalho, empregadas por (a) *Linsbauer & Tschegg* [4] e (b) *Skoček & Stang* [48].

governada pelo ângulo da cunha (α), conforme a equação [50, 51]:

$$F_H = \frac{F_V}{2 \tan(\alpha/2)} \quad (2.5)$$

Esta relação demonstra que a força aplicada pela máquina na direção vertical é significativamente menor que a carga de abertura do CP na horizontal, pelo efeito do STC. Na Figura 2.2 é apresentado o balanço de forças da configuração do EFMC para o STC utilizado neste trabalho, sendo que α representa o ângulo da cunha e β o ângulo das placas.

Esta amplificação mecânica contribui para favorecer uma propagação estável da trinca, uma vez que reduz drasticamente a energia elástica armazenada no sistema máquina-CP ($U_M + U_{CP}$) [50]. A condição necessária para propagação estável de trinca é expressa pela inequação [50, 51]:

$$-\frac{d(U_M + U_{CP})}{dc} \leq \frac{dW_{fs}}{dc} \quad (2.6)$$

sendo $d(U_M + U_{CP})/dc$ a variação das energias elásticas armazenadas na máquina, U_M , e no CP, U_{CP} , por unidade de propagação de trinca (dc), constituindo

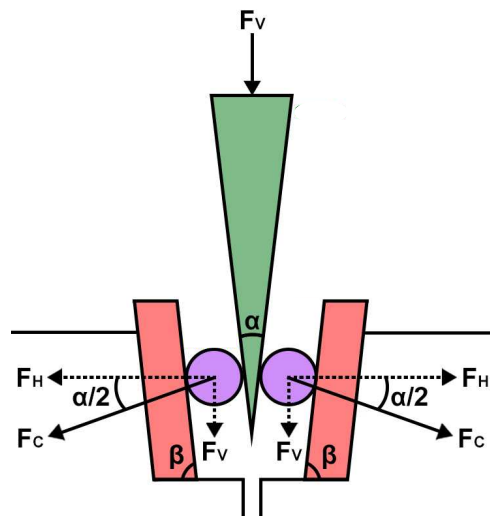


Figura 2.2: Esquema do equilíbrio de forças no STC. Adaptado de [52].

a variação da energia potencial do sistema e, dW_{fs}/dc é a variação do trabalho realizado para formação de superfície por unidade de propagação de trinca, representando a energia consumida durante o processo de fratura.

A energia de fratura (γ_{wof}) é definida como o trabalho médio por unidade de área projetada necessário para propagar uma trinca através do material [50, 51, 53]:

$$\gamma_{wof,V} = \frac{1}{2A} \int F_V d\delta_V \quad (2.7)$$

sendo que A é a área projetada da superfície de fratura, F_V é a força vertical aplicada e δ_V é o deslocamento vertical do atuador da máquina de ensaios. A integral $\int F_V d\delta_V$ corresponde à área sob a curva força-deslocamento. Exemplos na literatura, como Ribeiro et al. [50], consideram a curva até o ponto no qual, após o pico de força, a carga decresce para aproximadamente 10% da força máxima no pico.

Alternativamente, a energia de fratura pode ser determinada a partir da força horizontal (F_H) e do CMOD [4]:

$$\gamma_{wof,H} = \frac{1}{2A} \int F_H d\delta_H \quad (2.8)$$

em que δ_H representa o CMOD, que pode ser medido por diferentes técnicas, como extensômetros, *clip gauges* ou, como neste trabalho, via CID.

As principais vantagens do EFMC em relação ao ensaio de flexão em três pontos incluem: possibilidade de utilização de CPs de maiores dimensões, tornando a razão entre o tamanho dos maiores agregados e as dimensões transversais da amostra suficientemente pequena para garantir representatividade microestrutural, especialmente crítico para refratários com microestrutura grosseira; e redução significativa da força aplicada pela máquina devido ao efeito da cunha, diminuindo a energia elástica armazenada no sistema e facilitando a propagação estável da trinca durante o ensaio [50]. Na Tabela 2.1 estão apresentados alguns valores de energia de fratura para diferentes refratários submetidos ao EFMC.

Tabela 2.1: Energia de fratura de diferentes materiais refratários.

| Material | γ_{wof} [J·m ⁻²] | Referência |
|-------------------------|-------------------------------------|------------|
| Concreto aluminoso | ≈ 60 | [21] |
| Concreto aluminoso | ≈ 120 | [21] |
| Alumina-mulita-zircônia | 106 | [9] |
| Magnésia | 76 ¹ | [54] |
| Magnésia-espínélio | 128 ¹ | [54] |

2.3 CORRELAÇÃO DE IMAGENS DIGITAIS

A CID permite a medição de campos de deslocamentos pela análise de imagens obtidas durante a realização de ensaios (termo) mecânicos, sendo uma técnica relevante para o estudo do comportamento mecânico dos materiais [6–8, 13, 55–61]. A técnica de CID em duas dimensões se baseia no princípio da conservação de brilho, no qual o nível de brilho em uma imagem de referência, f , se mantém na imagem correspondente à condição deformada, g , desconsiderando a existência de ruído de aquisição, como indicado pela Equação 2.9:

$$f(\mathbf{x}) = g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x})) \quad (2.9)$$

sendo que \mathbf{x} representa o vetor de posições e $\mathbf{u}(\mathbf{x})$ o vetor de deslocamentos. Como na prática sempre existirá ruído de aquisição, o campo de deslocamento entre as duas imagens, f e g , é obtido pela minimização da norma do tipo L2

¹Valores adaptados para a convenção utilizada neste trabalho, com a energia de fratura sendo o trabalho de fratura dividido por duas áreas ($2A$), enquanto os autores adotaram a divisão por uma área (A).

(euclidiana) do resíduo de níveis de cinza (ϕ^2) na região de Interesse (ROI, do inglês *Region of Interest*), representada por Ω .

$$\phi^2 = \sum_{\Omega} [f(\mathbf{x}) - g(\mathbf{x} + \mathbf{u}(\mathbf{x}))]^2, \quad \forall \Omega \in \mathbf{x} \quad (2.10)$$

Os pixels em imagens digitais armazenam valores de nível de cinza que correspondem à intensidade de luz refletida pela área representada. Esses valores são fundamentais no rastreamento das regiões durante a etapa de correlação. Para que se minimizem os erros de aproximação dos campos de deslocamento medidos via CID, é indispensável que as superfícies dos CPs apresentem diferenças na reflexão da luz entre pontos vizinhos [62], ou seja, haja contraste para que a identificação e a distinção de diferentes regiões de uma imagem sejam facilitadas. O padrão necessário pode ser artificialmente incorporado, como na aplicação de um aspecto mosqueado à superfície do CP. Em alguns casos, pode-se aproveitar o contraste intrínseco do material.

Como um pixel possui apenas um nível de cinza, é bastante complexo determinar seus deslocamentos em duas direções em um conjunto de muitos pixels (imagem), não havendo garantia de solução única. Isso se dá porque vários pixels de uma mesma imagem podem ter o mesmo nível de cinza. Para resolver esse problema, costuma-se usar discretizações espaciais que adicionam restrições ao sistema, por exemplo, definindo grupos de pixels que devem se mover juntos. O deslocamento é então parametrizado como uma soma de funções de forma Ψ_i com amplitudes desconhecidas ν_i , sendo descrito por:

$$\mathbf{u}(\mathbf{x}) = \sum_i \nu_i \Psi_i(\mathbf{x}) \quad (2.11)$$

Com isso, o termo ϕ passa a depender do vetor ν , que agrupa todas as amplitudes ν_i . Quando não se conhece a cinemática do sistema, uma abordagem eficaz é usar funções de forma Ψ_i robustas, como aquelas obtidas pela discretização por elementos finitos [63].

Nesse trabalho, Ψ_i são funções de forma lineares de elementos finitos T3 (*i.e.*, triângulos de três nós). Dentro desta estrutura, os deslocamentos medidos

são obtidos como:

$$\{v_{\text{CID}}\} = \arg \min_{\{v\}} [\phi^2(\{v\})], \quad (2.12)$$

em que $\{v_{\text{CID}}\}$ é o vetor coluna contendo as amplitudes v_i após a minimização.

As análises via CID são realizadas com auxílio de *softwares* especializados, geralmente sendo divididas em três etapas principais: importação das imagens e geração da malha de elementos finitos (pré-processamento), cálculo dos campos de deslocamento, pela minimização do resíduo de nível de cinza (processamento) e pós-processamento dos dados obtidos. No presente estudo, foi usado o *software* Correli 3.2 [64] para realização das análises via CID.

Nos últimos anos a técnica de CID vem sendo frequentemente empregada em conjunto com o EFMC para estudo do processo de fratura e auxiliar na medição da energia de fratura de cerâmicas refratárias [5–13], ao permitir a medição de campos de deslocamento da peça analisada e, conseqüentemente, de campos de deformação a partir de imagens da superfície dos CPs durante o carregamento. Dessa forma, os ganhos trazidos pelo uso da CID no EFMC são consideráveis, uma vez que possibilita a obtenção de vários outros parâmetros de comportamento mecânico do material além da tradicional medição da energia de fratura. Nos trabalhos de Vargas *et al.*, por exemplo, o EFMC + CID possibilitaram obter parâmetros da mecânica da fratura linear elástica [6, 7] ou de modelos de zona coesiva [8, 65–67], possibilitando amplificar o uso da modelagem numérica. Quando utilizada para análise de ensaio em altas temperaturas [9, 66, 68, 69], a CID apresenta uma vantagem fundamental sobre técnicas de contato (como extensômetros de alta temperatura), pois permite a medição de campos de deslocamento e deformação na superfície do CP sem contato físico com o material extremamente aquecido.

O EFMC combinado à CID constitui uma abordagem poderosa para a caracterização do processo de fratura em cerâmicas refratárias. Por outro lado, ambas as técnicas apresentam limitações práticas relevantes. O EFMC requer fabricação cuidadosa do CP com entalhe preciso e retificação da base, além de alinhamento criterioso do STC durante a montagem. A CID, por sua vez, exige superfícies com contraste adequado (aspecto mosqueado), iluminação contro-

lada e equipamentos de alta resolução, implicando custo e complexidade experimental consideráveis. Adicionalmente, a técnica mede apenas deslocamentos superficiais, não fornecendo informações diretas sobre o interior do CP.

2.4 ENERGIA DE FRATURA E MECANISMOS DE TENACIFICAÇÃO

Como introduzido (Equações 2.7 e 2.8), a energia de fratura, γ_{wof} , é o trabalho médio necessário para propagar uma trinca, *i.e.*, área abaixo da curva de força *versus* deslocamento, por unidade de área projetada para a fratura [4, 50, 51, 53]. Esta energia está relacionada à resistência imposta pelo material contra a propagação de trincas e é diretamente proporcional à resistência a choques térmicos [70], de modo que pode auxiliar na determinação de um material possivelmente mais adequado (*i.e.*, aquele que possuir maior energia de fratura) do que outro(s) para determinada aplicação. γ_{wof} pode ser representado pela seguinte equação [71]:

$$\gamma_{wof} = \gamma_0 + \gamma_P + \bar{\Delta}\gamma \quad (2.13)$$

em que γ_0 é a energia consumida pela quebra de ligações entre átomos ou íons, γ_P é a energia consumida por microdeformações plásticas na(s) ponta(s) da(s) trinca(s) e $\bar{\Delta}\gamma$ é a energia consumida por interação entre a(s) trinca(s) e a microestrutura do material. Considerando que γ_0 é uma propriedade intrínseca do material e γ_P é pouco significativa para materiais frágeis ou quase frágeis, uma maneira de aumentar a energia de fratura, *i.e.*, retardar o crescimento de trincas e, conseqüentemente, prolongar a durabilidade de revestimentos refratários, é promover a atuação de mecanismos de tenacificação que proporcionem aumento de $\bar{\Delta}\gamma$.

Mecanismos de tenacificação são processos que ocorrem durante a propagação de trincas, aumentando a resistência imposta pelo material à fratura. Esses mecanismos atuam por meio da dissipação de energia adicional durante o processo de fratura e, conseqüentemente, a energia de fratura (veja a Equação 2.13). Alguns dos principais mecanismos de tenacificação atuantes em cerâmicas refratárias são pontes de trincas (*crack bridging*), em que partículas

ou fibras conectam as superfícies de fratura e transmitem tensões, reduzindo a intensidade de tensão na ponta da trinca; arrancamento (*pullout*), que ocorre quando fibras ou partículas alongadas são extraídas da matriz durante a propagação da trinca, com dissipação de energia através do atrito interfacial; deflexão de trincas (*crack deflection*), em que o caminho de propagação da trinca desvia de sua trajetória retilínea ao encontrar interfaces ou partículas de outra fase; e transformação de fase induzida por tensão (*transformation toughening*), comum em cerâmicas contendo zircônia, em que a transformação martensítica local dissipa energia e induz tensões compressivas ao redor da ponta da trinca [72, 73].

O mecanismo de deflexão de trincas ocorre quando uma trinca em propagação encontra uma interface ou partícula de segunda fase, sendo forçada a desviar de sua trajetória original, aumentando o caminho efetivo de propagação e, conseqüentemente, a energia necessária para a fratura completa do material [74, 75]. A efetividade deste mecanismo depende criticamente da diferença nas propriedades elásticas entre as fases envolvidas e da energia de interface entre elas.

Segundo o critério para deflexão de trincas em interfaces estabelecido por *Faber & Evans* (1983) [74], uma trinca se deflexionará ao longo de uma interface quando a energia de fratura da interface (Γ_i) for suficientemente menor que a energia necessária para penetrar a partícula ou segunda fase (Γ_p). A condição para deflexão é expressa por:

$$\frac{\Gamma_i}{\Gamma_p} < \frac{1}{1 + \zeta} \quad (2.14)$$

sendo que ζ é um parâmetro adimensional que depende das propriedades elásticas das fases e do ângulo de incidência da trinca na interface. Para interfaces perpendiculares à direção de propagação da trinca, por exemplo, ζ pode ser aproximado por:

$$\zeta = \frac{1}{4} \left[\left(\frac{E_p}{E_m} \right)^{1/2} + \left(\frac{E_m}{E_p} \right)^{1/2} \right]^2 - 1 \quad (2.15)$$

sendo que E_p e E_m são os módulos de elasticidade da partícula e da matriz, respectivamente [74].

Em concretos refratários, a deflexão de trincas ocorre preferencialmente nas

interfaces entre agregados e matriz, especialmente quando existe diferença significativa no módulo de elasticidade ou quando a interface possui menor resistência que as fases constituintes. A presença de poros fechados nos agregados de Alumina Tabular, conforme descrito anteriormente, pode proporcionar sítios adicionais de deflexão, contribuindo para o aumento da energia de fratura [26]. Adicionalmente, a formação de fases alongadas como CA_6 e outras estruturas aciculares na matriz promove múltiplos eventos de deflexão ao longo do caminho da trinca, contribuindo para o efeito de tenacificação [38, 44].

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 FORMULAÇÃO DO CONCRETO REFRAATÁRIO

Para a fabricação dos CPs foi utilizada a formulação apresentada na Tabela 3.1 [76], a qual é composta por AT (T60) de diferentes distribuições de tamanhos de partículas (DTPs), alumina reativa (CL370 e CT3000SG) e CAC (CA270). A formulação foi desenvolvida de acordo com um empacotamento de Alfred ($q = 0.26$) [77, 78] para concreto vibrado voltado à aplicações siderúrgicas.

Tabela 3.1: Formulação do concreto refratário avaliado. *d*: diâmetro médio das partículas.

| Matérias-primas | | Composição (m. %) |
|--------------------------------|----------------------------|-------------------|
| Alumina Tabular | T60, <i>d</i> 3 – 6 mm | 26 |
| Alumina Tabular | T60, <i>d</i> 1 – 3 mm | 10 |
| Alumina Tabular | T60, <i>d</i> 0,5 – 1 mm | 20 |
| Alumina Tabular | T60, <i>d</i> 0,2 – 0,6 mm | 11 |
| Alumina Tabular | T60, <i>d</i> 0 – 0,2 mm | 14 |
| Alumina Tabular | T60, <i>d</i> < 45 μ m | 8 |
| Alumina calcinada | CL370 | 5 |
| Alumina reativa | CT3000SG | 2 |
| Cimento de aluminato de cálcio | CA270 | 4 |
| Dispersante | Castament® FS60 | 0,2 |
| Teor de água | - | 4,4 |

As Aluminas Tabulares que compõem 89 % da formulação atuam como matriz e agregados. As aluminas reativas e o CAC, pelo tamanho de partículas, também são constituintes da matriz, além do CAC atuar como ligante hidráulico. Cabe citar que, além dos materiais apresentados nesta Seção, água e agente dispersante também foram empregados como aditivos (mais detalhes na Seção 3.2).

3.2 PRODUÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Inicialmente, foi realizada a mistura e homogeneização manual do material seco utilizando o próprio saco plástico em que foi colocado. Posteriormente, realizou-se a mistura de todas matérias-primas apresentadas na Tabela 3.1 com o auxílio de uma batedeira planetária.

Após misturado, o concreto foi despejado em moldes de PVC rígido (Figuras 3.1 (a) e (b)) com um componente fabricado em Polilático (PLA) acoplado a 40 °C por 24 h (Figura 3.2 (a)) e este conjunto foi mantido em estufa em sacos plásticos fechados e na presença de copos plásticos com água (Figura 3.3) para minimização da perda de umidade, para desenvolvimento da cura do concreto. As peças termoplásticas, produzidas via manufatura aditiva, foram utilizadas com o intuito de contribuir para que a região central da base dos CPs, a qual fica apoiada durante o EFMC, fosse plana e favorecesse o alinhamento dos CPs ensaiados.

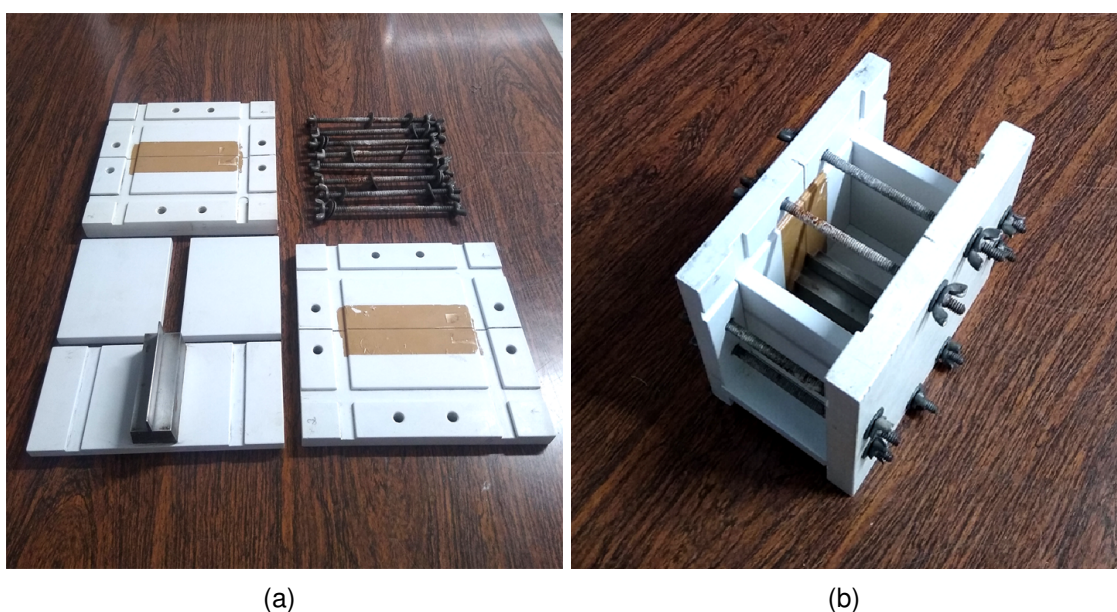


Figura 3.1: (a) Molde utilizado para produção dos CPs desmontado e (b) montado.

Na Figura 3.2 (b) mostra uma imagem da base de um CP após iniciado o processo de desmoldagem, onde nota-se que a região mantida em contato com o material impresso possui poros aparentes e expressivamente maiores que os vistos nas outras superfícies do CP, resultantes do aprisionamento de bolhas de ar por conta do confinamento gerado pela presença da peça de PLA. Uma vez finalizada a etapa de cura, os CPs foram desmoldados (Figura 3.2 (b)) e levados à estufa a 110 °C (Figura 3.3 (b)) pelo mesmo período de tempo para a eliminação da água livre.

Após o processo de secagem, os CPs foram calcinados a 600 °C por 5 h

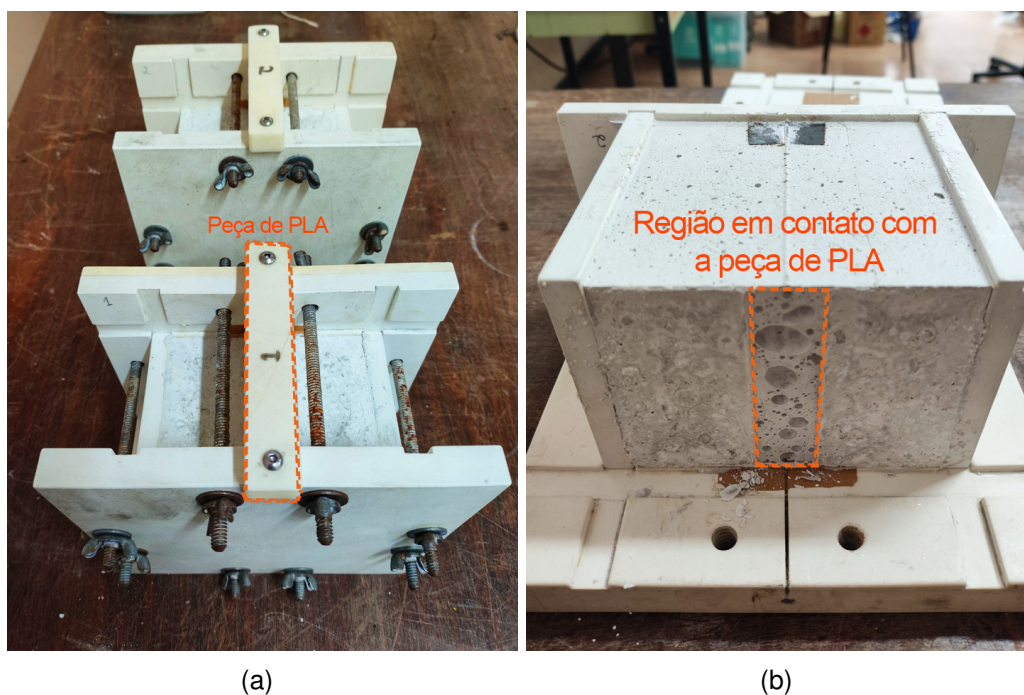


Figura 3.2: (a) Moldes em PVC preenchidos com concreto, acoplados com as peças de PLA e (b) CP durante o processo de desmoldagem, ainda aderido no molde após ocorrida a cura.



Figura 3.3: (a) CPs na estufa antes de serem submetidos ao processo de cura e (b) secagem.

(Figura 3.4 (a)) e, posteriormente, queimados a 1400 °C por 2 h (Figura 3.4 (b)).

Ao final do processo, os CPs sinterizados tiveram as bases retificadas (Figura 3.5), visto que o efeito da utilização da peça de PLA foi insatisfatório, e as superfícies de interesse foram pintadas com tinta branca e preta em *spray* para ficarem com o aspecto mosqueado desejado. Os CPs foram todos retificados de modo a possuírem a mesma altura na região central.

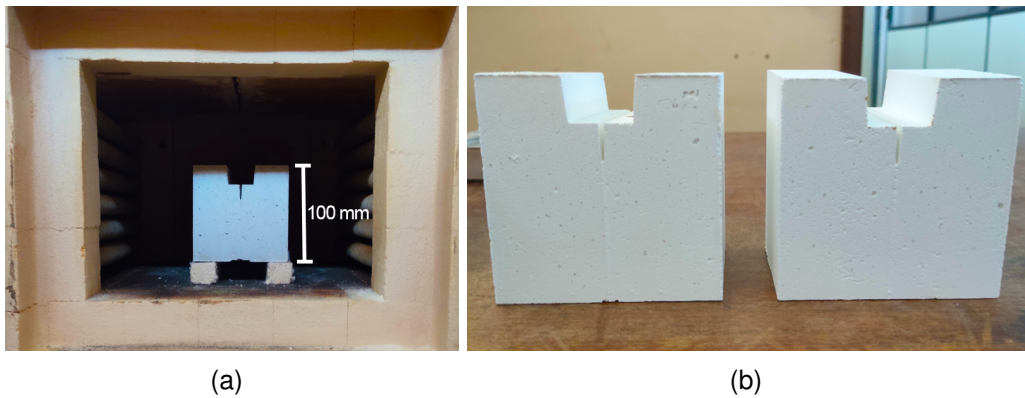


Figura 3.4: (a) CPs no forno antes da calcinação e (b) após etapa de sinterização.



Figura 3.5: (a) CP com a base retificada à esquerda e outro sem à direita. (b) CP com a base retificada, vista mais próxima.

Na Figura 3.6 é apresentada uma fotografia com os dez CPs produzidos, sendo sete destes submetidos ao EFMC no contexto deste trabalho. Todos os CPs tiveram a região central das bases retificadas e a pintura do aspecto mosqueado nas duas faces opostas, para a aplicação da CID. Cabe salientar que o processamento dos CPs foi o mesmo para todos os CPs produzidos.



Figura 3.6: CPs produzidos retificados e com o aspecto mosqueado aplicado às duas faces opostas de interesse para a aplicação da CID.

3.3 ENSAIO DE FRATURA PELO MÉTODO DA CUNHA

Neste trabalho, a relação entre F_V e F_H é dada pela Equação 3.1:

$$F_H = \frac{F_V \operatorname{sen}\left(\frac{\alpha}{2} + \beta\right) \operatorname{sen}\beta}{2 \tan\left(\frac{\alpha}{2}\right) \cos\left(\frac{\alpha}{2}\right)} \quad (3.1)$$

em que α representa o ângulo da cunha e β o ângulo das placas. Considerando que nesse estudo $\alpha = 10^\circ$ e $\beta = 85^\circ$, então a relação pode ser aproximada para $F_H \approx 5,715 F_V$. Na Figura 3.7 são apresentadas a geometria e as dimensões dos CPs submetidos ao EFMC juntamente ao STC (cunha, roletes, placas e apoio) composto de aço.

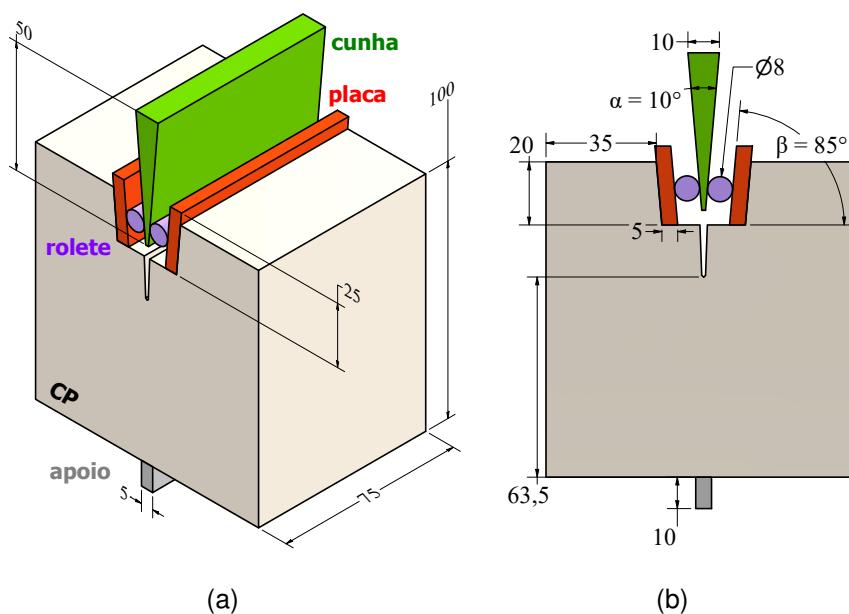


Figura 3.7: Geometria do CP e STC (a) em perspectiva isométrica e (b) vistos de frente. Dimensões em mm.

Sete do dez CPs produzidos foram submetidos ao EFMC, e estes foram identificados como EFMCNN, sendo NN o número do ensaio, em ordem de fabricação do CP. Na Figura 3.8 está apresentada uma fotografia da montagem do EFMC.

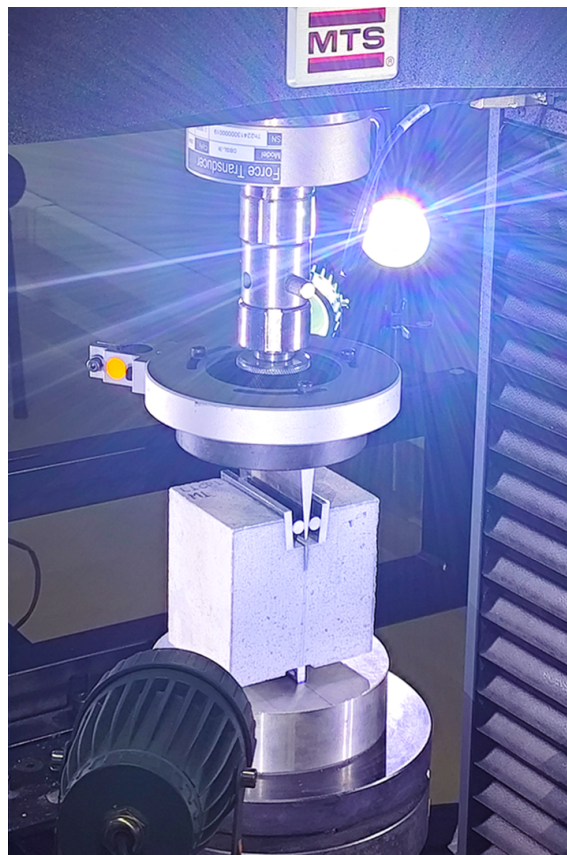


Figura 3.8: Fotografia do STC e CP montados entre as placas da máquina de ensaios para a realização do EFMC.

Para a realização dos EFMCs, foi utilizada uma máquina de ensaios mecânicos da marca MTS®, modelo EXCEED E44.304, com célula de carga de 30 kN de capacidade máxima. Foram realizados ensaios monotônicos, iniciados a partir de uma pré-carga de aproximadamente 8 N. O valor da pré-carga foi estabelecido de forma empírica, como sendo o menor possível para manter o sistema estável. O atuador é posicionado a partir de controle de deslocamentos, movendo-se para baixo (comprimindo a cunha) até se atingir um valor aproximado da pré-carga estabelecida. Em seguida, as fotografias de referência são capturadas e, na sequência, o movimento do atuador para baixo é continuado até a fratura de quase a totalidade da região de propagação do CP. Durante esta etapa, a força

atinge um pico e, após este o valor, a mesma diminui suavemente até que seu valor atinja um valor pré-estabelecido, que neste trabalho foi de 20 N. Quando este valor é atingido, o operador executa um comando para que o travessão da máquina de ensaios suba, causando um descarregamento na cunha até atingir uma carga nula, para o encerramento do ensaio. Todo o ensaio (carregamento e descarregamento) foi realizado com velocidades no atuador de 0,5 $\mu\text{m/s}$.

3.4 CORRELAÇÃO DE IMAGENS DIGITAIS

Duas câmeras da marca Canon, modelo 5DS (50 Mpx.), foram alinhadas para fotografar as duas faces opostas dos CPs. As câmeras são identificadas como CAM1 e CAM2. Foram fotografadas 20 imagens de referência antes do carregamento (sob a pré-carga de ≈ 8 N) com intervalo de 8 s entre cada imagem. Durante o início do carregamento, o intervalo de aquisição de imagens passou a ser de 20 s e foi sendo alterado manualmente ao decorrer dos EFMCs para intervalos maiores de até 300 s. O intervalo foi aumentado conforme a variação da força por incremento de deslocamento diminuía. Essa estratégia foi adotada para reduzir a quantidade de imagens adquiridas e, conseqüentemente, os custos de armazenamento e processamento computacional das análises.

A dimensão das imagens após conversão para o formato *.mat* é de 2928 x 4368 pixels (cerca de 12,8 Mpx.) e a dimensão aproximada dos pixels na configuração utilizada é de 35 μm . Os equipamentos para CID e os parâmetros de aquisição de imagens estão apresentados na Tabela 3.2.

Tabela 3.2: Equipamentos e parâmetros de aquisição de imagens para CID.

| | |
|------------------------------|-------------------------------|
| Câmeras | Canon 5DS |
| Definição | 2928 × 4368 pixels |
| Filtro de cor | Bayer |
| Amplitude de níveis de cinza | 14 bits |
| Lentes | macro 180 mm |
| Abertura | f/7.1 |
| Campo de visão | 102,5 × 152,8 mm |
| Escala da imagem | 35 μm/px |
| Distância de trabalho | ≈ 95 cm |
| Taxa de aquisição de imagens | manual |
| Tempo de exposição | 20 ms |
| Iluminação | lâmpadas LED brancas |
| Aplicação do mosqueado | pulverização (<i>spray</i>) |

3.4.1 ANÁLISES DOS EFMCS REALIZADOS

Para a medição do CMOD dos EFMCS realizados, foram definidas duas regiões de interesse (ROIs) quadradas no CP, na altura dos roletes, como apresentado na Figura 3.9. As ROIs foram definidas de forma a ficarem alinhadas na mesma altura dos roletes para que a medição do CMOD ocorra na região de transmissão da força horizontal dos roletes para as placas, possibilitando que seja calculado o trabalho imposto aos CPs pelas forças horizontais. As malhas, para cada uma das ROIs, possuem quatro nós (vértices dos triângulos das ROIs) e elementos de aproximadamente 146 pixels de comprimento característico, *i.e.*, a raiz quadrada da área do elemento.

O CMOD medido via CID, aqui denotado por δ_H , foi calculado pela diferença entre a média dos deslocamentos no eixo x (horizontal) de cada uma das malhas, esquerda e direita, destacadas em vermelho e verde, respectivamente, na Figura 3.9.

Os valores de energia de fratura (Seção 4.2) foram calculados em função dos dados obtidos pelo deslocamento vertical do travessão da máquina de ensaio, δ_V , (Equação 2.7) e do CMOD médio entre as faces (CAM1 e CAM2), medida via CID, δ_H , (Equação 2.8) como descrito anteriormente. Foram considerados os dados de força-deslocamento até aproximadamente 25 N (os EFMCS foram conduzidos até ≈ 20 N) de F_V pós-pico (cerca de 2% da carga máxima). A

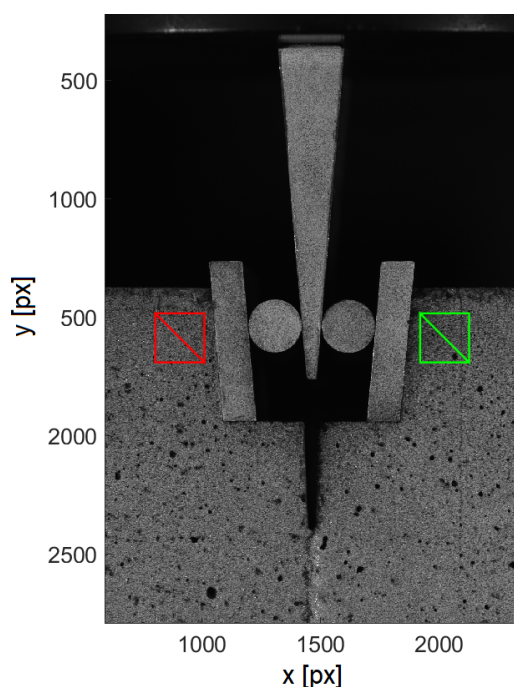


Figura 3.9: Malhas utilizadas para medição do CMOD (δ_H) posicionadas na face referente a CAM1 do EFMC01.

área projetada para propagação da trinca considerada, A , foi de $75 \times 63,5 \text{ mm}^2$ (respectivas dimensões observáveis na Figura 3.7).

3.4.2 ANÁLISE DA CINEMÁTICA DO EFMC

Três dos EFMCs foram selecionados para uma avaliação aprofundada da cinemática do STC e do processo de fratura, uma vez que foram os que tiveram mais os valores de carga máxima atingida mais próximos. Para estes três ensaios, EFMC01, EFMC02 e EFMC04, análises de CID foram realizadas utilizando malhas que cobrem toda a superfície fotografada, incluindo o CP e os componentes do STC, para as duas faces opostas. Foram utilizadas sete malhas para cada superfície analisada, uma para cada componente: CP, cunha, dois roletes, duas placas e apoio inferior. As posições das malhas foram adaptadas individualmente para cada superfície analisada, mas a geometria e os tamanhos característicos dos elementos, apresentados na Figura 3.10, foram idênticos para todos os casos experimentais, variando entre aproximadamente 3 e 24 pixels.

Para as malhas do STC, uma abordagem em duas etapas foi empregada para obter os campos de deslocamento finais. Primeiro, a regularização mecânica

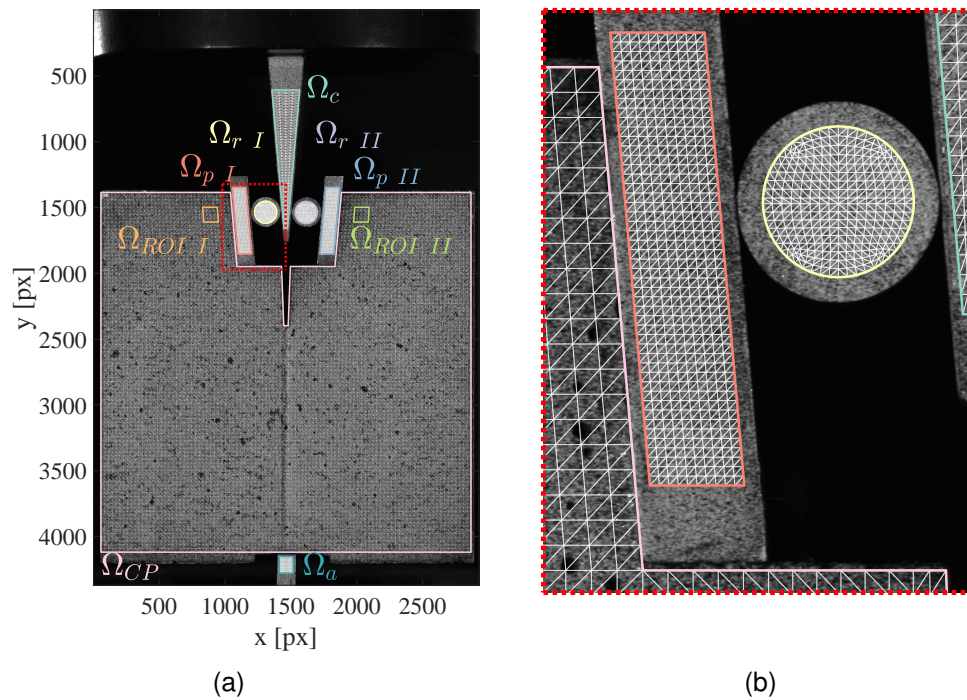


Figura 3.10: Malhas usadas para análises via CID posicionadas na face referente a CAM1 do EFMC01: (a) malhas e domínios Ω indicados; (b) região do topo do STC ampliada; e (c) campo de tamanho característico dos elementos em pixels.

nica [79, 80] - de dez vezes o tamanho característico de elemento para respectiva malha - foi aplicada partindo de um campo de deslocamento inicial nulo (*i.e.*, ini-

tial guess), a fim de gerar uma solução de deslocamento preliminar. Esta solução preliminar foi então utilizada como estimativa inicial para uma segunda análise de CID sem regularização mecânica, que forneceu os resultados finais. Este procedimento combina a estabilidade da CID mecanicamente regularizada com a precisão para observação da trinca da correlação não restrita.

A partir dos campos de deslocamento via CID, \mathbf{u}_{CID} , obtidos pela Equação 2.11, variáveis cinemáticas globais foram extraídas por meio de média espacial sobre ROIs específicas, correspondentes a cada componente do STC e ao CP.

Seja Ω_λ o domínio do componente λ e \mathcal{N}_λ o conjunto de nós pertencentes à malha que discretiza Ω_λ . O número de nós em \mathcal{N}_λ é denotado por N_λ . Os domínios estão destacados na Figura 3.10 (a).

O deslocamento vertical da cunha, $\Delta_{y,c}$, é definido como:

$$\Delta_{y,c} = \frac{1}{N_c} \sum_{i=1}^{N_c} u_{y,i} - \frac{1}{N_a} \sum_{i=1}^{N_a} u_{y,i} \quad (3.2)$$

sendo que $u_{y,i}$ é o deslocamento vertical (componente y) do nó i obtido da análise via CID, e os subscritos c e a referem-se à cunha e ao apoio, respectivamente. O deslocamento vertical médio dos roletes, $\Delta_{y,r}$, é calculado como:

$$\Delta_{y,r} = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{N_{r\ I}} \sum_{i=1}^{N_{r\ I}} u_{y,i} + \frac{1}{N_{r\ II}} \sum_{i=1}^{N_{r\ II}} u_{y,i} \right) \quad (3.3)$$

O ROD (deslocamento de abertura dos roletes, do inglês *Roller Opening Displacement*), Δ_{ROD} , para as superfícies fotografadas pela CAM1 é definido como a diferença entre os deslocamentos horizontais médios do rolete *II* e rolete *I*:

$$\Delta_{ROD} = \frac{1}{N_{r\ II}} \sum_{i=1}^{N_{r\ II}} u_{x,i} - \frac{1}{N_{r\ I}} \sum_{i=1}^{N_{r\ I}} u_{x,i} \quad (3.4)$$

sendo que $u_{x,i}$ é o deslocamento horizontal (componente x) do nó i . Esta grandeza representa a separação entre os roletes induzida pela ação da cunha.

Para estes três ensaios selecionados, o CMOD calculado via CID, aqui denotado por Δ_{CMOD} , foi obtido a partir da malha que cobre toda a superfície do CP. Foram definidas duas ROIs - destacadas em laranja e verde claro - posicionadas

em lados opostos do CP, na mesma altura dos roletes utilizada nas análises dos dez EFMCS (Figura 3.9), e o Δ_{CMOD} foi calculado como:

$$\Delta_{CMOD} = \frac{1}{N_{ROI II}} \sum_{i=1}^{N_{ROI II}} u_{x,i} - \frac{1}{N_{ROI I}} \sum_{i=1}^{N_{ROI I}} u_{x,i} \quad (3.5)$$

Para as superfícies fotografadas pela CAM2, Δ_{ROD} e Δ_{CMOD} são calculados pela diferença entre o componente I e II (inverso da CAM1). Para medições envolvendo ambas as faces, o valor médio é calculado como:

$$\bar{\Delta}_{var} = \frac{1}{2} (\Delta_{var,CAM1} + \Delta_{var,CAM2}) \quad (3.6)$$

sendo que *var* representa “y, c”, “y, r”, “ROD”, ou “CMOD”.

O trabalho total baseado na máquina de ensaios, W_M , em função do deslocamento do atuador, δ_V , medido diretamente pela máquina, é calculado pela integral cumulativa da força vertical F_V :

$$W_M = \int_{\delta_V(t=t_0)}^{\delta_V(t=t_f)} F_V d\delta_V \quad (3.7)$$

sendo que t_0 é o instante de tempo inicial e t_f é o último. Similarmente o trabalho transferido à cunha é:

$$W_c = \int_{\bar{\Delta}_{y,c}(t=t_0)}^{\bar{\Delta}_{y,c}(t=t_f)} F_V d\bar{\Delta}_{y,c} \quad (3.8)$$

onde $\bar{\Delta}_{y,c}$ é o deslocamento vertical médio da cunha entre as faces opostas, calculado via CID. O trabalho consumido pelo CP é calculado pela integração da força horizontal F_H sobre o $\bar{\Delta}_{CMOD}$:

$$W_{CMOD} = \int_{\bar{\Delta}_{CMOD}(t=t_0)}^{\bar{\Delta}_{CMOD}(t=t_f)} F_H d\bar{\Delta}_{CMOD} \quad (3.9)$$

Na prática, as integrais nas Equações 2.7, 2.8, 3.7, 3.8 e 3.9 foram avaliadas numericamente usando a regra trapezoidal aplicada aos dados discretos de força-deslocamento adquiridos durante os ensaios a uma taxa de amostragem correspondente à frequência de aquisição de imagens.

O MCOB (deslocamento médio de abertura da trinca, do inglês *Mean Crack*

Opening Displacement (MCO_D) [81], $[[\bar{u}]]$, é calculado por

$$[[\bar{u}]] = \ell \bar{\epsilon}_1 \quad (3.10)$$

sendo que $\bar{\epsilon}_1$ é a deformação principal máxima média e ℓ o tamanho médio dos elementos danificados, D_e , da malha do CP. A SCD (densidade superficial de trinca, do inglês *Surface Crack Density*) é dada por

$$SCD(t) = \frac{D_e}{N_e} \quad (3.11)$$

sendo que N_e é o número total de elementos na malha do CP e D_e é o número de elementos danificados no instante t . Um elemento foi considerado danificado quando duas condições foram simultaneamente satisfeitas: $[[\bar{u}]] > k_{[[\bar{u}]]} \sigma([[\bar{u}]])$ e $\phi^2 > k_{\phi^2} \overline{\text{rms}}(\phi^2)$, sendo que $\sigma([[\bar{u}]])$ representa o desvio padrão de $[[\bar{u}]]$ calculado a partir das imagens de referência de cada ensaio individual, e $\overline{\text{rms}}(\phi^2)$ representa o valor médio da raiz média quadrática (ou *root mean square* em inglês) de ϕ^2 calculada a partir das imagens de referência de todos os ensaios. Os multiplicadores $k_{[[\bar{u}]]}$ e k_{ϕ^2} são constantes positivas selecionadas por meio de análise de sensibilidade, conforme discutido adiante.

A incerteza nas variáveis cinemáticas obtidas da análise via CID foi quantificada usando o conjunto de campos \mathbf{u}_{CID} calculados a partir das 20 imagens de referência adquiridas antes do início do carregamento. Como essas imagens representam o CP em seu estado não deformado, os valores de deslocamento e deformação deveriam ser zero. Quaisquer valores diferentes de zero são atribuídos ao ruído de medição inerente ao sistema de CID e ao aparato experimental. A incerteza de medição σ_{var} para uma variável cinemática global var é definida como o desvio padrão de seus valores calculados a partir das imagens de referência.

Para identificar o início da propagação de trinca detectável, foi adotado um critério de detecção baseado na evolução temporal da densidade superficial de trincas (SCD). O limiar de detecção foi definido como a média dos valores de SCD obtidos a partir das imagens de referência, acrescida do triplo do respec-

tivo desvio padrão, de modo a caracterizar estatisticamente o nível de ruído do sistema de medição. Esse critério pode ser expresso por:

$$SCD_{lim} = SCD_{ref} + 3\sigma_{SCD_{ref}} \quad (3.12)$$

em que SCD_{ref} e $\sigma_{SCD_{ref}}$ representam, respectivamente, a média e o desvio padrão da SCD calculados a partir das imagens adquiridas durante a etapa de pré-carregamento.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CURVAS DE FORÇA-DESLOCAMENTO

Na Figura 4.1 estão apresentadas as curvas de força vertical em função do deslocamento do travessão da máquina de ensaios (F_V versus δ_V) para os sete EFMCs realizados.

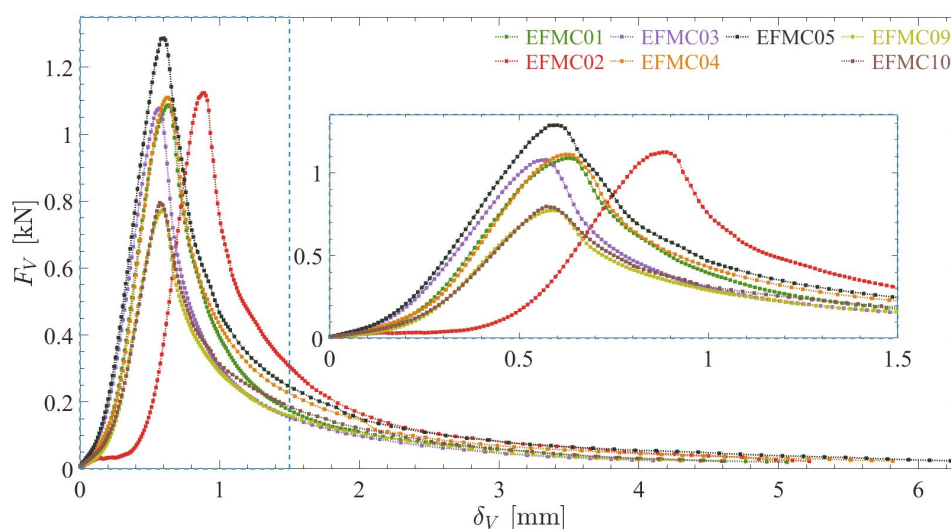


Figura 4.1: F_V versus δ_V para os sete EFMCs estudados.

Nota-se que a fase inicial de carregamento possui uma resposta não-linear, associada a acomodações de todo o aparato experimental utilizado: máquina de ensaios, placas de compressão, STC e CP. Na Tabela 4.1 estão os valores de $F_{V,max}$ para os conjuntos de EFMCs. Percebe-se que os valores de $F_{V,max}$ variaram entre 0,77 kN (EFMC09) e 1,29 kN (EFMC05), com desvio padrão de 18 %, indicando significativa dispersão nos resultados. Essa variabilidade está associada à heterogeneidade intrínseca do concreto refratário e possíveis variações nas etapas de processamento que acarretaram em variações microestruturais. O EFMC05, foi o caso com maior $F_{V,max}$, 25 % superior à média.

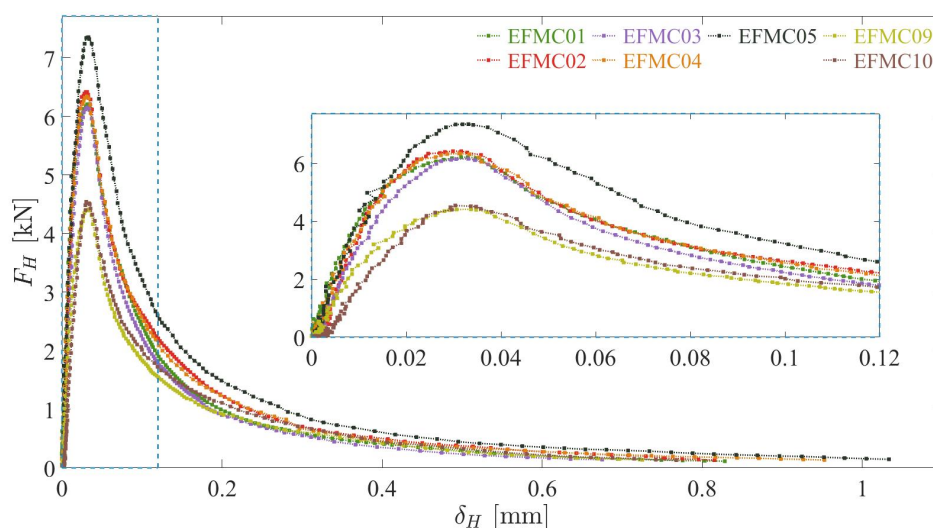
Nota-se que os valores de $F_{V,max}$ apresentam maior proximidade entre CPs produzidos no mesmo lote de processamento, *i.e.*, juntos em duplicata. Os EFMC01 e EFMC02, processados juntos, apresentam diferença de apenas 4% (1,09 kN e 1,13 kN, respectivamente). De forma similar, EFMC03 e EFMC04

Tabela 4.1: $F_{V,max}$, média e desvio padrão.

| $F_{V,max}$ [kN] | |
|------------------|------|
| EFMC01 | 1,09 |
| EFMC02 | 1,13 |
| EFMC03 | 1,08 |
| EFMC04 | 1,11 |
| EFMC05 | 1,29 |
| EFMC09 | 0,77 |
| EFMC10 | 0,80 |
| média | 1,04 |
| desvio padrão | 18 % |

diferem em apenas 3% (1,08 N e 1,11 kN). Esta tendência corrobora a hipótese que possíveis variações no processamento entre lotes distintos, podem ter contribuído para a dispersão observada nos resultados entre as duplicatas.

Na Figura 4.2 (a) estão apresentadas as curvas de F_H em função do δ_H médio entre ambas as faces (CAM1 e CAM2).

Figura 4.2: F_H versus δ_H para os sete EFMCs estudados.

É notável que o comportamento no início, *i.e.*, até pouco antes do pico, das curvas de F_H vs. δ_H , tende a ser linear, uma vez que nesse caso não são considerados deslocamentos espúrios resultantes da acomodação do aparato experimental, mas apenas deslocamentos ocorrentes na superfície dos CPs.

4.2 ENERGIA DE FRATURA

Na Tabela 4.2 estão apresentados os valores de $\gamma_{wof,V}$ e $\gamma_{wof,H}$ para os sete EFMCs.

Tabela 4.2: Energias de fratura, médias, desvios padrão e diferença relativa.

| | $\gamma_{wof,V}$ [J·m ⁻²] | $\gamma_{wof,H}$ [J·m ⁻²] | Diferença relativa [%] |
|---------------|---------------------------------------|---------------------------------------|------------------------|
| EFMC01 | 91,9 | 82,6 | 10,1 |
| EFMC02 | 100,9 | 91,1 | 9,7 |
| EFMC03 | 81,7 | 73,7 | 9,8 |
| EFMC04 | 104,2 | 92,7 | 11,0 |
| EFMC05 | 123,6 | 115,4 | 6,6 |
| EFMC09 | 68,9 | 65,4 | 5,1 |
| EFMC10 | 75,8 | 70,9 | 6,5 |
| média | 92,4 | 84,5 | 8,4 |
| desvio padrão | 20% | 20% | - |

Comparando os valores de energia de fratura medidos em função da força e deslocamento vertical do atuador com os baseados na força horizontal e CMOD (δ_H), nota-se que $\gamma_{wof,V}$ é consistentemente superior a $\gamma_{wof,H}$ em todos os casos. Essa divergência é evidenciada pela quarta coluna da Tabela 4.2, que apresenta a diferença relativa em valor absoluto entre as medidas. O valor médio observado para esta diferença é de 8,4%, variando entre um mínimo de 5,1% (EFMC09) e um máximo de 11,0% (EFMC04), indicando que, para uma mesma configuração de ensaio, a perda de energia na transferência da carga vertical para a horizontal é similar.

Nota-se também que os valores de $\gamma_{wof,H}$ apresentam maior proximidade entre CPs produzidos no mesmo lote de processamento, tendência similar à observada para $F_{V,max}$. Os EFMC01 e EFMC02, processados juntos, apresentam $\gamma_{wof,H}$ de 82,6 J·m⁻² e 91,1 J·m⁻², respectivamente, com diferença de aproximadamente 10%. Já os EFMC03 e EFMC04, também oriundos de um mesmo lote, apresentam $\gamma_{wof,H}$ de 73,7 J·m⁻² e 92,7 J·m⁻², diferindo em cerca de 26%, configurando a maior discrepância observada entre CPs de um mesmo processamento. Em contraste, os EFMC09 e EFMC10, apesar de igualmente produzidos em conjunto, apresentam valores de $\gamma_{wof,H}$ mais próximos entre si (65,4 J·m⁻² e 70,9 J·m⁻², respectivamente), com diferença relativa de aproximadamente 6,5%,

situando-se ambos em um patamar inferior de energia de fratura quando comparados aos demais lotes. Esse comportamento evidencia que, embora o processamento exerça influência significativa sobre a energia de fratura, a variabilidade entre os lotes pode se manifestar tanto na dispersão dos resultados quanto no nível absoluto de energia dissipada, sendo adicionalmente afetada pela heterogeneidade microestrutural intrínseca dos concretos refratários.

4.3 ANÁLISE DA CINEMÁTICA DO EFMC

Conforme mencionado na Subseção 3.4.2, três EFMCs foram selecionados para análise aprofundada: EFMC01, EFMC02 e EFMC04, com destaque para a análise da cinemática de todas as partes (STC e CP) e de outras variáveis como força máxima, energia e associadas com a propagação da trinca. Estes EFMCs apresentaram maior repetibilidade em termos de carga máxima, e por isso foram escolhidos. As Subseções seguintes apresentam os resultados destas análises.

4.4 INCERTEZA DE MEDIÇÃO

Os desvios padrão das variáveis cinemáticas de interesse ($\overline{\Delta}_{y,c}$, $\overline{\Delta}_{y,r}$, $\overline{\Delta}_{ROD}$, e $\overline{\Delta}_{CMOD}$) estão reportados na Tabela 4.3. As incertezas de medição para todas as variáveis cinemáticas permanecem abaixo de 1 μm , confirmando a alta precisão da técnica de CID com a configuração empregada.

Tabela 4.3: Desvios padrão das variáveis cinemáticas globais calculados a partir de 20 imagens de referência no estado de pré-carga para os EFMCs selecionados.

| | Desvio padrão [mm] | | |
|----------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| | EFMC01 | EFMC02 | EFMC04 |
| $\overline{\Delta}_{y,c}$ | $5,86 \times 10^{-4}$ | $9,69 \times 10^{-4}$ | $6,20 \times 10^{-4}$ |
| $\overline{\Delta}_{y,r}$ | $6,69 \times 10^{-4}$ | $7,92 \times 10^{-4}$ | $8,41 \times 10^{-4}$ |
| $\overline{\Delta}_{ROD}$ | $1,73 \times 10^{-4}$ | $1,67 \times 10^{-4}$ | $2,04 \times 10^{-4}$ |
| $\overline{\Delta}_{CMOD}$ | $2,85 \times 10^{-4}$ | $5,80 \times 10^{-4}$ | $4,51 \times 10^{-4}$ |

Apesar das variações, todas as incertezas são da mesma ordem de grandeza e permanecem bem abaixo de 1% dos deslocamentos típicos medidos durante os ensaios (e.g., $\overline{\Delta}_{CMOD}$ de pico de aproximadamente 0,1 mm, $\overline{\Delta}_{CMOD}$ final de 0,8-1,0 mm). Isto demonstra que a precisão de medição via CID é suficiente para capturar o comportamento cinemático, tanto do CP quanto dos componentes do

STC, sem interferência significativa de ruído nas análises subsequentes.

4.5 CURVAS DE FORÇA-DESLOCAMENTO

As curvas de força-deslocamento para os três ensaios selecionados estão apresentadas na Figura 4.3. A força vertical, F_V , foi traçada em função do deslocamento do travessão da máquina de ensaios, δ_V (Figura 4.3 (a)), e do deslocamento médio da cunha entre as superfícies referentes a CAM1 e CAM2, $\bar{\Delta}_{y,c}$ (Figura 4.3 (b)). A força horizontal, F_H , foi traçada em função do $\bar{\Delta}_{CMOD}$ (Figura 4.3 (c)). Para facilitar a comparação visual entre as curvas, uma compensação de deslocamento (*offset*) foi aplicado aos valores de deslocamento do EFMC01 e EFMC02 de modo que as cargas de pico coincidam com o EFMC04. Os valores de *offset* estão apresentados na Tabela 4.4. Esta correção considera a acomodação mecânica inicial do aparato experimental, que ocorre antes do CP começar a experimentar carregamento significativo. Estes deslocamentos iniciais espúrios são dependentes da acomodação em cada ensaio e não refletem a resposta mecânica do material. Ao alinhar as curvas na carga de pico, é possível comparar o comportamento do material independentemente diminuindo variações relacionadas ao aparato experimental.

Tabela 4.4: Compensação de deslocamento aplicada para que as cargas de pico do EFMC01 e EFMC02 coincidam com o EFMC04.

| | Compensação (<i>offset</i>) [mm] | |
|-----------------------|------------------------------------|------------------------|
| | EFMC01 | EFMC02 |
| δ_V | $1,26 \times 10^{-2}$ | $2,58 \times 10^{-1}$ |
| $\bar{\Delta}_{y,c}$ | $4,62 \times 10^{-2}$ | $2,94 \times 10^{-1}$ |
| $\bar{\Delta}_{CMOD}$ | $1,29 \times 10^{-3}$ | $-1,44 \times 10^{-3}$ |

As curvas de F_H vs. $\bar{\Delta}_{CMOD}$ apresentam alta repetibilidade entre os três ensaios selecionados, indicando uma resposta consistente do material refratário. O EFMC01 apresenta uma queda mais acentuada na força após $\bar{\Delta}_{CMOD} > 0,1$ mm. Notavelmente, o EFMC02 exibe ajuste cinemático inicial significativamente maior, requerendo deslocamentos substancialmente maiores para atingir a carga de pico, o que é evidenciado pelos elevados valores de *offset* de $2,58 \times 10^{-1}$ mm para δ_V e $2,94 \times 10^{-1}$ mm para $\bar{\Delta}_{y,c}$ (Tabela 4.4). O EFMC04 atinge os maiores valores de deslocamento, com $\bar{\Delta}_{CMOD}$ atingindo $\approx 0,9$ mm (9% maior que

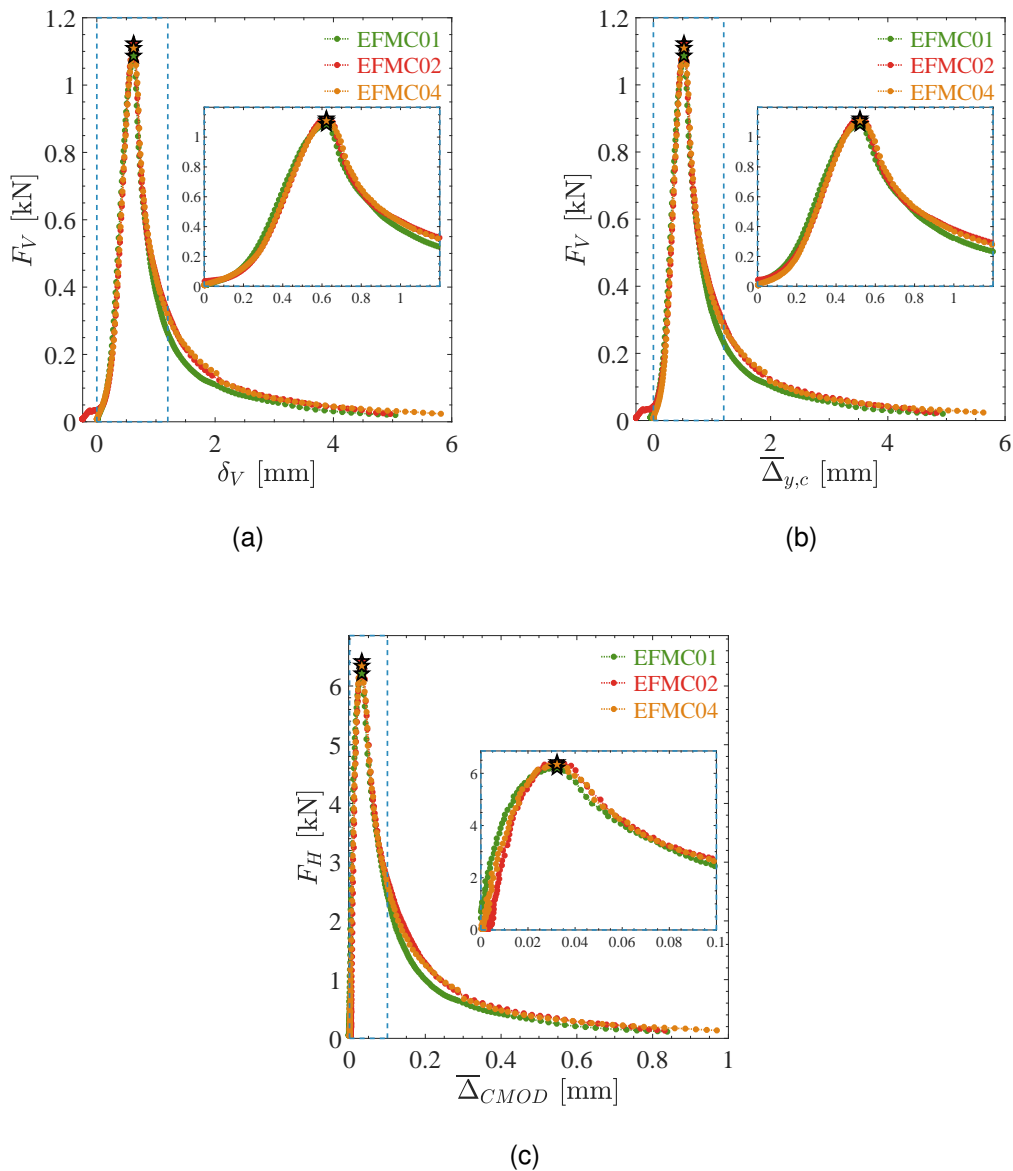


Figura 4.3: Força-deslocamento para os três EFMCs selecionados: (a) F_V versus δ_V ; (b) F_V versus $\bar{\Delta}_{y,c}$; e (c) F_H versus $\bar{\Delta}_{CMOD}$. As estrelas indicam as cargas de pico.

EFMC01 e EFMC02).

A alta repetibilidade das curvas de F_H vs. $\bar{\Delta}_{CMOD}$ (Figura 4.3 (c)) demonstra que as medições baseadas em CMOD isolam efetivamente a resposta do material das variações do aparato experimental. Por outro lado, a dispersão observada nas curvas de F_V vs. δ_V (Figura 4.3 (a)) e F_V vs. $\bar{\Delta}_{y,c}$ (Figura 4.3 (b)) demonstra que os efeitos da rigidez do aparato e dos ajustes cinemáticos nos deslocamentos verticais da máquina de ensaios e da cunha podem ser supe-

riores a 5% (como observado no EFMC02). Estes resultados destacam a importância do monitoramento do CMOD para a caracterização precisa da energia de fratura. Na ausência de dados de $\overline{\Delta}_{CMOD}$, medições baseadas somente em δ_V introduziriam erros sistemáticos e dependentes do ensaio no deslocamento (comparando as magnitudes de *offset* com o deslocamento total na carga de pico).

4.6 TRABALHO CUMULATIVO

As razões W_{CMOD}/W_M e W_{CMOD}/W_c em função de $\log(\overline{\Delta}_{CMOD})$ estão apresentadas na Figura 4.4. A razão W_{CMOD}/W_M (Figura 4.4 (a)) representa a eficiência global de todo o sistema de ensaio em converter o trabalho fornecido pela máquina de ensaios em trabalho de fratura. A razão W_{CMOD}/W_c (Figura 4.4 (b)), por sua vez, destaca a eficiência do STC, indicando a proporção do trabalho transmitido à cunha que é efetivamente utilizada na fratura do CP.

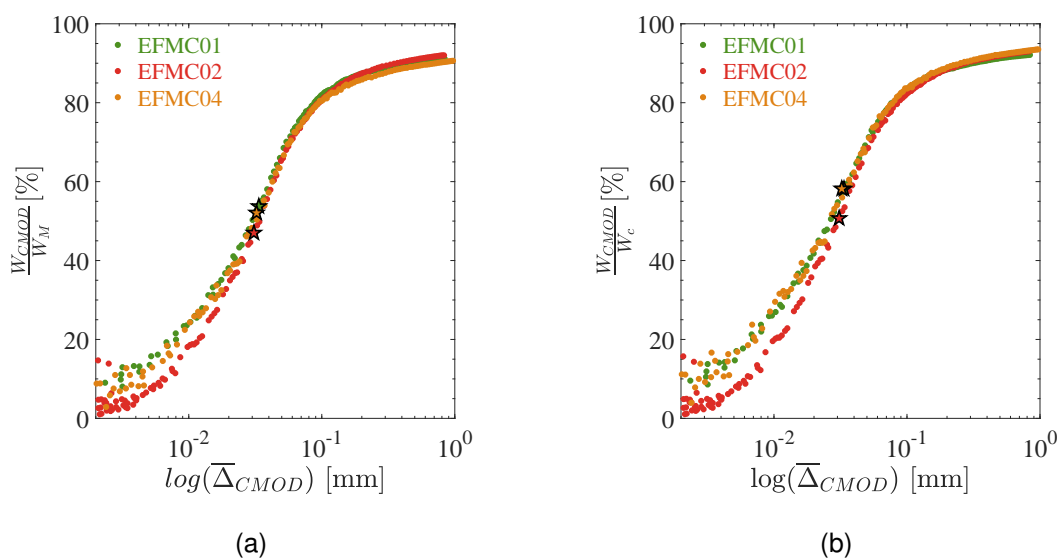


Figura 4.4: Eficiência da transmissão de trabalho *versus* $\log(\overline{\Delta}_{CMOD})$ para os EFMCs selecionados. (a) Razão W_{CMOD}/W_M , representando a eficiência global do sistema do EFMC. (b) Razão W_{CMOD}/W_c , representando a eficiência do STC. As estrelas indicam as cargas de pico.

Ambas as razões exibem alta dispersão durante o estágio inicial de carregamento ($\overline{\Delta}_{CMOD} < 0,01$ mm), onde os denominadores (W_M e W_c) são pequenos e as razões são altamente sensíveis ao ruído de medição e aos ajustes cine-

máticos iniciais do aparato. Após $\bar{\Delta}_{CMOD} > 0,02$ mm, as razões aumentam rapidamente, atingindo aproximadamente 50% na carga de pico (indicada pelas estrelas) para W_{CMOD}/W_M e aproximadamente 60% para W_{CMOD}/W_c . Após a carga de pico, ambas as razões continuam a aumentar e se estabilizam após $\bar{\Delta}_{CMOD} > 0,2$ mm em valores médios de aproximadamente 92-93% para todos os ensaios. Esta estabilização indica uma perda constante de trabalho de 7-8% durante o estágio final do ensaio. O EFMC02 exibe eficiência inicial ligeiramente inferior, o que se correlaciona com seus requisitos de ajuste cinemático substancialmente maiores (valores de *offset* de $2,58 \times 10^{-1}$ mm para δ_V e $2,94 \times 10^{-1}$ mm para $\bar{\Delta}_{y,c}$).

4.7 CINEMÁTICA DOS ROLETES

As assimetrias na cinemática dos roletes são quantificadas na Figura 4.5 e Figura 4.6. Na Figura 4.5 é apresentada a diferença no deslocamento de abertura dos roletes, Δ_{ROD} entre as superfícies da CAM1 e CAM2, $\Delta_{ROD,CAM1} - \Delta_{ROD,CAM2}$, em função de $\bar{\Delta}_{CMOD}$. Valores positivos indicam que a abertura dos roletes na superfície fotografada pela CAM1 excede a da superfície fotografada pela CAM2 e vice-versa.

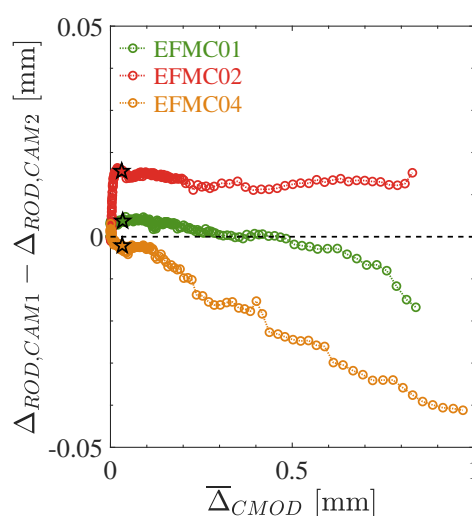


Figura 4.5: Diferença no deslocamento de abertura dos roletes entre as superfícies referente a CAM1 e CAM2 ($\Delta_{ROD,CAM1} - \Delta_{ROD,CAM2}$) em função de $\bar{\Delta}_{CMOD}$ para os EFMCs selecionados. Valores positivos indicam maior abertura dos roletes na superfície da CAM1. As estrelas indicam as cargas de pico.

Nas Figuras 4.6 (a) e (b) são apresentadas as assimetrias de deslocamento vertical entre os roletes, $\Delta_{y,r I} - \Delta_{y,r II}$, para as superfícies da CAM1 e CAM2, respectivamente. Valores positivos indicam maior deslocamento descendente do rolete *I* em relação ao rolete *II*.

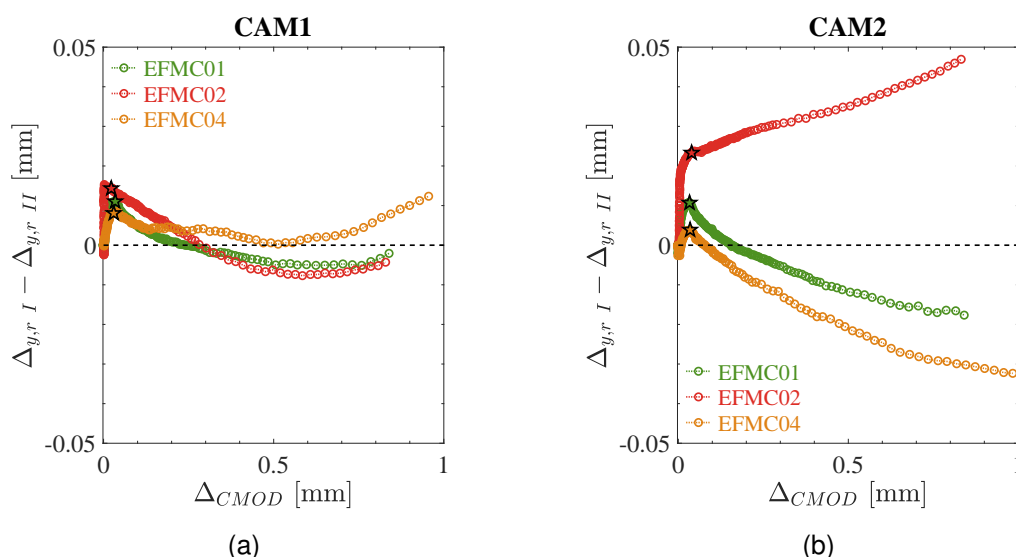


Figura 4.6: Diferença de deslocamento vertical entre roletes ($\Delta_{y,r I} - \Delta_{y,r II}$) referente a (a) CAM1 e (b) CAM2 para os EFMCs selecionados. Valores positivos indicam maior deslocamento descendente do rolete *I*. As estrelas indicam as cargas de pico.

Baixa abertura assimétrica dos roletes é observada entre as faces para todos os EFMCs selecionados (Figura 4.5). A assimetria é mais pronunciada no EFMC04, diminuindo monotonicamente até $-0,04$ mm. O EFMC01 mostra comportamento intermediário e oscilatório próximo a $-0,02$ mm, enquanto o EFMC02 exibe uma assimetria positiva que aumenta até $0,02$ mm na carga de pico e então se estabiliza, mantendo um ROD assimétrico constante. Para a superfície referente à CAM1 (Figura 4.6 (a)), as diferenças de deslocamento vertical permanecem pequenas ($< 0,02$ mm) ao longo de todo o histórico de carregamento para todos os ensaios. As diferenças diminuem antes da carga de pico, aumentam ligeiramente após ela, e se estabilizam próximo a zero uma vez que $\bar{\Delta}_{CMOD} > 0,2$ mm. Em contraste, a superfície da CAM2 (Figura 4.6 (b)) exibe assimetria mais pronunciada. No EFMC02, a diferença aumenta monotonicamente até aproximadamente $0,05$ mm nos estágios finais, indicando que o rolete *I* desce substancialmente mais que o rolete *II*. Por outro lado, EFMC01

e EFMC04 mostram diferenças negativas de cerca de -0,02 mm e -0,03 mm, respectivamente, significando que o rolete *II* desce mais que o rolete *I* para CAM2. Este contraste no comportamento para CAM1 e CAM2 demonstra que a assimetria de movimento dos roletes pode ser dependente da face, mesmo entre ensaios nominalmente idênticos, o que pode revelar imprecisão geométrica do sistema de ensaios, como um erro de paralelismo entre as placas de compressão da máquina de ensaio. Variações dessa natureza tendem a introduzir assimetria no carregamento aplicado ao CP, podendo afetar marginalmente os valores de energia de fratura obtidos, contudo, dado que as diferenças observadas são inferiores a 0,05 mm - menos de 5% do $\bar{\Delta}_{CMOD}$ final - sua influência prática sobre γ_{wof} é considerada desprezível.

A hipótese de deslizamento insignificante entre os roletes, as placas e cunha do STC é verificada na Figura 4.7, em que é apresentada a diferença entre o deslocamento vertical médio medido nos roletes e sua previsão analítica, $\frac{1}{2}(\bar{\Delta}_{y,c} + \bar{\Delta}_{y,p}) - \bar{\Delta}_{y,r}$, em função de $\bar{\Delta}_{CMOD}$. A previsão analítica é derivada de um modelo cinemático assumindo movimento de corpo rígido e contato perfeito em todas as interfaces. Neste caso ideal, o centroide do rolete deveria descer pela média dos deslocamentos verticais da cunha e da placa.

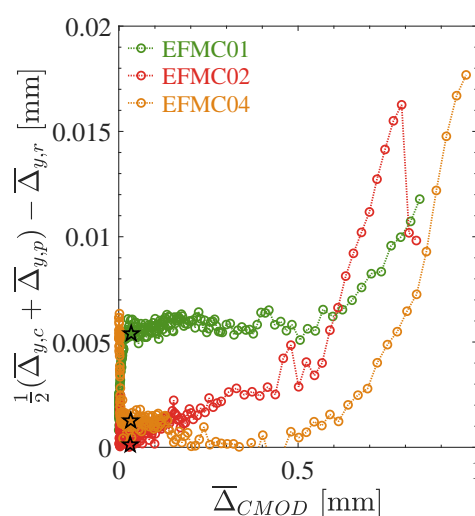


Figura 4.7: Diferença entre o deslocamento vertical médio medido dos roletes e a previsão analítica, $\frac{1}{2}(\bar{\Delta}_{y,c} + \bar{\Delta}_{y,p}) - \bar{\Delta}_{y,r}$, em função de $\bar{\Delta}_{CMOD}$ para os ensaios selecionados. Valores próximos a zero indicam deslizamento desprezível nos contatos dos roletes. As estrelas indicam as cargas de pico.

Os três EFMCs em questão (EFMC01, EFMC02 e EFMC04) exibem pequenas diferenças ao longo do histórico de carregamento, com valores máximos não excedendo 0,02 mm (menos de 0,5 % do deslocamento total da cunha nos estágios finais de carregamento). Durante o estágio inicial de carregamento ($\overline{\Delta}_{CMOD} < 0,1$ mm), as diferenças aumentam de próximo a zero até valores de pico de aproximadamente 0,012 mm para EFMC01, 0,016 mm para EFMC02 e 0,018 mm para EFMC04. Dado que o deslizamento máximo estimado representa menos de 0,5% do deslocamento total da cunha, sua influência na energia de fratura é negligenciável,

4.8 CAMPOS DE DESLOCAMENTO HORIZONTAL

Os campos de deslocamento horizontal, U_x , apresentados na Figura 4.8, revelam o padrão de trinca nas superfícies do CP para os três ensaios selecionados.

A magnitude do campo de deslocamento tende a ser simétrica em relação à linha central vertical, com valores positivos no lado direito e valores negativos no lado esquerdo, indicando o afastamento das duas metades do CP em relação à superfície formada pela trinca. A magnitude de U_x aumenta da base do CP em direção à superfície superior de carregamento, atingindo valores máximos de aproximadamente 0,5 mm na região de contato com as placas (que é a região do CMOD). As placas exibem magnitude de U_x comparável, confirmando que elas também abrem próximo ao topo do CP. A cunha exibe deslocamento horizontal insignificante ao longo de todo o histórico de carregamento, com valores máximos não excedendo 0,1 mm, mesmo nos estágios finais de carregamento, para todos os EFMCs. Isto confirma o deslocamento predominantemente vertical da cunha, consistente com o mecanismo de transferência de carga do EFMC. Os campos de deslocamento dos roletes revelam sua rotação, com magnitudes de deslocamento horizontal entre -1 e 1 mm. O deslocamento horizontal do apoio não excede 0,05 mm no estágio final de carregamento para todos os ensaios.

Em geral, as trincas observadas nas duas superfícies opostas dos CPs são tortuosas, indicando deflexão durante a propagação. Ademais, as trincas tendem a desviar um pouco do plano central do CP, exceto para a superfície da CAM1 do

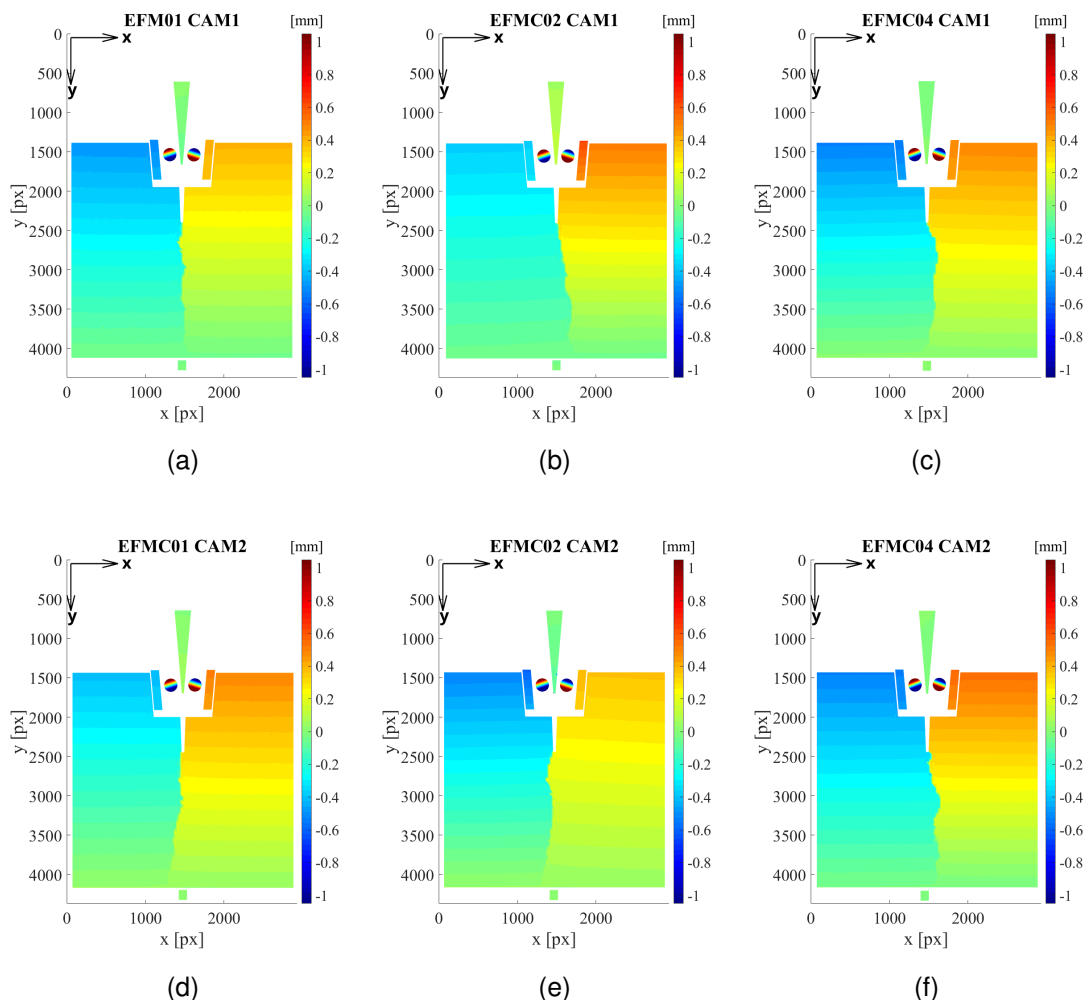


Figura 4.8: Campos de deslocamento horizontal (U_x) para a última imagem analisada ($F_V \approx 25$ N). (a,d) EFMC01 CAM1 e CAM2 ($\overline{\Delta}_{CMOD} \approx 0,82$ mm), (b,e) EFMC02 CAM1 e CAM2 ($\overline{\Delta}_{CMOD} \approx 0,98$ mm), (c,f) EFMC04 CAM1 e CAM2 ($\overline{\Delta}_{CMOD} \approx 0,82$ mm).

EFMC01 (ver Figura 4.8 (a)) em que a trinca sai do entalhe e encontra o apoio seguindo um caminho mais vertical.

4.9 CAMPOS DE DESLOCAMENTO VERTICAL

Os campos de deslocamento vertical (U_y , Figura 4.9) para os três ensaios selecionados são dominados pelos movimentos da cunha e dos roletes, com deslocamentos descendentes máximos de aproximadamente 6 mm para a cunha nos estágios finais do ensaio. As placas do STC e o apoio exibem deslocamentos verticais menores, com valores máximos de cerca de 0,07 mm e 0,4 mm, respectivamente. O campo de deslocamento vertical do CP revela deslo-

camentos descendentes máximos de aproximadamente 0,25 mm concentrados nas regiões laterais do CP. A região central do CP apresenta valores negativos, cerca de -0,05, associados a deslocamentos ascendentes nesta região. Os campos de deslocamento vertical dos roletes também fornecem evidência visual de seu movimento rotacional durante o ensaio. À medida que a cunha desce, os roletes rotacionam enquanto mantêm contato tanto com as superfícies inclinadas da cunha quanto com as placas.

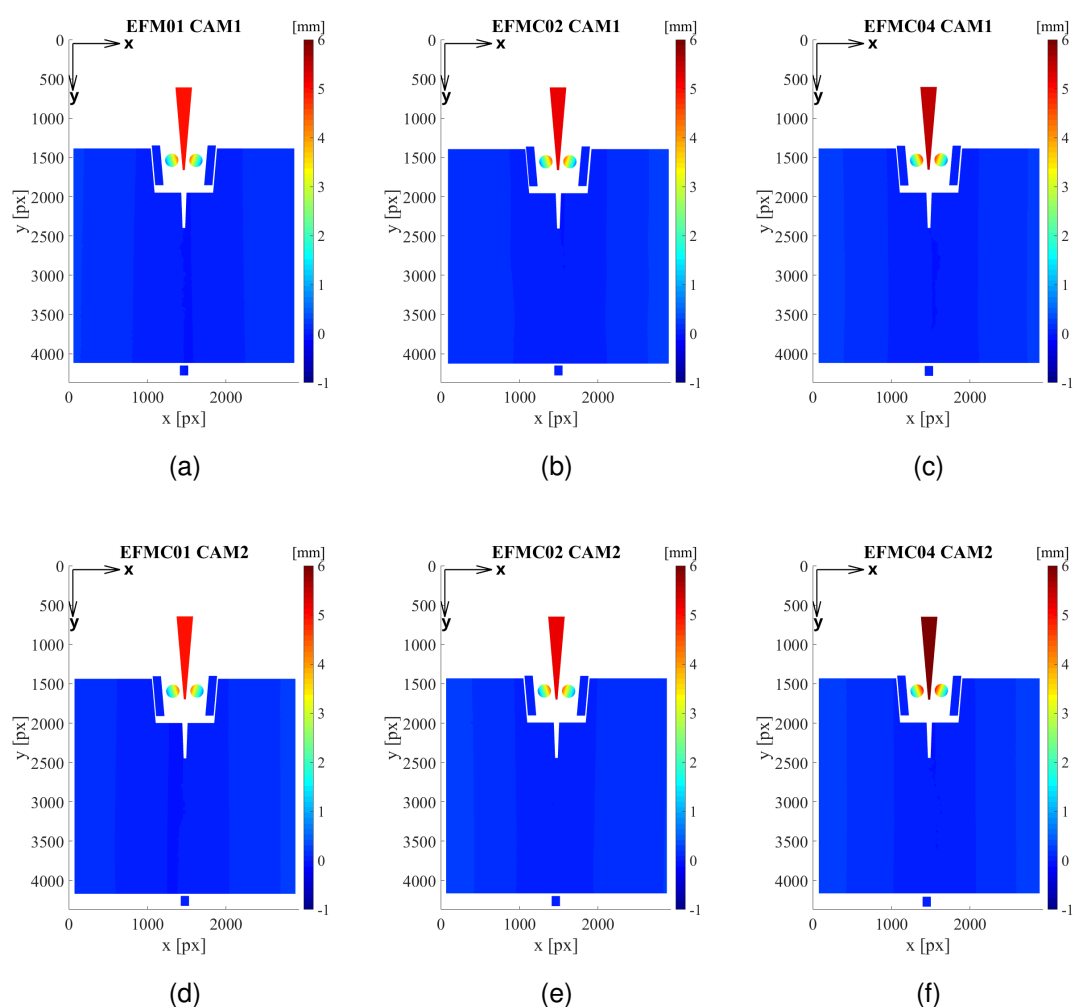


Figura 4.9: Campos de deslocamento vertical (U_y) para a última imagem analisada ($F_V \approx 25$ N). (a,d) EFM01 CAM1 e CAM2 ($\bar{\Delta}_{CMOD} \approx 0,82$ mm), (b,e) EFM02 CAM1 e CAM2 ($\bar{\Delta}_{CMOD} \approx 0,98$ mm), (c,f) EFM04 CAM1 e CAM2 ($\bar{\Delta}_{CMOD} \approx 0,82$ mm).

4.10 PROPAGAÇÃO DE TRINCA

O processo de propagação de trinca foi quantificado usando duas métricas complementares derivadas dos campos de deslocamento via CID: a densidade superficial de trinca, SCD e o deslocamento médio de abertura da trinca, MCOD ($\overline{\Delta_{MOD}}$). Estas métricas, que são acessíveis apenas por meio de técnicas de medição de campo completo como a CID, fornecem informações sobre a evolução do dano que não podem ser obtidos somente a partir de medições convencionais de deslocamento. A SCD está relacionada com a extensão da propagação da trinca e o MCOD com a abertura.

Os parâmetros de limiar ($k_{\overline{\Delta_{MOD}}}$ e k_{ϕ^2}) foram selecionados por meio de uma análise avaliando combinações de $k_{\overline{\Delta_{MOD}}}$ e k_{ϕ^2} . A combinação $k_{\overline{\Delta_{MOD}}} = 3,2$ e $k_{\phi^2} = 3,0$ foi escolhida pois produziu o campo de dano concentrado na região de trinca esperado (abaixo do entalhe). A distribuição espacial do dano e sua evolução estão apresentados na Figura 4.10, na qual o mapa de cores indica o valor de $\overline{\Delta_{MOD}}$ em que cada elemento foi identificado como danificado pela primeira vez. Os caminhos de trinca exibem trajetórias tortuosas em todos os ensaios selecionados, com propagação desviando do plano central do CP a partir da raiz do entalhe em direção à base do CP, conforme observado a partir dos campos de deslocamentos horizontais e discutido na Subseção 4.8. A progressão temporal do dano, representada pelo gradiente de cor ao longo do caminho da trinca, revela o avanço sequencial da frente de trinca durante o carregamento.

A aplicação do critério de SCD (SCD média medida a partir das imagens de referência acrescida de três vezes seu desvio padrão) para identificar o início da propagação de trinca detectável revelou sensibilidades de detecção distintas entre as superfícies monitoradas. Nas superfícies referentes à CAM2, onde o ruído de fundo foi menor, a propagação de trinca foi detectada durante o estágio pré-pico em 47%, 63% e 85% da carga máxima para os CPs EFMC01, EFMC02 e EFMC04, respectivamente. Em contraste, as superfícies referentes à CAM1 exibiram um nível de ruído inerente mais elevado, resultando em um limiar mais conservador, e a detecção ocorreu apenas na carga de pico (EFMC01) ou durante o *softening* (regime pós-pico) em 86% e 93% do pico (EFMC02 e EFMC04).

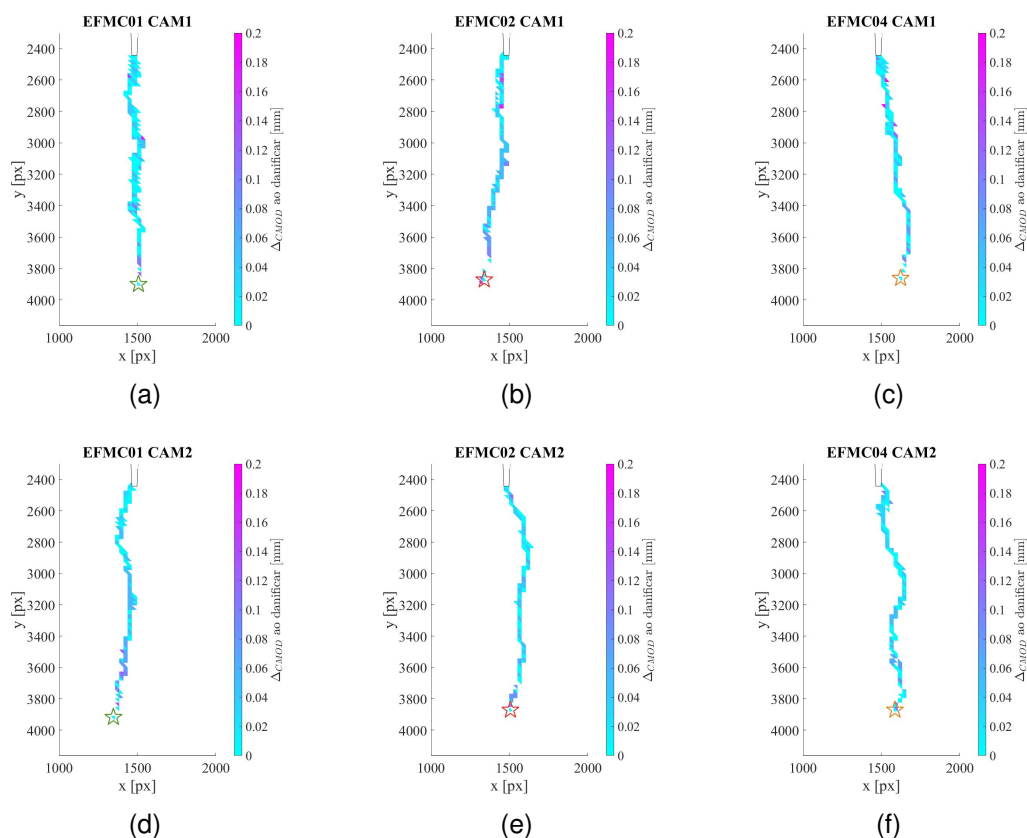


Figura 4.10: Campo com elementos danificados para $k_{[\bar{u}]} = 3,2$ e $k_{\phi^2} = 3$. As cores referem-se ao $\bar{\Delta}_{CMOD}$ calculado para imagem em que o elemento foi identificado como danificado pela primeira vez. (a,d) EFMC01 CAM1 e CAM2, (b,e) EFMC02 CAM1 e CAM2, (c,f) EFMC04 CAM1 e CAM2.

Esta discrepância é atribuída à menor relação sinal-ruído nas imagens da superfície referente à CAM1, em vez de uma diferença na iniciação física da trinca. Embora os campos de dano (Figura 4.10) indiquem dano em ambas as faces antes do pico, este critério de SCD confirma que a distinção do caminho da trinca dos artefatos de medição é alcançada em estágios diferentes para cada superfície.

A relação entre a SCD e o $[\bar{u}]$ dos três ensaios selecionados está apresentada na Figura 4.11. Ambas as métricas, SCD e MCOD, exibem padrões de evolução distintos que refletem diferentes estágios do processo de dano.

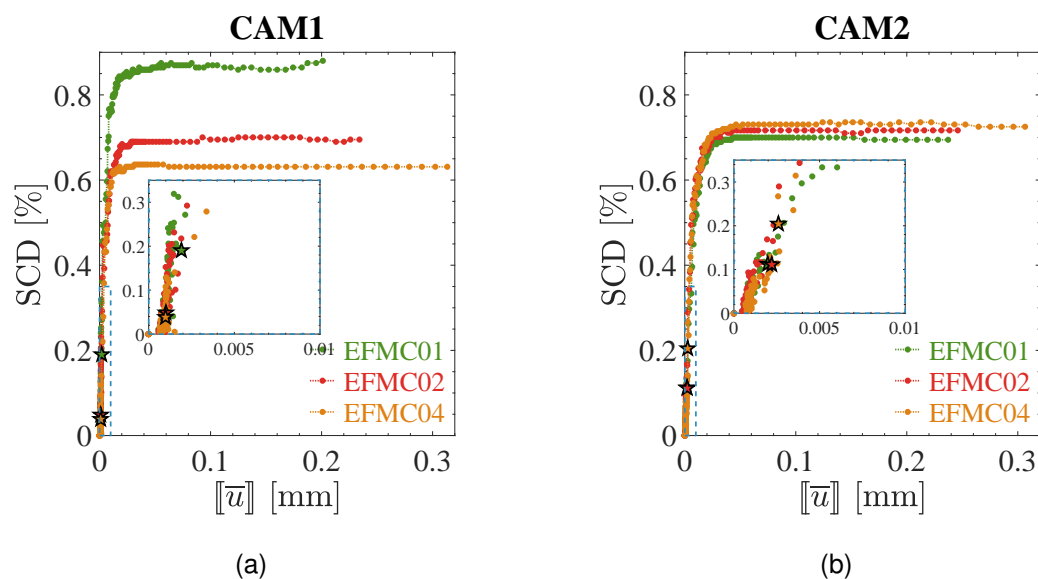


Figura 4.11: SCD versus MCOD (\bar{u}) para os três EFMCs selecionados: (a) CAM1; e (b) CAM2. As estrelas indicam as cargas de pico.

Inicialmente, a SCD aumenta rapidamente enquanto $\bar{u} < 0,01$ mm. Após este rápido aumento, a SCD atinge um patamar, e após a estabilização da SCD, praticamente apenas \bar{u} aumenta. Os valores de patamar da SCD e valores finais de \bar{u} para cada ensaio selecionado e referente face estão sumarizados nas Tabelas 4.5 e 4.6.

Tabela 4.5: Valores de patamar da SCD para os três EFMCs selecionados.

| [mm] | EFMC01 | EFMC02 | EFMC04 |
|------|--------|--------|--------|
| CAM1 | 0,87 | 0,69 | 0,63 |
| CAM2 | 0,70 | 0,71 | 0,73 |

Tabela 4.6: Valores de \bar{u} final para os três EFMCs selecionados.

| [%] | EFMC01 | EFMC02 | EFMC04 |
|------|--------|--------|--------|
| CAM1 | 0,19 | 0,24 | 0,35 |
| CAM2 | 0,22 | 0,25 | 0,33 |

Este comportamento em dois estágios revela os mecanismos fundamentais que governam a propagação de trinca no concreto refratário. O rápido aumento inicial da SCD corresponde ao estágio de formação e propagação da trinca, onde o caminho da trinca está sendo estabelecido. Durante este estágio, novos ele-

mentos danificados são continuamente identificados conforme a frente de trinca avança, levando ao aumento acentuado da SCD. O aumento moderado simultâneo em $[\bar{u}]$ (de próximo a zero até aproximadamente 0,03 mm) indica que a abertura da trinca ocorre concomitantemente com o avanço da trinca, mas o fenômeno dominante é a propagação espacial do dano. Quando a SCD tende um patamar, é uma indicação de que a trinca atravessou o ligamento e o caminho da trinca está estabelecido. O estágio subsequente, no qual ocorre o aumento contínuo de $[\bar{u}]$, reflete a abertura progressiva da trinca nas faces analisadas sob carga decrescente (pós-pico de força), que é característica do comportamento (*softening*) de materiais quase frágeis.

Comparando as superfícies referente à CAM1 e CAM2, os valores de patamar da SCD mostram maior variabilidade para CAM1 (variando de 0,63% a 0,87%) do que na para CAM2 (variando de 0,70% a 0,73%). Entretanto, os valores finais de $[\bar{u}]$ ficaram próximos entre as superfícies para cada EFMC, indicando que, embora a distribuição espacial do dano possa variar entre as faces opostas do CP, a severidade global de abertura da trinca permanece similar.

O padrão de evolução distinto em dois estágios observado em todos os ensaios selecionados demonstra que a propagação da trinca e a abertura da trinca representam processos que são mais sequenciais do que simultâneos neste sistema de material. Estas métricas de trinca em campo completo de deslocamentos e deformações, acessíveis apenas por meio da análise via CID, permite uma caracterização mais completa do processo de fratura do que seria possível apenas a partir de medições globais de deslocamento, revelando a transição da propagação para o alargamento da trinca, que não é evidente nas curvas de força-deslocamento.

A superfície de fratura de um dos CPs ensaiados está apresentada na Figura 4.12. A análise visual das superfícies fraturadas dos CPs revelou agregados de alumina tabular fraturados, indicando que a trinca atravessou os grãos, e agregados arrancados (*pullout*), evidenciando falha na interface matriz-agregado. Poros provenientes do processamento também são observáveis nas superfícies geradas pelas trincas. As superfícies de fratura dos diferentes CPs apresentaram

morfologia visualmente semelhante entre si, o que impossibilitou o estabelecimento de correlações entre as características microestruturais observadas e os parâmetros mecânicos medidos, como γ_{wof} e $F_{V,max}$. Ainda assim, a análise visual dessas superfícies foi realizada com esse fim e a Figura 4.12 constitui uma informação qualitativa complementar aos resultados quantitativos obtidos via EFMC e CID.

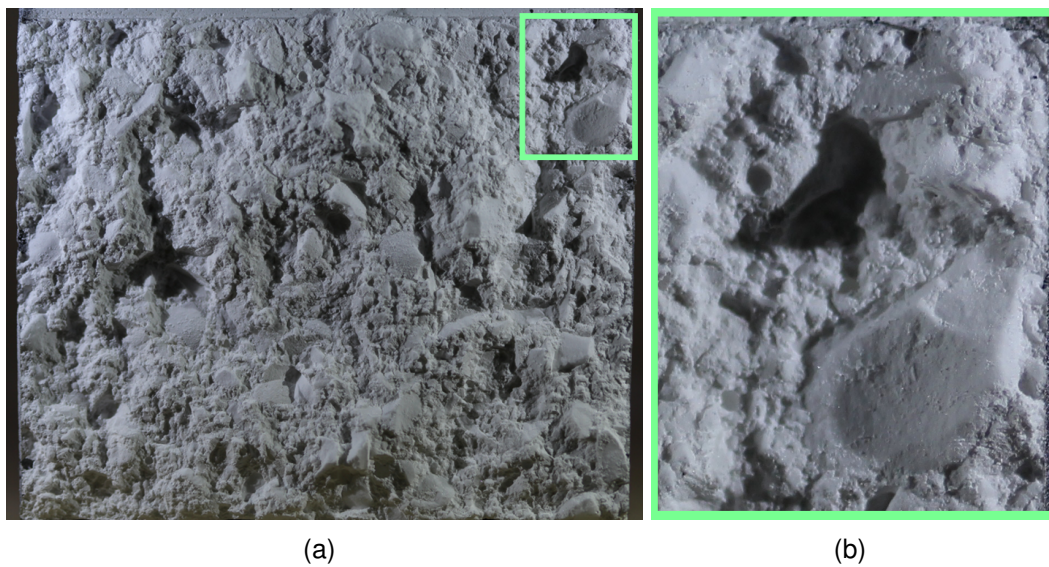


Figura 4.12: Superfície de fratura do EFMC01: (a) visão geral e (b) detalhe ampliado.

5 CONCLUSÕES

Os resultados das curvas força–deslocamento evidenciaram que medições baseadas exclusivamente no deslocamento vertical do travessão são significativamente influenciadas por acomodações mecânicas do aparato experimental, incluindo máquina de ensaios, placas de compressão, STC e CP. Essas acomodações resultam em uma resposta inicial não linear e introduzem dispersão nos valores de energia de fratura (de 5,1–11%) para os sete EFMCs estudados. Em contraste, as curvas baseadas no CMOD médio medido por CID nas duas faces opostas do ensaio apresentaram comportamento inicial predominantemente linear, indicando que a medição local do deslocamento de abertura da trinca é mais representativa da resposta mecânica intrínseca do material.

A comparação entre as energias de fratura obtidas a partir das medições verticais e horizontais mostrou que os valores baseados na força vertical são sistematicamente superiores, com uma diferença relativa média de aproximadamente 8,4%. Do ponto de vista prático, essa diferença indica que ao realizar-se o EFMC sem acesso a medidas do CMOD, pode-se utilizar os dados da máquina de ensaios como uma estimativa razoável da energia de fratura, considerando de que os valores estarão sistematicamente superestimados em cerca de 8–11%. Para a configuração do EFMC e material estudado, essa superestimação foi praticamente constante, dado que a eficiência do STC se estabilizou em 92–93% nos estágios finais dos ensaios.

A análise cinemática detalhada de três EFMCs selecionados dentre os sete, por apresentarem maior repetibilidade nos principais resultados de interesse, demonstrou que, apesar de pequenas assimetrias no movimento dos roletes e diferenças entre as superfícies fotografadas das duas faces opostas do CP, o STC apresenta comportamento globalmente estável, com evidências de deslizamento desprezível nos contatos. As assimetrias de abertura dos roletes entre as faces foram inferiores a 0,05 mm - representando menos de 5% do $\bar{\Delta}_{CMOD}$ final - e as diferenças de deslocamento vertical entre roletes não excederam 0,05 mm, valores que se mostram desprezíveis em termos de influência sobre a energia

de fratura medida.

Os campos de deslocamento horizontal e vertical possibilitaram estudar diretamente os mecanismos de abertura da trinca nas superfícies e o comportamento cinemático dos componentes do STC. Observou-se que a cunha apresenta deslocamento predominantemente vertical, conforme o princípio de funcionamento do EFMC, enquanto os campos de deslocamento dos CPs revelaram trajetórias de trinca tortuosas e desvios do plano central, característicos de materiais quase frágeis com heterogeneidade microestrutural.

A quantificação da propagação de trinca por meio da densidade superficial de trinca (SCD) e do deslocamento médio de abertura da trinca (MCOD) evidenciou um comportamento em dois estágios bem definidos. Inicialmente, a SCD aumenta rapidamente, refletindo o avanço espacial da frente de trinca, enquanto a abertura permanece limitada. Em um segundo estágio, após a SCD tender a um patamar, observa-se um aumento contínuo do MCOD, associado à abertura progressiva da trinca sob carregamento pós-pico, caracterizando o comportamento de *softening* típico de materiais quase frágeis.

De forma geral, os resultados demonstram que a utilização de medições baseadas em CMOD obtidas por CID é fundamental para a caracterização precisa da energia de fratura em EFMCs, pois permite isolar a resposta do material das influências do aparato experimental. Além disso, a abordagem adotada possibilitou quantificar a parcela espúria de energia associada ao sistema de ensaio e fornecer uma descrição detalhada da cinemática e dos principais mecanismos de fratura ocorrentes no concreto refratário estudado. Tais resultados contribuem para uma compreensão mais robusta da influência do aparato experimental na energia de fratura medida, bem como da resistência à propagação de trincas desse concreto aluminoso, e fornecem subsídios para o aprimoramento de metodologias experimentais voltadas à caracterização de materiais quase frágeis, especialmente em altas temperaturas, nas quais são requeridos sistemas de STC simples, como o analisado neste trabalho, e técnicas de medição sem contato com o CP, como a CID.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir dos resultados e das metodologias estabelecidas nesta dissertação, sugerem-se as seguintes linhas de investigação para trabalhos futuros:

- **Simulação computacional via Elementos Finitos:** Integrar os campos de deslocamento obtidos por CID com modelos de zona coesiva ou mecânica do dano contínuo (*e.g.*, via *software* Abaqus™). Isso permitiria validar quantitativamente as leis constitutivas e investigar a distribuição interna de tensões que não pode ser analisada apenas pela medição de campos de deslocamentos;
- **EFMC em altas temperaturas:** Realizar o monitoramento via CID em temperaturas mais próximas das condições de serviço (> 400 °C) para avaliar como a expansão térmica dos componentes do STC e a alteração das propriedades do concreto refratário em função da temperatura afetam a eficiência de transmissão de trabalho durante o carregamento, visando estabelecer um limite de temperatura para que um STC em aço, como o deste estudo, pode ser usado;
- **Estudo de outras configurações de carregamento:** Investigar o efeito de desalinhamentos da cunha e/ou placas do STC na dissipação de energia, na estabilidade e caminho de propagação da trinca;
- **Análise volumétrica via tomografia:** Correlacionar as assimetrias observadas entre as faces opostas, onde a trinca é observável, com a heterogeneidade interna de concretos refratários, utilizando tomografia computadorizada de raios-X em conjunto com a técnica de Correlação de Volumes Digitais para explicar desvios no caminho de propagação da trinca.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Lee, W.E., Moore, R.E.. Evolution of in situ refractories in the 20th century. *Journal of the American Ceramic Society* 1998;81(6):1385–1410.
- [2] Tschegg, E.. Prüfeinrichtung zur Ermittlung von bruchmechanischen Kennwerten sowie hierfür geeignete, Prüfkörper, Austrian Pat. AT 390328B, registered. 1986.
- [3] Linsbauer, H.N., Tschegg, E.K.. Fracture energy determination of concrete with cube shaped specimens. *Zement und Beton* 1986;31:38–40.
- [4] Brühwiler, E., Wittmann, F.H.. The wedge splitting test, a new method of performing stable fracture mechanics tests. *Engineering Fracture Mechanics* 1990;35(1-3):117–125.
- [5] Belrhiti, Y., Pop, O., Germaneau, A., Doumalin, P., Dupré, J.C., Harmuth, H., et al. Investigation of the impact of micro-cracks on fracture behavior of magnesia products using wedge splitting test and digital image correlation. *Journal of the European Ceramic Society* 2015;35(2):823–829.
- [6] 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* 2016;36(16):4309–4317.
- [7] Vargas, R., Neggers, J., Canto, R.B., Rodrigues, J.A., Hild, F.. Comparison of two full-field identification methods for the wedge splitting test on a refractory. *Journal of the European Ceramic Society* 2018;38(16):5569 – 5579.
- [8] Vargas, R., Neggers, J., Canto, R.B., Rodrigues, J.A., Hild, F.. Analysis of a castable refractory using the wedge splitting test and cohesive zone model. *Journal of the European Ceramic Society* 2019;39(13):3903–3914.
- [9] Vargas, R., Pinelli, X., Smaniotto, B., Hild, F., Canto, R.B.. On the effect of sintering temperature on fracture energy of Alumina-Mullite-Zirconia castable at 600 °C. *Journal of the European Ceramics Society* 2021;41(7):4406–4418.

- [10] Dai, Y., Gruber, D., Harmuth, H.. Determination of the fracture behaviour of MgO-refractories using multi-cycle wedge splitting test and digital image correlation. *Journal of the European Ceramic Society* 2017;37(15):5035–5043.
- [11] Khlifi, I., Pop, O., Dupré, J.C., Doumalin, P., Huger, M.. Fracture process analysis in magnesia-hercynite refractory materials by combining an enhanced digital image correlation method with wedge splitting test. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 2021;116:103134.
- [12] Yu, R., Li, G., Zhang, L., Zhou, J., Zhao, S., Zhao, Z., et al. Fracture behavior of $Al_2O_3 - SiO_2$ castables by the wedge splitting test and digital image correlation technique. *Ceramics International* 2022;48(5):6148–6156.
- [13] Maginador, R.V.. Analysis of crack propagation in the wedge splitting test via digital image correlation and finite element analyses. Master's thesis; Federal University of São Carlos (UFSCar) - Brazil; 2019.
- [14] Sutton, M.A., Orteu, J.J., Schreier, H.. Image correlation for shape, motion and deformation measurements: Basic concepts, theory and applications. Springer Science & Business Media; 2009.
- [15] Pan, B., Qian, K., Xie, H., Asundi, A.. Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement: a review. *Measurement Science and Technology* 2009;20(6):062001.
- [16] Lecompte, D., Smits, A., Sol, H., Vantomme, J., Van Hemelrijck, D.. Mixed numerical-experimental technique for orthotropic parameter identification using biaxial tensile tests on cruciform specimens. *International Journal of Solids and Structures* 2006;44(5):1643–1656.
- [17] Rossi, M., Pierron, F.. On the use of simulated experiments in designing tests for material characterization from full-field measurements. *International Journal of Solids and Structures* 2012;49(3-4):420–435.
- [18] Hild, F., Roux, S.. Comparison of local and global approaches to digital image correlation. *Experimental Mechanics* 2012;52(9):1503–1519.
- [19] Sakai, M., Bradt, R.C.. Fracture toughness testing of brittle materials.

- International Materials Reviews 1993;38(2):53–78.
- [20] Lee, W., Vieira, W., Zhang, S., Ahari, K., Sarpoolaky, H., Parr, C.. Castable refractory concretes. International Materials Reviews 2001;46(3):145–167.
- [21] Ribeiro, S., Rodrigues, J.A.. The influence of microstructure on the maximum load and fracture energy of refractory castables. Ceramics International 2010;36(1):263–274.
- [22] Yang, H.Y., Chan, C.F.. Corrosion resistance and microstructure of high-alumina refractories, based on the rotary slag test. Journal of the American Ceramic Society 1990;73:1074–1077.
- [23] Bilbao, E.D., Poirier, J., Dombrowski, M.. Corrosion of high alumina refractories by Al_2O_3 –CaO slag: thermodynamic and kinetic approaches. Metallurgical Research & Technology 2015;112:607.
- [24] Zhang, S.W., Rezaie, H.R., Sarpoolaky, H., Lee, W.E.. Alumina dissolution into silicate slag. Journal of the American Ceramic Society 2000;83:897–903.
- [25] Sarpoolaky, H., Zhang, S.W., Argent, B.B., Lee, W.E.. Influence of grain phase on slag corrosion of low-cement castable refractories. Journal of the American Ceramic Society 2001;84:426–434.
- [26] Fu, L.P., Gu, H.Z., Huang, A., Zhang, M.J., Li, Z.K.. Slag resistance mechanism of lightweight microporous corundum aggregate. Journal of the American Ceramic Society 2015;98:1658–1663.
- [27] Menard, J.C., Thibault, N.W.. In: Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry; vol. 1. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA; 2000, p. 27–45.
- [28] Schnabel, M., Buhr, A., Schmidtmeier, D., Chatterjee, S., Dutton, J.. Perceptions and characteristics of fused and sintered refractory aggregates. Refractories Worldforum 2015;7:75–81.
- [29] Kryvoruchko, P., Mishnyova, Y., Girich, N., Sinyukova, O., Pryvalova, N.. Properties dependence of alumina refractories on the kind of the used alumina – either sintered or fused. In: Proceedings of the Unified Technical

- Conference on Refractories 2007 (UNITECR 2007). 2007, p. 264–267.
- [30] Gierisch, D., Büchel, G., LXY, A.B.. Tabular alumina for high purity corundum brick. In: XVIth International Conference on Refractories, Prague. 2008, p. 31–39.
- [31] Hart, L.D., editor. Alumina chemicals: science and technology handbook. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons; 1990.
- [32] Schafföner, S., Aneziris, C.G., Berek, H., Hubálková, J., Priese, A.. Fused calcium zirconate for refractory applications. *Journal of the European Ceramic Society* 2013;33:3411–3418.
- [33] Büchel, G., Liu, X., Buhr, A., Dutton, J.. Review of tabular alumina as high performance refractory material. *Interceram Refractories Manual 2007*;:6–12.
- [34] Bertrand, P.T., Laurich-McIntyre, S.E., Bradt, R.C.. Strengths of fused and tabular alumina refractory grains. *American Ceramic Society Bulletin* 1988;67:1217–1221.
- [35] Gürel, S.B., Altun, A.. Reactive alumina production for the refractory industry. *Powder Technology* 2009;196:115–121. doi:10.1016/j.powtec.2009.07.007.
- [36] Lamouri, S., Hamidouche, M., Bouaouadja, N., Belhouchet, H., Garnier, V., Fantozzi, G., et al. Control of the γ -alumina to α -alumina phase transformation for an optimized alumina densification. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio* 2016;.
- [37] Bawa, S.G., Ahmed, A.S., Okonkwo, P.C.. Alumina phase transformation from thermal decomposition of ammonium alum synthesized from aluminum scrap. *Nigerian Journal of Technology* 2017;36(3):822–828.
- [38] Luz, A.P., Pandolfelli, V.C.. Self-reinforced high-alumina refractory castables. *Ceramics International* 2017;43:16484–16495.
- [39] German, R.M.. Strength evolution in debinding and sintering. *Powder Metallurgy* 2003;.
- [40] Kang, S.J.L.. Sintering: Densification, Grain Growth, and Microstructure.

Butterworth-Heinemann; 2004.

- [41] Bier, T.A., Bunt, N.E., Parr, C.. Calcium aluminate bonded castables: their advantages and applications. Proceedings of The Latin-American Association of Refractory Manufacturers Meeting (ALAFAR) 1996;:75–84.
- [42] Sorrentino, D., Sorrentino, F., George, M.. Mechanisms of hydration of calcium aluminate cements. In: Skalny, J., Mindess, S., editors. Material Science of Concrete IV. Westerville, OH, USA: ACS; 1995, p. 41–90.
- [43] Reed, J.S.. Principles of ceramics processing. Wiley New York; 1995.
- [44] Luz, A., Consoni, L., Pagliosa, C., Aneziris, C., Pandolfelli, V.. Sintering effect of calcium carbonate in high-alumina refractory castables. *Ceramics International* 2018;44(9):10486–10497.
- [45] NAKAYAMA, J.. Direct measurement of fracture energies of brittle heterogeneous materials. *Journal of the American Ceramic Society* 1965;48(11):583–587.
- [46] Harmuth, H.. Stability of crack propagation associated with fracture energy determined by wedge splitting specimen. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics* 1995;23:103–108.
- [47] Trunk, B., Schober, G., Helbling, A., Wittmann, F.. Fracture mechanics parameters of autoclaved aerated concrete. *Cement and Concrete Research* 1999;29(6):855–859.
- [48] Skoček, J., Stang, H.. Inverse analysis of the wedge-splitting test. *Engineering Fracture Mechanics* 2008;75(10):3173–3188.
- [49] Xiao, J., Schneider, H., Dönnecke, C., König, G.. Wedge splitting test on fracture behaviour of ultra high strength concrete. *Construction and Building Materials* 2004;18(6):359–365.
- [50] Ribeiro, S., Exposito, C.C.D., Rodrigues, J.A.. Projeto, adaptação, instalação e testes preliminares para um sistema de medida de energia de fratura de materiais cerâmicos pelo método da cunha. *Cerâmica* 2008;54:418–426.
- [51] Harmuth, H., Rieder, K., Krobath, M., Tschegg, E.. Investigation of the nonlinear fracture behaviour of ordinary ceramic refractory materials. *Mate-*

- rials Science and Engineering: A 1996;214(1-2):53–61.
- [52] 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; 2012, p. 2300–2307. In Portuguese.
- [53] Nakayama, J., Abe, H., Bradt, R.C.. Crack stability in the work-of-fracture test: refractory applications. *Journal of the American Ceramic Society* 1981;64:671–675.
- [54] Dai, Y., Gruber, D., Harmuth, H.. Observation and quantification of the fracture process zone for two magnesia refractories with different brittleness. *Journal of the European Ceramic Society* 2017;37(6):2521–2529.
- [55] Hild, F., Roux, S.. Digital image correlation: from displacement measurement to identification of elastic properties - a review. *Strain* 2006;42:69–80.
- [56] Leclerc, H., Périé, J., Roux, S., Hild, F.. Integrated digital image correlation for the identification of mechanical properties; vol. LNCS 5496. Berlin (Germany): Springer; 2009, p. 161–171.
- [57] Roux, S., Réthoré, J., Hild, F.. Digital image correlation and fracture: An advanced technique for estimating stress intensity factors of 2D and 3D cracks. *Journal of Physics D: Applied Physics* 2009;42:214004.
- [58] Leplay, P., Lafforgue, O., Hild, F.. Analysis of asymmetrical creep of a ceramic at 1350°C by Digital Image Correlation. *Journal of the American Ceramic Society* 2015;98(7):2240–2247.
- [59] Mathieu, F., Leclerc, H., Hild, F., Roux, S.. Estimation of elastoplastic parameters via weighted FEMU and integrated-DIC. *Experimental Mechanics* 2015;55(1):105–119.
- [60] Dai, Y., Harmuth, H., Jin, S., Gruber, D., Li, Y.. R-curves determination of ordinary refractory ceramics assisted by digital image correlation method. *Journal of the European Ceramic Society* 2020;.
- [61] Khlifi, I., Pop, O., Dupré, J.C., Doumalin, P., Huger, M.. Investigation

- of microstructure-property relationships of magnesia-hercynite refractory composites by a refined digital image correlation technique. *Journal of the European Ceramic Society* 2019;39(13):3893–3902.
- [62] Sutton, M.A., McNeill, S.R., Helm, J.D., Chao, Y.J.. Advances in two-dimensional and three-dimensional computer vision. In: *Photomechanics*; vol. 77 of *Topics in Applied Physics*. 2000, p. 323–372.
- [63] Studart, A.R.. Bioinspired ceramics: Turning brittleness into toughness. *Nature materials* 2014;13(5):433–435.
- [64] Leclerc, H., Neggers, J., Mathieu, F., Roux, S., Hild, F.. Correli 3.0. 2015. IDDN.FR.001.520008.000.S.P.2015.000.31500.
- [65] Vargas, R., Canto, R.B., Hild, F.. On the calibration of cohesive parameters for refractories from notch opening displacements in wedge splitting tests. *Journal of the European Ceramic Society* 2021;41(14):7348–7361.
- [66] Vargas, R., Canto, R.B., Hild, F.. Cohesive properties of refractory castable at 600 °C: Effect of sintering and testing temperature. *Journal of the European Ceramic Society* 2022;42(14):6733–6749.
- [67] Vargas, R., Canto, R.B., Smaniotto, B., Hild, F.. Calibration of cohesive parameters for a castable refractory using 4D tomographic data and realistic crack path from in-situ wedge splitting test. *Journal of the European Ceramic Society* 2023;43(2):676–691.
- [68] Vargas, R., Zago, I.Z., Sciuti, V.F., Furlan, M., Angélico, R.A., Hild, F., et al. Multi-window setup for thermomechanical experiments assisted by DIC up to 900 °C. *Materials Research* 2024;27:e20240072.
- [69] Doitrand, A., Estevez, R., Thibault, M., Leplay, P.. Fracture and cohesive parameter identification of refractories by Digital Image Correlation up to 1200 °C. *Experimental Mechanics* 2020;60(5):577–590.
- [70] Miyaji, D.Y., Tonnesen, T., Rodrigues, J.A.. Fracture energy and thermal shock damage resistance of refractory castables containing eutectic aggregates. *Ceramics International* 2014;40(9, Part B):15227–15239.
- [71] Sakai, M., Ichikawa, H.. Work-of-fracture of brittle materials with microcrac-

- king and crack bridging. *International Journal of Fracture* 1992;:65–79.
- [72] Lawn, B.. *Fracture of brittle solids. (No Title)* 1993;:194.
- [73] Green, D.J., Hannink, R.H.J., Swain, M.V.. *Transformation Toughening of Ceramics*. Boca Raton, FL: CRC Press; 1989.
- [74] Faber, K.T., Evans, A.G.. *Crack deflection processes—i. theory*. *Acta Metallurgica* 1983;31(4):565–576. doi:10.1016/0001-6160(83)90046-9.
- [75] Bower, A.F.. *Applied mechanics of solids*. CRC press; 2009.
- [76] Bezerra, B., Da Luz, A.. *Comparative assessment of calcium aluminate cement and potassium-metakaolin-based geopolymer as binders in high-alumina refractories*. *Cerâmica* 2025;71.
- [77] Innocentini, M., Studart, A., Pileggi, R., Pandolfelli, V.. *How PSD affects permeability of castables*. *American Ceramic Society Bulletin* 2001;80:31–36.
- [78] Da Luz, A., Braulio, M., Tomba Martinez, A., Pandolfelli, V.. *Thermodynamic simulation models for predicting Al₂O₃-MgO castable chemical corrosion*. *Ceramics International - CERAM INT* 2011;37:3109–3116. doi:10.1016/j.ceramint.2011.05.049.
- [79] Réthoré, J., Roux, S., Hild, F.. *An extended and integrated digital image correlation technique applied to the analysis of fractured samples: The equilibrium gap method as a mechanical filter*. *European Journal of Computational Mechanics* 2009;18(3-4):285–306.
- [80] Tomičević, Z., Hild, F., Roux, S.. *Mechanics-aided digital image correlation*. *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design* 2013;48(5):330–343.
- [81] Sciuti, V.F., Hild, F., Pandolfelli, V.C., Santos, T., Smaniotto, B., Canto, R.B.. *Digital Image Correlation applied to in situ evaluation of surface cracks upon curing of MgO-containing refractory castables*. *Journal of the European Ceramic Society* 2021;41(1):1003–1014. doi:10.1016/j.jeurceramsoc.2020.04.055.