

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

**AVALIAÇÃO DO DANO POR CHOQUE TÉRMICO EM CONCRETOS
REFRATÁRIOS VIA ESPECTROSCOPIA ACÚSTICA RESSONANTE
NÃO-LINEAR**

Antônio Henrique Alves Pereira

SÃO CARLOS – SP

2012

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

AVALIAÇÃO DO DANO POR CHOQUE TÉRMICO EM CONCRETOS
REFRATÁRIOS VIA ESPECTROSCOPIA ACÚSTICA RESSONANTE
NÃO-LINEAR

Antônio Henrique Alves Pereira

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

Orientador: Prof. Dr. José de Anchieta Rodrigues
Agencia Financiadora: CNPq

SÃO CARLOS – SP
2012

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

P436ad

Pereira, Antônio Henrique Alves.

Avaliação do dano por choque térmico em concretos refratários via espectroscopia acústica ressonante não-linear / Antônio Henrique Alves Pereira. -- São Carlos : UFSCar, 2012.

86 f.

Tese (Doutorado) -- Universidade Federal de São Carlos, 2012.

1. Propriedades mecânicas. 2. Não-linearidade. 3. Choque térmico. 4. Concretos refratários. 5. Técnica de excitação por impulso. 6. Módulo de elasticidade. I. Título.

CDD: 620.11292 (20^a)

DEDICATÓRIA

Aos meus pais e à minha esposa, pelo apoio e incentivo que possibilitaram as condições e oportunidades para a realização deste projeto.

VITAE DO CANDIDATO

Mestre em Engenharia de Materiais pela UFSCar (2005), Bacharel em Física pela UFSCar (2002), Técnico em Eletrônica pelo Centro Técnico de Varginha (1997).

MEMBROS DA BANCA EXAMINADORA DA TESE DE DOUTORADO DE
ANTÔNIO HENRIQUE ALVES PEREIRA
APRESENTADA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS, UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO
CARLOS, EM 02 DE MARÇO DE 2012.

BANCA EXAMINADORA:



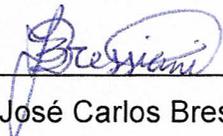
Prof. Dr. José de Anchieta Rodrigues
Orientador
(DEMa - UFSCar)



Prof. Dr. Alberto Moreira Jorge Júnior
(DEMa - UFSCar)



Prof. Dr. Edgar Dutra Zanotto
(DEMa - UFSCar)



Prof. Dr. José Carlos Bressiani
(IPEN)



Prof. Dr. Sebastião Ribeiro
(DEMAR/EEL - USP)

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. José de Anchieta Rodrigues pela oportunidade, orientação, confiança e autonomia.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais e à Universidade Federal de São Carlos pela oportunidade do doutorado.

Ao Prof. Dr. Rainer Telle e ao Dr.-Ing. Thorsten Tonnesen, do GHI-RWTH-Aachen, Alemanha, pela orientação durante o estágio no exterior.

Aos Professores Doutores Victor Carlos Pandolfelli, do DEMa-UFSCar e Carlos Maciel, da EESC-USP, pelo incentivo e apoio.

Aos colegas Alexandre Nascimento, Benjamin Schickle, Bruno Musolino, Caio Exposito, Caio Otofujii, Camila Tirapelli, Dan Miyaji, Gustavo Fortes, Leiliane Cossolino, Lígia Martins, Lucas Otani e Nicolas Traon que colaboraram de forma determinante para a realização deste trabalho.

Ao CNPq pela bolsa de doutoramento (processo 141868/2008-2), a CAPES pelo financiamento do estágio no exterior pelo programa PROBRAL (processo 258-07) e à FINEP pelo apoio financeiro (contrato 01.07.0383.00).

RESUMO

Nesta tese, a técnica de Espectroscopia Acústica Ressonante Não-linear (EARN) para a avaliação da não-linearidade mesoscópica foi incorporada à Técnica de Excitação por Impulso (TEI), que é largamente empregada na avaliação do dano por choque térmico de materiais refratários pela caracterização dos módulos elásticos dinâmicos. A motivação foi a constatação de não-linearidade mesoscópica em concretos refratários e o interesse por técnicas mais sensíveis para a detecção e avaliação do dano. Foi desenvolvido um aparato experimental capaz de avaliar a não-linearidade pela caracterização simultânea dos módulos elásticos dinâmicos e do amortecimento com diferentes amplitudes de excitação. O erro de medição do aparato, avaliado com a caracterização de sinais sintetizados, foi inferior a 0,05 % para a frequência, 3,3 % para o amortecimento e 2 % para a amplitude. A associação EARN-TEI foi empregada na avaliação da resistência ao dano por choque térmico de concretos refratários com agregados de alumina eletrofundida branca de tamanho máximo de 2,4 mm (A2) e 8,0 mm (A8) e de um concreto refratário com agregados de alumina tabular de tamanho máximo de 3 mm (AT). Mesmo com agregados diferentes, os concretos A2 e AT apresentaram resistência semelhante devido à configuração de trincas e microtrincas, que ocorreram na matriz. A associação EARN-TEI também foi empregada na avaliação de diferentes tipos de choque térmico e da influência da umidade. Os resultados indicaram que a causa primária do dano está no choque térmico por resfriamento e que a umidade tem influência significativa na caracterização das propriedades elásticas (até -9,4 % para o módulo de Young e +35 % para o amortecimento). As informações fornecidas pela medição da não-linearidade foram similares as da medição do módulo de Young, porém independentes de valores de referência. Isso permitiu a avaliação mais precisa da ocorrência do dano do que empregando apenas a TEI.

EVALUATION OF THERMAL SHOCK DAMAGE OF REFRACTORY CASTABLES USING THE NON-LINEAR RESONANT ACOUSTIC SPECTROSCOPY

ABSTRACT

In this thesis the Non-linear Resonant Acoustic Spectroscopy Technique used to evaluate the mesoscopic non-linearity was incorporated into the Impulse Excitation Technique, which is extensively applied to the evaluation of thermal shock damage of refractory castables by the characterization of dynamic elastic moduli. The motivation for this thesis was the mesoscopic non-linearity detection in refractory castables and the interest for more sensitive techniques for thermal shock damage assessment, as well as detecting cracks and microcracks. An experimental apparatus able to evaluate the non-linearity was developed, which allowed the simultaneous characterization of the dynamic elastic moduli and damping with different amplitudes of excitation. The apparatus error was evaluated using the characterization of synthesized signals and it is lower than 0.05 % for frequency, 3.3 % for damping and 2 % for amplitude. The technique association was applied to the evaluation of thermal shock damage resistance of refractory castables made with white fused alumina aggregates of 2.4 mm maximum size (A2) and of 8.0 mm maximum size (A8), and of a refractory castable made with tabular alumina aggregates of 3 mm maximum size (AT). The A2 castable showed similar thermal shock resistance to the AT one due to the configuration of cracks and microcracks, which occurred in the matrix. The technique association was also used to evaluate different thermal shock types and the moisture influence. The results showed that the primary source of damage is the thermal shock of cooling and that the moisture has a significant influence in the elastic property characterization (up to -9.4 % for the Young's modulus and +35 % for damping). The information provided using the non-linearity characterization was similar to the retained Young's modulus, however regardless of previous characterizations. This allowed a more accurate assessment of the damage than using the Impulse Excitation Technique alone.

PUBLICAÇÕES E PATENTES

Patentes (1):

PEREIRA, A.H.A.; MUSOLINO, B.; RODRIGUES, J.A.; TIRAPELLI, C. Medidor simultâneo de módulos elásticos e amortecimento pela técnica da excitação por impulso. Pedido de patente depositado junto ao INPI sob protocolo PI-1001949-9 em maio de 2010¹.

Publicações em periódicos internacionais (1):

PEREIRA, A.H.A.; OTANI, L.B.; RODRIGUES, J.A.; TRAON, N.; TONNESEN, T.; TELLE, R. The Influence of Nonlinear Elasticity on the Accuracy of Thermal Shock Damage Evaluation by the Impulse Excitation Technique. *Interceram*, v. 60, nº 6, p. 388-392, 2011.

Publicações aceitas por periódicos internacionais (1):

PEREIRA, A.H.A.; NASCIMENTO, A.R.C.; EXPOSITO, C.C.D.; MARTINS, L.T.; TONNESEN, T.; RODRIGUES, J.A. Elastic moduli, damping and modulus of rupture changes in a high alumina refractory castable due to different types of thermal shock. Aceito pelo *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio* em 19/12/2011.

Publicações em periódicos nacionais (2):

PEREIRA, A.H.A.; VENET, M.; TONNESEN, T.; RODRIGUES, J.A. Desenvolvimento de um equipamento para a caracterização não-destrutiva dos módulos elásticos de materiais cerâmicos em geral. *Cerâmica*, v. 56, p. 118-122, 2010.

PEREIRA, A.H.A.; FORTES, G.M.; SCHICKLE, B.; TONNESEN, T.; MUSOLINO, B.; MACIEL, C.D.; RODRIGUES, J.A. Correlation between changes in mechanical strength and damping of a high alumina refractory

¹ Esta patente foi licenciada pela UFSCar para a empresa ATCP Engenharia Física Ltda. em outubro de 2010.

castable progressively damaged by thermal shock. *Cerâmica*, v. 56, p. 311-314, 2010.

Publicações aceitas por periódicos nacionais (2):

CABRELON, M.D.; PEREIRA, A.H.A.; MEDEIROS, J.; RODRIGUES, J.A. Efeito do tempo de exposição a uma atmosfera coqueificante sobre a microestrutura e propriedades de um concreto refratário usado na indústria petroquímica. Aceito pela *Cerâmica* em 09/08/2011.

PEREIRA, A.H.A.; MUSOLINO, B.; MACIEL, C.D.; RODRIGUES, J.A. Algoritmo para determinação do amortecimento de materiais cerâmicos pela técnica das frequências naturais de vibração via excitação por impulso. Aceito pela *Cerâmica* em 22/08/2011.

Trabalhos completos publicados em anais de congressos internacionais (4):

PEREIRA, A.H.A.; FORTES, G.M.; RODRIGUES, J.A.; SCHICKLE, B.; TONNESEN, T. Study of the Young's modulus and damping changes in a refractory castable due to thermal shock damage. In: 11th UNITECR - Unified International Technical Conference on Refractories, 2009, Salvador - BA. Proceedings, p. 1-4, 2009.

PEREIRA, A.H.A.; NASCIMENTO, A.R.C.; EXPOSITO, C.C.D.; MARTINS, L. T.; RODRIGUES, J. A.; TONNESEN, T. Elastic moduli, damping and modulus of rupture changes in a refractory castable due to thermal shock damage. In: 52nd International Colloquium on Refractories, 2009, Aachen, Alemanha. Proceedings, p. 20-23, 2009.

PEREIRA, A.H.A.; NASCIMENTO, A.R.C.; OTANI, L.B., RODRIGUES, J.A. The Evaluation of Thermal Shock Damage in Refractory Castables through Non-Linear Resonance Acoustic Spectroscopy. In: 12th UNITECR Unified International Technical Conference on Refractories, 2011, Kyoto, Japão. Proceedings, manuscript 2-B1-5, 2011.

CABRELON, M.D.; PEREIRA, A.H.A.; MEDEIROS, J.; RODRIGUES, J.A. Thermo-Mechanical Study of a Refractory Castable for Petrochemical Riser. In:

12th UNITECR Unified International Technical Conference on Refractories, 2011, Kyoto, Japão. Proceedings, manuscript 31-A-1, 2011.

Trabalhos completos publicados em anais de congressos nacionais (4):

PEREIRA, A.H.A.; VENET, M.; TONNESEN, T.; RODRIGUES, J.A.; Desenvolvimento de um equipamento para a caracterização não-destrutiva dos módulos elásticos de materiais cerâmicos em geral. In: 53º Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2009, Guarujá - SP. Anais, p. 1-12, 2009.

PEREIRA, A.H.A.; NASCIMENTO, A.R.C.; MIYAJI, D.Y.; MARTINS, L.T.; RODRIGUES, J.A. Influência da umidade na caracterização do amortecimento e do módulo de Young dinâmico de um concreto refratário de alta alumina. In: 54º Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2010, Foz do Iguaçu - PR. Anais, p. 1186-1197, 2010.

PEREIRA, A.H.A.; RODRIGUES, J.A. Incerteza de medição do módulo de Young de materiais por métodos não-destrutivos adotando-se um valor estimado para a razão de Poisson. In: 19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência de Materiais - CBECiMat, 2010, Campos do Jordão - SP. Anais, p. 226-233, 2010.

MIYAJI, D.Y.; PEREIRA, A.H.A.; TONNESEN, T.; RODRIGUES, J.A. Energia de fratura de concretos refratários contendo agregados eutéticos eletrofundidos. In: 19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência de Materiais - CBECiMat, 2010, Campos do Jordão - SP. Anais, p. 1969-1977, 2010.

SUMÁRIO

	Pag.
BANCA EXAMINADORA.....	i
AGRADECIMENTOS.....	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT.....	vii
PUBLICAÇÕES E PATENTES.....	ix
SUMÁRIO.....	xiii
ÍNDICE DE TABELAS.....	xv
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xvii
SÍMBOLOS E ABREVIACÕES.....	xxi
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 REVISÃO DA LITERATURA.....	5
2.1 Fundamentos.....	5
2.1.1 Concretos refratários.....	5
2.1.2 Dano por choque térmico.....	6
2.1.3 Módulos elásticos.....	8
2.1.4 Amortecimento.....	11
2.1.5 Não-linearidade mesoscópica.....	14
2.1.6 Espectroscopia Acústica Ressonante Não-linear (EARN).....	16
2.2 Ensaios não-destrutivos para a avaliação de dano por choque térmico.....	17
2.2.1 Caracterização dos módulos elásticos dinâmicos.....	17
2.2.2 Caracterização do amortecimento.....	19
2.2.3 Caracterização da não-linearidade.....	21
2.3 Processamento de sinais.....	22
2.3.1 Transformada de Fourier e condicionamento de sinais.....	22
2.3.2 Componentes eletrônicos para o processamento de sinais.....	25
3 MATERIAIS.....	27
3.1 Formulação.....	27
3.2 Preparação.....	29

4	MÉTODOS.....	31
4.1	Desenvolvimento do aparato experimental.....	31
4.1.1	Sistema eletrônico.....	31
4.1.2	Software embarcado e processamento do sinal.....	36
4.1.3	Atuador eletromagnético ajustável.....	38
4.1.4	Suporte de corpos de prova.....	40
4.1.5	Câmara para controle de umidade.....	43
4.1.6	Forno instrumentado.....	43
4.2	Aplicação do dano por choque térmico.....	44
4.3	Caracterizações dos materiais.....	47
4.3.1	Módulo de ruptura.....	47
4.3.2	Módulo de Young dinâmico e amortecimento.....	48
4.3.3	Não-linearidade.....	48
4.3.4	Análise microestrutural.....	49
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	51
5.1	Validação da instrumentação.....	51
5.1.1	Precisão na determinação da amplitude e do amortecimento.....	51
5.1.2	Precisão na determinação da frequência.....	53
5.1.3	Precisão do controle da excitação do corpo de prova.....	54
5.2	Resultados das caracterizações.....	55
5.2.1	Influência do tipo de choque térmico.....	55
5.2.2	Influência da umidade.....	58
5.2.3	Avaliação da resistência ao dano por choque térmico.....	66
6	CONCLUSÕES.....	77
7	SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS.....	79
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	81

ÍNDICE DE TABELAS

	Pag.
Tabela 3.1 Formulação dos concretos A2 e A8.....	28
Tabela 3.2 Formulação do concreto AT.....	28
Tabela 4.1 Variações de temperatura de choque térmicos, ΔT , aplicadas em cada grupo de corpos de prova, para os materiais A2, A8 e AT.....	46
Tabela 5.1 Comparação entre a amplitude de sinais sintetizados e medidos.....	51
Tabela 5.2 Comparação entre o amortecimento de sinais sintetizados e o amortecimento medido com o sistema eletrônico desenvolvido.....	52
Tabela 5.3 Comparação entre a frequência de sinais sintetizados e medidos.....	53
Tabela 5.4 Valores do amortecimento e do módulo de Young antes (ao final da etapa 1, Figura 5.5) e após o ciclo de secagem com temperatura (ao final da etapa 4, Figura 5.5).....	63
Tabela 5.5 Valores do amortecimento e do módulo de Young antes e após o ciclo de secagem isotérmica com sílica-gel.....	65
Tabela 5.6 Valores de referência do módulo de Young e do amortecimento dos materiais A2, A8 e AT (grupo A, que não sofreu dano).....	69
Tabela 5.7 Valores de referência dos coeficientes de não-linearidade, α e β , dos materiais A2, A8 e AT (grupo A, que não sofreu dano).....	72
Tabela 5.8 Valores de referência do módulo de ruptura dos materiais A2, A8 e AT (grupo A, que não sofreu dano).....	72

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pag.
Figura 2.1 Modelo de um oscilador harmônico amortecido.....	12
Figura 2.2 Resposta do oscilador harmônico amortecido da Figura 2.1 a uma excitação por impulso no tempo $t=0$	14
Figura 2.3 Modelo de material que apresenta não-linearidade mesoscópica: agregados rígidos ligados por um sistema mais fraco com defeitos de comportamento histerético devido a diferença entre o atrito estático e dinâmico [19].....	15
Figura 2.4 Exemplo de um Processador Digital de Sinais (o mesmo utilizado no sistema eletrônico desenvolvido nesta tese).....	25
Figura 2.5 Exemplo de um Microcontrolador (o mesmo utilizado no sistema eletrônico desenvolvimento nesta tese).....	26
Figura 4.1 Sequência geral de passos para determinação das frequências pelo sistema eletrônico.....	32
Figura 4.2 Diagrama simplificado do emprego do sistema eletrônico....	33
Figura 4.3 Diagrama em blocos do sistema eletrônico desenvolvido....	33
Figura 4.4 Placa do sistema eletrônico desenvolvido, correspondente ao diagrama de blocos da Figura 4.3.....	34
Figura 4.5 Gabinete metálico e itens acessórios do sistema eletrônico desenvolvido.....	35
Figura 4.6 Painel frontal do gabinete metálico da Figura 4.5.....	35
Figura 4.7 Sistema eletrônico desenvolvido nesta tese em seu gabinete metálico.....	36
Figura 4.8 Fluxograma do núcleo do software embarcado [48].....	37
Figura 4.9 Ajuste de uma curva sobre a evolução temporal da amplitude de uma das frequências de um sinal acústico gerado por um corpo de prova [48].....	38
Figura 4.10 Controle eletrônico do atuador eletromagnético, e o próprio atuador.....	38

Figura 4.11	Amplitude da emissão acústica de um corpo de prova vs. a tensão de excitação aplicada ao atuador, para um tempo fixo de 30 ms...	39
Figura 4.12	Linhas nodais dos modos de vibração flexional fundamental (a) e torsional fundamental (b) de uma barra de secção transversal retangular [15].....	40
Figura 4.13	Vista em perspectiva do suporte de corpos de provas com posicionamento mecânico automático.....	41
Figura 4.14	Vista de topo do suporte de corpos de prova com fios posicionados para o modo flexional (a) e torsional (b).....	41
Figura 4.15	Detalhe do suporte de corpos de prova destacando os fusos com proporção de 0,224 entre os passos das roscas.....	42
Figura 4.16	Foto do suporte de corpos de prova construído com seus acessórios (atuador eletromagnético e sensor acústico).....	42
Figura 4.17	Câmara para a determinação dos módulos elásticos e do amortecimento em função da umidade.....	43
Figura 4.18	Forno instrumentado construído para a caracterização do módulo de Young e do amortecimento durante a secagem com temperatura. O círculo vermelho indica a armadilha para que a irradiação térmica não atinja o captador acústico.....	44
Figura 4.19	Aplicação do choque térmico de aquecimento ao ar e resfriamento em água: momento em que o corpo de prova está prestes a ser mergulhado em água em temperatura ambiente.....	45
Figura 4.20	Dispositivos empregados para a determinação do módulo de ruptura sob flexão em três pontos.....	47
Figura 5.1	Visualização gráfica do sinal sintetizado com 210 Hz e amortecimento de 0,2879.....	53
Figura 5.2	Módulo de Young retido percentual, E-retido, em função do tipo de choque térmico aplicado em grupos de três amostras do concreto AT (após 10 ciclos e ΔT de 1.100 °C) [54].....	56
Figura 5.3	Amortecimento em função do tipo de choque térmico aplicado em grupos de três amostras do concreto AT (após 10 ciclos e ΔT de 1.100 °C) [54].....	56

Figura 5.4	Módulo de ruptura em função do tipo de choque térmico aplicado em grupos de três amostras do concreto AT (após 10 ciclos e ΔT de 1.100 °C) [54].....	57
Figura 5.5	Ciclo de secagem com temperatura: (1) umidificação em atmosfera saturada , (2) secagem em condições ambiente, (3) secagem a 120 °C e (4) re-umidificação parcial em condições ambiente.....	60
Figura 5.6	Evolução do amortecimento (gráficos superiores) do concreto A8, com e sem dano, em função do tempo no ciclo de secagem por temperatura. O gráfico inferior mostra a temperatura em função do tempo.....	61
Figura 5.7	Evolução do módulo de Young (gráficos superiores) do concreto A8, com e sem dano, em função do tempo no ciclo de secagem com temperatura. O gráfico inferior mostra a temperatura em função do tempo.....	62
Figura 5.8	Amortecimento em função da temperatura durante o ciclo de secagem com temperatura (concreto A8).....	64
Figura 5.9	Evolução do módulo de Young e do amortecimento da amostra sem dano ao longo do ciclo de secagem isotérmica com sílica-gel.....	64
Figura 5.10	Evolução do módulo de Young e do amortecimento da amostra (concreto A8) com dano ao longo do ciclo de secagem com sílica-gel.....	65
Figura 5.11	Módulo de Young retido percentual em função da severidade do choque térmico (um único ciclo) para os materiais A2, A8 e AT.....	67
Figura 5.12	Variação percentual do amortecimento em função da severidade do choque térmico (um único ciclo) para os materiais A2, A8 e AT.....	68
Figura 5.13	Coeficiente de não-linearidade α em função da severidade do choque térmico (um único ciclo) para os materiais A2, A8 e AT.....	70
Figura 5.14	Coeficiente de não-linearidade β em função da severidade do choque térmico (um único ciclo) para os materiais A2, A8 e AT.....	71

Figura 5.15	Módulo de ruptura retido percentual, MOR-retido, em função da severidade do choque térmico (um único ciclo) para os materiais A2, A8 e AT.....	71
Figura 5.16	Microestrutura do concreto A2 após a sinterização.....	72
Figura 5.17	Microestrutura do concreto AT após a sinterização [61].....	73
Figura 5.18	Microestrutura do concreto AT após dano severo por choque térmico com variação de temperatura de 800 °C [61].....	73
Figura 5.19	Microestrutura do concreto A2 colorido com fucsina, após dano severo por choque térmico com variação de temperatura de 800 °C.....	74

SÍMBOLOS E ABREVIACÕES

A_0	Amplitude de vibração inicial.
B	Módulo elástico volumétrico.
c	Coefficiente de proporcionalidade / coeficiente de arraste.
C_1	Coefficiente de não-linearidade relativo a desvios de frequência.
C_2	Coefficiente de não-linearidade relativo a geração de harmônicas.
C_3	Coefficiente de não-linearidade relativo a desvios no amortecimento.
CaO	Óxido de cálcio.
d	Diâmetro do agregado.
dBV	Escala de tensão elétrica logarítmica referenciada em 1 Volt.
<i>DFT</i>	Discrete Fourier Transform.
E	Módulo de elasticidade / módulo de Young.
E_0	Módulo de elasticidade inicial do material.
EARN	Espectroscopia Acústica Ressonante Não-linear.
f	Frequência.
F	Força.
F_{max}	Carga máxima aplicada no ensaio para determinação do MOR.
f_{f1}	Frequência flexional fundamental.
f_0	Frequência de referência.
f_{tn}	Frequência de ressonância torsional de ordem n .
<i>FFT</i>	<i>Fast Fourier Transform</i> .
G	Módulo elástico de cisalhamento.
g_{eff}	Energia de fratura efetiva.
j	Número complexo unitário.
k	Constante de mola.
L	Comprimento do corpo de prova.
l_t	Comprimento de trinca.
l_{tf}	Comprimento de trinca final.
l_{t0}	Comprimento de trinca inicial.
m	Massa.
MEV	Microscopia eletrônica de varredura.
MOR	Módulo de ruptura.
n	Ordem da frequência de ressonância ou número do ponto da DFT ou número de ciclos de oscilação.
N	Número de trincas por volume ou número total de pontos da DFT.
q	Coefficiente de empacotamento de Andreasen.
R	Fator geométrico dependente da largura e espessura da amostra.
r^2	Coefficiente de determinação.
S	Distância entre os pontos de apoio no ensaio de MOR.
S_t	Tensão de ruptura.
T	Fator de correção de Pickett.

TEI	Técnica de Excitação por Impulso.
T_d	Período de oscilação.
t	Tempo.
t_h	Espessura do corpo de prova.
w	Largura do corpo de prova.
ω_d	Frequência natural amortecida.
ω_0	Frequência natural de vibração.
$W(n)$	Função ponderação.
V_{pp}	Volts de pico a pico.
x	Deslocamento.
\dot{x}	Velocidade.
\ddot{x}	Aceleração.
$x(n)$	Sinal discretizado.
$X(\kappa)$	Amplitude dos pontos de uma DFT.
Y	Distância entre a origem da trinca e o meio do corpo de prova no ensaio para determinação do MOR.
α	Coeficiente que descreve a razão entre o desvio percentual no módulo de Young e a variação na tensão de excitação do atuador.
α_l	Coeficiente de expansão térmica linear.
β	Coeficiente que descreve a razão entre o desvio percentual amortecimento e a variação na tensão de excitação do atuador.
δ	Variável auxiliar.
ε	Deformação mecânica.
ΔE	Variação do módulo de elasticidade / módulo de Young.
Δh_3	Amplitude do terceiro harmônico.
ΔT	Variação de temperatura do choque térmico.
ΔT_c	Variação de temperatura crítica.
ΔV	Variação da tensão de excitação do atuador eletromagnético.
$\Delta \varepsilon$	Variação da amplitude de vibração.
$\Delta \zeta$	Variação do amortecimento.
$\Delta\% (A-D)$	Variação percentual entre <u>A</u> ntes e <u>D</u> e pois.
ζ	Amortecimento.
ζ_0	Amortecimento de referência.
θ	Decremento logarítmico.
κ	Pontos da DFT.
ν	Razão de Poisson.
ρ	Densidade.
σ	Tensão mecânica.
φ	Fase inicial da vibração.
$\%-p$	Percentual em peso.

1 INTRODUÇÃO

A resistência ao dano por choque térmico é uma característica importante dos concretos refratários, uma vez que determina o desempenho e a vida útil destes materiais em várias aplicações. O emprego de técnicas mais sensíveis, mais precisas e não-destrutivas para a avaliação do dano e detecção da ocorrência de trincas e microtrincas é desejável para a pesquisa e para as indústrias, visto que avanços neste sentido facilitam o desenvolvimento e o controle de qualidade dos materiais refratários e colaboram com o entendimento das alterações microestruturais causadas pelo dano.

Nesta tese a técnica de Espectroscopia Acústica Ressonante Não-linear² (EARN) foi incorporada à Técnica de Excitação por Impulso (TEI) e avaliado o potencial desta associação para a caracterização do dano e detecção da ocorrência de trincas e microtrincas por choque térmico em concretos refratários de alta alumina com diferentes tipos e tamanhos de agregados. Os concretos caracterizados são de interesse tecnológico, sendo um deles comercial e os demais desenvolvidos no Grupo de Engenharia de Microestrutura de Materiais da UFSCar (GEMM).

A Técnica de Excitação por Impulso é largamente utilizada desde a década de 70, porém o emprego da EARN é novo para a área de refratários. A técnica EARN, desenvolvida por Abeele e colaboradores, consiste essencialmente em determinar o módulo de Young dinâmico e o amortecimento do corpo de prova em função da amplitude de vibração. Esta dependência, quando ocorre, consiste na não-linearidade mesoscópica e é intensamente influenciada pela ocorrência de trincas e microtrincas no material. A EARN tem sido aplicada em investigações geofísicas e de materiais para construção civil, e proporcionado resultados que apontam para a não-linearidade como um indicador sensível da presença de trincas e microtrincas, o que é muito interessante para a área de refratários, pelo fato destes serem empregados em condições usualmente sujeitas a choque térmico.

² Tradução livre de *Single Mode Nonlinear Resonance Acoustic Spectroscopy*.

Esta tese foi motivada pelo desejo no GEMM por desenvolver sua capacidade de caracterização não-destrutiva de materiais refratários, com vistas à avaliação mais eficiente da resistência ao dano por choque térmico de concretos refratários de interesse tecnológico. A aspiração inicial foi adquirir a competência de caracterizar o amortecimento, além dos módulos elásticos dinâmicos, pela Técnica de Excitação por Impulso. No entanto, por meio de testes e caracterizações preliminares realizados no início do doutorado, constatou-se a ocorrência de fenômenos de não-linearidade mesoscópica, até então reportados na literatura somente para rochas e materiais de construção civil. Foi conhecida, também, a Técnica de Espectroscopia Acústica Não-linear, desenvolvida para a caracterização da não-linearidade mesoscópica destes materiais (rochas e materiais de construção civil).

Esta confluência de aspirações e constatações se revelou uma oportunidade, que foi aproveitada pelo estabelecimento do objetivo principal de avaliar o potencial da associação da EARN com a TEI para a avaliação do dano por choque térmico e detecção da ocorrência de trincas e microtrincas em concretos refratários de alta alumina. Para se atingir este objetivo principal, os seguintes objetivos subsidiários foram estabelecidos:

- Desenvolver um aparato experimental que permita a medição dos módulos elásticos dinâmicos, do amortecimento e da não-linearidade e atenda os requisitos da norma ASTM E1876-07.
- Aprimorar a Técnica de Excitação por Impulso com a incorporação da técnica de Espectroscopia Acústica Ressonante Não-linear.
- Avaliar a resistência ao dano por choque térmico de concretos refratários de alta alumina com agregados de diferentes tipos e tamanhos.
- Avaliar a influência da umidade e do tipo de choque térmico na caracterização dos módulos elásticos dinâmicos e do amortecimento de concretos refratários de alta alumina.

A originalidade deste trabalho consiste no emprego da técnica de Espectroscopia Acústica Ressonante Não-linear para a detecção e avaliação

do dano por choque térmico de concretos refratários, e na associação desta técnica, que é nova, com a Técnica de Excitação por Impulso já bem estabelecida e largamente empregada em materiais refratários. As contribuições científicas consistem no aprofundamento do entendimento das consequências das alterações microestruturais causadas pelo dano por choque térmico para as propriedades elásticas de concretos refratários de alta alumina, e no aprofundamento do entendimento da influência do tipo de choque térmico e da umidade para caracterizações dos módulos elásticos dinâmicos e do amortecimento empregando a TEI.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Fundamentos

2.1.1 Concretos refratários

Os materiais cerâmicos refratários, que incluem os concretos refratários, são materiais capazes de resistir a altas temperaturas sem perder as propriedades mecânicas. Outras características determinantes destes materiais são a inércia química e a capacidade de proporcionar isolamento térmico. Os refratários são largamente empregados na indústria e estão presentes em todo processo que envolve altas temperaturas, por exemplo, na produção de metais, vidros e petroquímicos. Os materiais refratários podem ser classificados quanto ao método de fabricação (conformados ou monolíticos) e quanto à composição, que varia de acordo com a faixa de temperatura e com as características físico-químicas do material a ser processado [1].

A preparação e a aplicação de refratários monolíticos são realizadas com a adição de água e por meio de processos semelhantes aos empregados na construção civil, envolvendo, por exemplo, vibração, vertimento e projeção. Os refratários monolíticos, em especial os concretos refratários, apresentam vantagens interessantes frente aos conformados, em destaque, o menor custo, a inexistência de juntas, a facilidade de instalação e de realização de reparos a quente. Em função disso, ao longo das últimas décadas os refratários monolíticos vêm substituindo os conformados e se tornaram a principal opção em vários países [2].

Os concretos refratários são compostos por agregados e por uma matriz. Os agregados são partículas que podem ter vários centímetros e constituem a estrutura ou o “esqueleto” do material. A matriz, constituída pela fração fina e por agentes ligantes, preenche os espaços entre os agregados promovendo a ligação estrutural e a rigidez do material. Os concretos refratários podem ser classificados quanto ao teor de cimento em convencionais (quantidade de CaO acima de 2,5 %-p), de baixo teor de cimento (CaO entre 1,0 e 2,5 %-p), de ultra-baixo teor de cimento (CaO entre 0,2 e 1,0 %-p) e livres de cimento (CaO inferior a 0,2 %-p). Também são classificados quanto à forma de

aplicação/instalação como vibráveis, auto-escoantes, bombeáveis e projetáveis [2]. Os concretos refratários caracterizados nesta tese são vibráveis e de baixo teor de cimento.

Os concretos refratários podem ser preparados com diferentes tipos de agregados, matriz e aditivos, determinados em função da aplicação. Os concretos refratários avaliados nesta tese possuem alto percentual de alumina (>90 %-p) e baixo teor de cimento, e conseqüentemente um percentual reduzido de compostos que podem formar fase líquida em altas temperaturas, o que eleva a resistência a corrosão e a temperatura máxima de operação. O baixo teor de cimento associado à alta fração de alumina também reduz a concentração de água na preparação o que diminui a porosidade e permeabilidade do material, contribuindo assim para a melhoria das propriedades mecânicas [2].

2.1.2 Dano por choque térmico

O dano por choque térmico é a degradação das propriedades mecânicas de um material induzida por tensões de natureza térmica [3,4]. A degradação se dá por alterações microestruturais, principalmente pelo surgimento de trincas e microtrincas [3,5]. Nos concretos refratários, que são materiais compósitos com agregados dispersos em uma matriz [1], as trincas e microtrincas podem ser inter ou trans-granulares (com relação aos agregados), com densidade e comprimento médio dependente do projeto microestrutural, do histórico termomecânico e dos mecanismos de tenacificação do material [2,3].

2.1.2.1 Resistência ao dano por choque térmico

A resistência ao dano por choque térmico de um material refratário é a sua capacidade de resistir a tensões mecânicas induzidas por variações bruscas de temperatura, ou por gradientes desta, com a menor degradação possível de suas propriedades mecânicas [3,4]. Neste contexto, a nucleação e a evolução de trincas e microtrincas desempenham um papel fundamental, porque ao mesmo tempo em que causam a degradação da resistência mecânica também são responsáveis pela resistência ao dano ao consumirem a

energia elástica armazenada no material devido ao surgimento das tensões termomecânicas [5].

De acordo com a teoria unificada de Hasselman [5], a avaliação da resistência ao choque térmico de um material pode ser realizada de duas formas distintas: a primeira, pela capacidade do material em evitar a nucleação (surgimento) de trincas, e a segunda, pela capacidade do material de minimizar a propagação destas trincas quando a sua ocorrência é inevitável. Com essa teoria é possível estimar a variação de temperatura crítica (ΔT_c) para propagar uma trinca seja curta ou longa [5]. Para materiais com trincas curtas, ΔT_c é dado pela equação:

$$\Delta T_c = \sqrt{\frac{\pi g_{eff}(1-2\nu)^2}{2E_0\alpha_l^2(1-\nu^2)l_t}}, \quad (2.1)$$

em que E_0 é o módulo de elasticidade do material sem trincas, g_{eff} é a energia de fratura efetiva, α_l é o coeficiente de expansão térmica linear, ν é a razão de Poisson e l_t é o comprimento da trinca [5]. Para materiais com trincas longas, ΔT_c é dado pela equação:

$$\Delta T_c = \sqrt{\frac{128\pi g_{eff}(1-\nu)N^2l_t^5}{81E_0\alpha_l^2}}, \quad (2.2)$$

em que N é o número de trincas por unidade de volume [5].

O papel desempenhado pelas características das trincas e microtrincas nas equações (2.1) e (2.2) é notavelmente distinto. Na equação (2.1), ΔT_c é inversamente proporcional a raiz quadrada de l_t , ao passo que na equação (2.2), ΔT_c é proporcional a l_t elevado a potência 2,5. Na equação (2.1) importa somente o tamanho da trinca porque este determina a tensão de ruptura, já na equação (2.2) a densidade de trincas se torna importante por aumentar a capacidade de dissipar a energia elástica armazenada e, conseqüentemente, a resistência ao dano. Também é possível estimar o comprimento final, l_{tf} , de uma trinca curta após o dano por choque térmico pela seguinte equação [5]:

$$l_{tf} = \sqrt{\frac{3(1-2\nu)S_t^2}{8(1-\nu^2)l_{t0}N}}, \quad (2.3)$$

em que S_t é a tensão de ruptura e l_{t0} o comprimento de trinca inicial.

Os procedimentos para elevar a resistência ao choque térmico visando reduzir o dano são elaborados em torno da dinâmica das trincas e microtrincas, governadas em grande parte pelas equações (2.1), (2.2) e (2.3).

2.1.2.2 Avaliação do dano

A avaliação do dano por choque térmico é realizada usualmente com a medição do módulo de ruptura (MOR) e do módulo de Young dinâmico [6]. Estas propriedades são degradadas com a ocorrência de trincas e microtrincas que tornam o material mais fraco e menos rígido. As medições são realizadas em função do número de ciclos de choque térmico para uma determinada variação de temperatura e/ou em função da variação de temperatura para um único ciclo de choque térmico. Para a medida da resistência ao dano por choque térmico é usualmente utilizado o percentual retido do MOR e dos módulos elásticos. O percentual retido corresponde à parcela remanescente com relação ao valor inicial antes do material sofrer o dano.

2.1.2.3 Correlação do dano com o amortecimento e a não-linearidade

Da mesma forma que as trincas e microtrincas desempenham o papel central no que se refere ao dano e à resistência ao dano por choque térmico, também são determinantes para o amortecimento e para a não-linearidade. O atrito histerético que ocorre entre as superfícies das trincas eleva a dissipação de energia e o amortecimento em dependência da amplitude de vibração [7,8]. Portanto, no sentido inverso, a caracterização do amortecimento e da não-linearidade do amortecimento proporciona informações sobre a presença e a densidade de trincas, das quais depende a avaliação do dano ocorrido.

2.1.3 Módulos elásticos

Os módulos elásticos são parâmetros fundamentais para a engenharia e aplicação de materiais. Os módulos elásticos descrevem a relação entre tensão e deformação no regime elástico. No caso de materiais isotrópicos, os módulos são o de Young (uniaxial), E , o de cisalhamento, G , o volumétrico, B , e a razão de Poisson, ν . Em particular, no caso da razão de Poisson, a relação estabelecida não é entre tensão e deformação, mas sim entre deformações ortogonais [9]. Com o dano por choque térmico e a ocorrência de trincas e

microtrincas a rigidez do material é reduzida, e conseqüentemente, os módulos elásticos.

2.1.3.1 Métodos de medida dos módulos elásticos

Existem diversos métodos para a medida dos módulos elásticos, que podem ser divididos em dois grupos principais: os métodos estáticos e os dinâmicos [9,10]. O princípio dos métodos estáticos consiste em submeter o corpo de prova a uma tensão mecânica (σ), que pode ser de tração, compressão, torção ou flexão e medir as deformações (ε) sofridas pelo corpo em função da tensão aplicada. A partir de σ e ε calculam-se os módulos [9]. O princípio dos métodos dinâmicos consiste em calcular os módulos elásticos a partir das frequências naturais de vibração do corpo de prova, ou da velocidade de propagação de ondas acústicas através deste corpo [9,11,12]. Estas frequências e velocidades, em conjunto com as dimensões e massa do corpo de prova, possuem uma relação unívoca com os módulos elásticos.

Os métodos dinâmicos, em particular os baseados nas frequências naturais de vibração, possuem a vantagem de aplicar baixas cargas mecânicas, serem rápidos, não-destrutivos e adequados para uma gama ampla de geometrias e tamanho de amostras (barras, placas, discos e cilindros, com dimensões e peso variando da ordem de centímetros e gramas até metros e toneladas) [10]. Nesta tese foi utilizado o método dinâmico da excitação por impulso [13]. Os métodos dinâmicos são adiabáticos enquanto os estáticos são isotérmicos, o que pode levar a diferenças de até +0,5% para metais [10]. Os módulos dinâmicos são usualmente maiores do que os estáticos porque o período de tempo característico da vibração empregada nos métodos dinâmicos é usualmente inferior a 1 ms, o que não permite a manifestação de mecanismos anelásticos com tempo de relaxação superior a 1 ms.

O método ultra-sônico por pulso-eco pode ser considerado uma variação dos métodos dinâmicos baseada na velocidade de propagação de uma onda acústica de alta frequência. Esta variação é menos utilizada na medição dos módulos elásticos de concretos refratários devido às restrições do uso em altas temperaturas, a dispersão do ultra-som pela microestrutura grosseira e a maior

incerteza dos resultados quando não se conhece a razão de Poisson do material e não é prático medi-la [10,14].

2.1.3.2 Métodos dinâmicos ressonantes e equações para os cálculos

Na Técnica de Excitação por Impulso, o corpo de prova sofre um impacto de curta duração de um bastão ou esfera de aço que o induz a uma resposta acústica; esta resposta acústica revela as frequências naturais de vibração do corpo de prova [13]. Considerando corpos de prova no formato de barras com seção transversal retangular, podem ocorrer os modos naturais de vibração: longitudinal, flexional e torsional. Os dois primeiros permitem o cálculo do módulo de Young e o último possibilita a determinação do módulo de cisalhamento e da razão de Poisson. Para os cálculos dos módulos elásticos foram empregadas equações matemáticas bem estabelecidas [11,12], propostas pelas normas aplicáveis [13]. Estas equações são descritas a seguir:

Barras retangulares excitadas em torção

Este modo de vibração permite calcular o módulo de cisalhamento que é necessário para o cálculo da razão de Poisson e refinamento do cálculo do módulo de Young. A correlação entre a frequência de ressonância torsional com o módulo de cisalhamento é expressa como [11]:

$$G = \rho \left(\frac{2Lf_{tn}}{n} \right)^2 R, \quad (2.4)$$

em que f_{tn} é a frequência de ressonância torsional de ordem n , L é o comprimento da barra, n é a ordem da frequência de ressonância, ρ é a densidade da amostra e R é um fator de correção que depende da relação entre a largura e espessura do corpo de prova [11].

Barras retangulares excitadas em flexão

O modo de vibração flexional é um pouco mais complexo, uma vez que a frequência de ressonância é afetada pelo comprimento do corpo de prova, pela seção transversal e pela razão entre os dois. De acordo com o modelo de Pickett [11], o módulo de Young pode ser calculado pela equação:

$$E = 0,94642 \frac{\rho L^4}{t_h^2} f_{f1}^2 T, \quad (2.5)$$

em que f_{r1} é a frequência de ressonância flexional fundamental, t_h é a dimensão da seção transversal paralela à direção de vibração e T é um fator de correção (fator de Pickett) para o modo flexional fundamental que depende da razão de Poisson. A equação (2.5) é precisa para barras longas e finas, porém o erro aumenta conforme aumenta a razão t_h/L . Para amostras espessas com $t_h/L \sim 0,4$, o erro estimado é de aproximadamente $\pm 1\%$ [10].

Para um material isotrópico e no regime elástico, uma vez conhecido o módulo de Young e o módulo de cisalhamento, pode-se obter a razão de Poisson e refinar o valor de E pela seguinte equação:

$$\nu = \frac{E}{2G} - 1 \quad (2.6)$$

A correlação entre E , G e ν é dada por uma equação transcendental que os tornam interdependentes pelos fatores geométricos R e T . A solução é simples, porém depende de um algoritmo computacional iterativo [13].

2.1.4 Amortecimento

O amortecimento é o fenômeno pelo qual a energia mecânica de um sistema vibratório é dissipada. A conversão da energia mecânica em térmica ocorre por atrito [15]. A determinação do amortecimento de materiais e estruturas já é bem estabelecida e de grande importância para diversas áreas como engenharias civil, mecânica, acústica e análise de vibrações; também possui aplicações em outras áreas, por exemplo, na engenharia de materiais refratários [16,17].

2.1.4.1 Tipos de amortecimento

Ocorrem três formas principais de dissipação de energia em um sistema oscilatório: interno, estrutural e por arraste fluídico [15]. A caracterização do sistema é importante para entender como a energia mecânica é dissipada e sua dependência com a velocidade e com a amplitude de vibração. Um modelo de amortecimento apropriado deve ser escolhido para representar essa dissipação de energia mecânica e permitir o cálculo de parâmetros comparativos de amortecimento.

Nesta tese, o tipo de amortecimento relevante é o interno, associado a trincas e a microtrincas. Seguindo a tendência indicada pela literatura técnica

[15,18] e visando garantir a credibilidade dos métodos numéricos, foi escolhido o modelo viscoelástico equivalente. Neste modelo, parte-se do pressuposto que a natureza do amortecimento é viscosa e a força de atrito é proporcional à velocidade [15], tendo-se em mente que os resultados encontrados podem ser dependentes da frequência e das dimensões do corpo de prova.

2.1.4.2 Modelo de amortecimento viscoelástico equivalente

Neste modelo, a força de atrito responsável pelo amortecimento é diretamente proporcional a velocidade sendo descrita pela equação [15]:

$$F = -c\dot{x} \quad , \quad (2.7)$$

sendo c uma constante de proporcionalidade, x o deslocamento de uma massa m em relação a um ponto fixo e \dot{x} a sua velocidade.

Para compreensão e desenvolvimento matemático, pode-se imaginar um sistema massa-mola amortecido com um grau de liberdade como ilustrado na Figura 2.1. Nessa figura, m representa a massa, k é a constante elástica da mola e c é o coeficiente de arraste viscoso. Esse sistema é descrito pela seguinte equação diferencial:

$$m\ddot{x} + c\dot{x} + kx = 0 \quad . \quad (2.8)$$

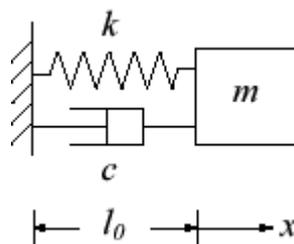


Figura 2.1 Modelo de um oscilador harmônico amortecido.

Reorganizando a equação (2.8) e estabelecendo os parâmetros ω_0 e ζ como

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}} \quad \text{e} \quad \zeta = \frac{c}{2\sqrt{km}} \quad , \quad (2.9)$$

obtem-se:

$$\ddot{x} + 2\zeta\omega_0\dot{x} + \omega_0^2x = 0 \quad , \quad (2.10)$$

em que o parâmetro ω_0 é chamado de frequência natural de vibração, em radianos por segundo e ζ é a taxa de amortecimento ou apenas

amortecimento. Continuando, pode-se encontrar a solução da equação (2.10) assumindo que:

$$x = A_0 e^{j\delta t}, \quad (2.11)$$

em que j é o número complexo unitário, δ é uma variável auxiliar e t é o tempo. Substituindo x da equação (2.11) na equação (2.10), chega-se na solução para a variável auxiliar δ :

$$\delta = \omega_0(-\zeta \pm \sqrt{\zeta^2 - 1}). \quad (2.12)$$

O comportamento descrito pelo sistema acima depende da solução de δ , sendo que as maiores diferenças no comportamento aparecem dependendo se δ tem duas soluções reais ($\zeta > 1$), uma solução real ($\zeta = 1$) ou duas soluções complexas ($0 \leq \zeta < 1$). Para os casos de $\zeta \geq 1$ o sistema é chamado de sobre-amortecido (duas soluções reais) e criticamente amortecido (uma solução real). Em ambos os casos, não é oscilatório e quanto maior o amortecimento, maior o tempo para o sistema retornar ao seu estado de repouso [15]. A solução para o caso de $0 \leq \zeta < 1$, também chamado de sub-amortecido, pode ser descrita genericamente como:

$$x(t) = A_0 \cdot e^{-\zeta\omega_0 t} \cdot \cos(\omega_d t + \varphi), \quad (2.13)$$

em que A_0 é a amplitude inicial de vibração, φ é a fase inicial da vibração e ω_d é chamada de frequência natural amortecida e é dada por:

$$\omega_d = \omega_0 \sqrt{1 - \zeta^2}, \quad (2.14)$$

e o período da oscilação por:

$$T_d = \frac{2\pi}{\omega_d}. \quad (2.15)$$

É importante destacar que este modelo é válido para sistemas com um grau de liberdade e sistemas de múltiplos graus de liberdade independentes/desacoplados.

2.1.4.3 Obtenção experimental do amortecimento

Existem diversas maneiras para a determinação do amortecimento. Nesta tese, foi utilizado o método do decremento logarítmico pela compatibilidade com a Técnica de Excitação por Impulso. A seguir são apresentados os principais passos para a obtenção do amortecimento por este

método a partir da resposta a uma excitação por impulso (Figura 2.2) do modelo do oscilador amortecido apresentado na secção anterior (Figura 2.1).

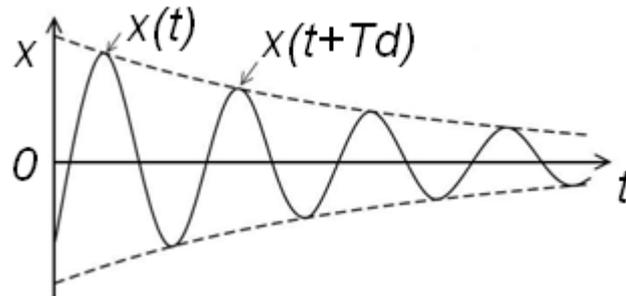


Figura 2.2 Resposta do oscilador harmônico amortecido da Figura 2.1 a uma excitação por impulso no tempo $t=0$.

Considere que no momento $t=0$ foi aplicado um impulso no oscilador da Figura 2.1, que a partir daí vibra com amplitude decrescente, por causa do amortecimento, até atingir o repouso novamente. Pode-se calcular a proporção entre as amplitudes de dois pontos distantes de um período, considerando que o sinal obedece a equação (2.13), o que resulta em:

$$\frac{x(t)}{x(t+T_d)} = e^{\zeta\omega_0 T_d} \quad (2.16)$$

Substituindo-se as equações (2.14) e (2.15) na equação (2.16) e reorganizando-a para n ciclos de vibração, obtêm-se:

$$\theta = \frac{1}{n} \ln \left(\frac{x(t)}{x(t+nT_d)} \right) \quad (2.17)$$

em que θ é o chamado decremento logarítmico. A variável θ , calculada a partir da taxa de atenuação do sinal, está correlacionada com o amortecimento pela equação [15]:

$$\zeta = \frac{\theta}{\sqrt{4\pi^2 + \theta^2}} \quad (2.18)$$

2.1.5 Não-linearidade mesoscópica

A não-linearidade das propriedades elásticas de um sólido pode ser classificada em dois tipos: clássica e não-clássica ou mesoscópica. A diferença essencial entre estes dois tipos consiste na intensidade e origem da não-linearidade. A clássica se deve a componentes não-harmônicos da resposta elástica da rede cristalina ou das moléculas de um sólido, com origem última no

potencial interatômico [8]. Neste caso, a não-linearidade é relativamente pequena visto que as forças intermoleculares ou interatômicas são intensas. Por outro lado, a não-linearidade mesoscópica é mais intensa e tem origem na microestrutura do material, principalmente nos defeitos que apresentam movimento relativo e comportamento histerético, por exemplo, paredes de uma trinca com coeficientes de atrito estático e dinâmico diferentes [8,19-21]. Materiais formados por grãos ou agregados de alta rigidez ligados por uma matriz menos resistente (vide modelo da Figura 2.3), como é o caso das rochas e dos materiais refratários, tendem a apresentar forte não-linearidade, que aumenta com a ocorrência de trincas e microtrincas devido às superfícies atritantes [19,22].

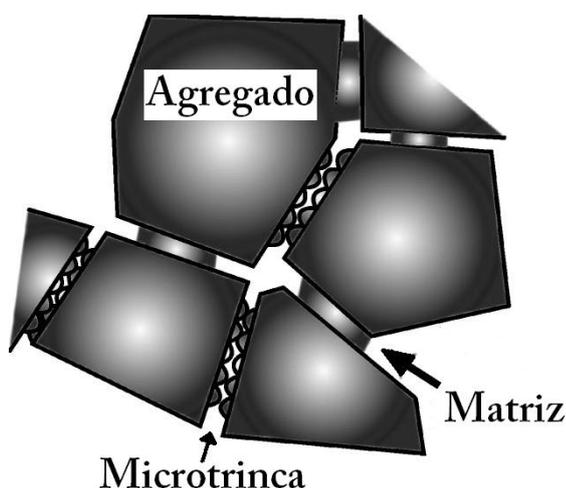


Figura 2.3 Modelo de material que apresenta não-linearidade mesoscópica: agregados rígidos ligados por um sistema mais fraco com defeitos de comportamento histerético devido a diferença entre o atrito estático e dinâmico [19].

2.1.5.1 Indicadores de não-linearidade mesoscópica

A não-linearidade mesoscópica se manifesta de vários modos. A seguir são apresentados os indicadores mais relevantes no contexto desta tese.

- **Desvio de frequência:** Consiste na redução das frequências de ressonância do corpo de prova em função do aumento da amplitude de

vibração (os módulos elásticos são calculados por meio destas frequências) [19].

- **Dissipação não-linear:** Consiste no aumento do amortecimento do corpo de prova em função do aumento da amplitude de vibração [19].
- **Influência da umidade:** A presença de umidade modifica o atrito interno reduzindo a rigidez e elevando o amortecimento do material [25].

No caso da avaliação do dano por choque térmico em materiais refratários, a consideração destes desvios também é importante porque eles podem comprometer a reprodutibilidade de ensaios e medidas comparativas, como será apresentado na secção 5.2.2 Influência da umidade. Os módulos elásticos são proporcionais às frequências de ressonância e são afetados pelos desvios destas frequências (vide equações 2.4 e 2.5).

2.1.6 Espectroscopia Acústica Ressonante Não-linear (EARN)

Características mesoscópicas causam efeitos não-lineares significativos nas propriedades elásticas. A EARN quantifica esta não-linearidade pelo desvio da frequência de ressonância e do amortecimento em função da amplitude de vibração [23,24]. Vale lembrar que há uma relação unívoca entre as frequências de ressonância e os módulos elásticos dinâmicos (vide equações 2.4 e 2.5).

Os principais parâmetros que caracterizam a não-linearidade mesoscópica são o desvio de frequência, a variação de amplitude do terceiro harmônico em relação ao quadrado da variação da amplitude de vibração ($\Delta\varepsilon$) e a alteração do amortecimento [19], que são expressos, nessa ordem, pelas equações a seguir. Desvio de frequência:

$$C_1 = \frac{f_0 - f}{f_0} \left(\frac{1}{\Delta\varepsilon} \right), \quad (2.19)$$

variação de amplitude do terceiro harmônico:

$$C_2 = \Delta h_3 \left(\frac{1}{\Delta\varepsilon^2} \right) \quad \text{e} \quad (2.20)$$

desvio do amortecimento:

$$C_3 = \frac{\zeta_0 - \zeta}{\zeta_0} \left(\frac{1}{\Delta\varepsilon} \right). \quad (2.21)$$

Os coeficientes, C_1 , C_2 e C_3 estão diretamente correlacionados com os coeficientes de não-linearidade da equação constitutiva para a relação força-deformação de materiais que apresentam histerese mecânica [19]. Por comparação, no caso da não-linearidade clássica, de origem atômica ou molecular, o desvio de frequência não é linear e a amplitude do terceiro harmônico varia com o cubo da amplitude. Nos materiais que apresentam não-linearidade mesoscópica, a não-linearidade clássica persiste, porém é desprezada nos cálculos por ser muito inferior à mesoscópica.

Do ponto de vista experimental, a EARN consiste em excitar o corpo de prova com diferentes amplitudes na sua frequência natural de vibração mais baixa e monitorar o desvio de frequência, da amplitude das harmônicas e do amortecimento em função da amplitude de excitação [23,24].

2.2 Ensaios não-destrutivos para a avaliação do dano por choque térmico

2.2.1 Caracterização dos módulos elásticos dinâmicos

O desenvolvimento dos métodos não-destrutivos dinâmicos³ para a caracterização dos módulos elásticos foi motivado pela dificuldade de se obter estes parâmetros de forma confiável por meio de ensaios mecânicos estáticos, principalmente para materiais frágeis e multifásicos [9].

O primeiro método dinâmico de aplicação prática foi desenvolvido por Förster em 1937 [26]. Neste método, uma barra de seção retangular do material a ser caracterizado é dependurada por dois fios, estando um dos fios conectados a um atuador e o segundo a um sensor. As frequências de ressonância são determinadas com uma excitação senoidal de frequência variável associada à observação do pico de resposta da amostra captado pelo sensor. Este método ainda é utilizado principalmente para ultra-altas temperaturas em atmosfera controlada [27]. Outros métodos surgiram na mesma época, porém não eram práticos pela necessidade de aplicação de alta tensão elétrica e de fixação de partes metálicas no corpo de prova [28].

³ Neste contexto a descrição “métodos dinâmicos” é equivalente a “métodos ressonantes” e não engloba os métodos ultra-sônicos por pulso-eco.

Os fundamentos matemáticos para os cálculos dos módulos elásticos dinâmicos com precisão foram desenvolvidos entre as décadas de 1940 e 1960. Pickett [11] apresentou em 1945 as equações para o cálculo dos módulos elásticos e da razão de Poisson a partir dos modos de vibração fundamentais. As equações propostas por Pickett contam com fatores de correção empíricos para barras e cilindros com baixa razão de aspecto. Em 1960, Kaneko [12] apresentou um refinamento para as equações de Pickett generalizando-as para modos de vibração de qualquer ordem, e não apenas para os modos fundamentais.

Nas décadas de 1960 e 1970 foram desenvolvidos a Técnica de Excitação por Impulso e o equipamento Grindosonic [29], uma importante inovação que popularizou a caracterização dos módulos elásticos dinâmicos e estendeu o método para o campo do controle de qualidade e inspeção. Neste método, a partir de determinadas condições de contorno mecânicas, o corpo de prova é excitado em um determinado modo de vibração por uma pancada. O equipamento Grindosonic capta esta vibração com um sensor piezoelétrico ou microfone e informa ao usuário a respectiva frequência, a partir da qual são calculados os módulos. O equipamento Grindosonic é comercializado com as mesmas funcionalidades até o presente momento, principalmente pela independência do uso de um computador dedicado.

Inicialmente aplicado na caracterização de cerâmicas técnicas na década de 1950, os métodos dinâmicos logo se estenderam aos abrasivos e aos refratários [30] e se consolidaram como importante recurso de avaliação não-destrutiva das características mecânicas após verificação de proporcionalidade entre o módulo de Young dinâmico e a resistência mecânica (MOR) [6]. Antes dos métodos dinâmicos, a caracterização dos módulos elásticos de materiais refratários era especialmente difícil porque além de frágeis são de microestrutura grosseira, o que dificulta a medição quase-estática e a aplicação da técnica não-destrutiva de pulso-eco.

Dada a importância assumida, os procedimentos de caracterização não-destrutivos pelos métodos dinâmicos foram normatizados [13] e realizados

esforços interlaboratoriais para a normatização [31], além da elaboração de estudos e guias de boas práticas de caracterização [9,10].

Na década de 1990 foram desenvolvidos, e atualmente estão sendo aperfeiçoados, sistemas de medição automatizados para a caracterização dos módulos elásticos de materiais refratários em função do tempo e da temperatura [18,27]. Estes sistemas são baseados em computador e apresentam vantagens frente ao tradicional Grindosonic, principalmente na discriminação das frequências. Contudo, não o substituiu devido à inconveniência do computador pessoal (PC) para determinadas aplicações industriais em que as medições devem ser práticas e rápidas.

O hardware do aparato experimental desenvolvido nesta tese de doutorado foi projetado para unir a capacidade de discriminação de frequência dos sistemas baseados em PC às conveniências da alternativa “stand alone” representada pelo Grindosonic para a caracterização dos módulos elásticos dinâmicos, em especial o módulo de Young.

2.2.2 Caracterização do amortecimento

A medida do amortecimento ou atrito interno é normalmente associada ao estudo de metais pelo sistema de pêndulo de torção desenvolvido por Kê [32] na década de 1940 e pelas suas variações. Neste sistema, o amortecimento é calculado a partir do decremento logarítmico da amplitude de torção, e o módulo de Young a partir da frequência de ressonância. A caracterização do amortecimento em metais permite a investigação de processos de difusão, de defeitos e de transições de fase. Contudo, o método do pêndulo de torção não é facilmente aplicável a materiais que não podem ser conformados como fios ou bastões finos, por exemplo, os concretos refratários.

Para a caracterização do amortecimento de materiais que não são conformáveis como fios ou bastões finos, o método dinâmico ou ressonante desenvolvido por Förster (descrito na secção anterior) é mais adequado, apesar da incerteza adicionada pela influência dos fios nos quais o corpo de prova é dependurado [33]. O amortecimento neste método é obtido a partir da largura dos picos de ressonância em meia potência [15], tarefa

conceitualmente simples, mas que na ausência de auxílio computacional é trabalhosa.

Até a década de 1990 os principais trabalhos relacionados ao amortecimento de materiais com microestrutura grosseira foram realizados sobre concretos e argamassas para construção civil, dada a importância do amortecimento estrutural para garantir a segurança no caso de abalos sísmicos. Quanto menor o amortecimento de uma edificação, maior será a amplitude de vibração induzida pelo abalo e, conseqüentemente, a chance de falha. Nestes trabalhos é destacada a influência de trincas e microtrincas no amortecimento [34-38]. No estudo de concretos refratários, destaca-se até a década de 1990 o trabalho de Coppola [16] em que o amortecimento de refratários de carbetão de silício foi caracterizado pelo método de Förster.

Pela praticidade de uso, a Técnica de Excitação por Impulso e o sistema Grindosonic prevaleceram sobre o método de Förster na caracterização dos módulos elásticos na área de materiais cerâmicos e refratários. Mas, se por um lado esta técnica facilitou a caracterização dos módulos elásticos destes materiais, por outro, criou um obstáculo para a caracterização do amortecimento, visto que na Técnica de Excitação por Impulso é necessário um conjunto de equipamentos adicionais para gravação e processamento do sinal ou um sistema eletrônico embarcado com esta capacidade para se calcular o amortecimento pelo método do decremento logarítmico. Pelo método de Förster estes procedimentos são custosos, mas viáveis manualmente. Existe uma afinidade natural entre a técnica de caracterização dos módulos elásticos por varredura em frequência (método de Förster) e o método da largura de banda para a obtenção do amortecimento. Da mesma forma há entre a Técnica de Excitação por Impulso (Grindosonic) com o método do decremento logarítmico. Nos dois casos, a resposta da amostra, seja por varredura ou por impulso, contém as informações necessárias para o cálculo dos módulos elásticos e amortecimento. No entanto, o cálculo do amortecimento demanda processamento de sinais e capacidade computacional mais avançados, principalmente no caso do decremento logarítmico.

Somente na década de 1990, com a popularização dos computadores, surgiram soluções baseadas em PC para a caracterização simultânea do amortecimento e dos módulos elásticos pela Técnica de Excitação por Impulso [18,28]. Hoje estas técnicas coexistem com o Grindosonic, que apesar das limitações, é mais adequado para aplicações em que um computador associado ao sistema de medição não é bem vindo. Com o desenvolvimento dos sistemas de medição integrados dos módulos elásticos e do amortecimento, diversos trabalhos relacionados a concretos têm sido realizados aproveitando as vantagens proporcionadas por esta associação. Nestes trabalhos [16,17,34-38] é investigada a evolução de trincas e microtrincas devido ao dano por choque térmico, a transformações de fase e a sobrecarga. Também há potencial de aplicação na investigação de processos de *self-healing*, comportamento da fase vítrea e de identificação do limite de validade da extensão dos valores dos módulos elásticos dinâmicos para as condições estáticas.

O aparato experimental desenvolvido nesta tese para a caracterização dos módulos elásticos empregando a TEI é capaz de obter simultaneamente o amortecimento pelo método do decremento logarítmico, unindo assim a praticidade do equipamento Grindosonic com o poder de processamento das soluções baseadas em computadores pessoais.

2.2.3 Caracterização da não-linearidade

Os experimentos sobre efeitos não-lineares em sólidos começaram na década de 1950. Segundo Johnson e Guyer [8], experiências sobre a geração de harmônicos em cristais foram realizadas por Zarembo e Krasilnikov na Rússia e por Breazeale nos Estados Unidos, nas quais foram observadas não-linearidades anormais e histereses que não poderiam ser explicados pela teoria da não-linearidade clássica.

Recentemente, tem-se feito uso em várias aplicações dos efeitos acústicos não-lineares, por exemplo, em ensaios não-destrutivos de rochas e concretos [7,19,24]. Nestes estudos é reportada uma forte influência da ocorrência de trincas, microtrincas e da microestrutura na não-linearidade não-clássica.

A quantificação da não-linearidade pode ser realizada pelos coeficientes C_1 e C_3 (Equações 2.19 e 2.21), que avaliam a redução percentual da rigidez do material e o aumento do amortecimento em função da amplitude de vibração. Esta quantificação, quando realizada pelos métodos dinâmicos ressonantes, consiste na Espectroscopia Acústica Ressonante Não-linear, EARN. A instrumentação comercial disponível até o presente momento poderia ser empregada na avaliação da não-linearidade, pelo menos para a determinação do coeficiente C_1 relacionado à variação da rigidez. Contudo, este potencial ainda não foi explorado por não se ter percebido a ocorrência da não-linearidade nos materiais refratários. Pelo menos não foram encontrados relatos na literatura.

O aparato experimental desenvolvido neste trabalho de doutorado foi projetado para possibilitar a avaliação da não-linearidade com a realização da EARN com praticidade com o uso de um atuador eletromagnético ajustável.

2.3 Processamento de sinais

2.3.1 Transformada de Fourier e condicionamento de sinais

A Transformada de Fourier é uma transformada integral que expressa uma função em termos de uma somatória de funções senoidais multiplicadas por coeficientes que correspondem à amplitude das frequências presentes no sinal [39]. A Transformada de Fourier está para o processamento de sinais como um prisma está para um espectrofotômetro. Empregando a transformada de Fourier é possível analisar sinais para a identificação das frequências presentes, respectivas amplitudes e dependência temporal destas amplitudes.

Como a Técnica de Excitação por Impulso e a Técnica de Espectroscopia Acústica Ressonante Não-linear lidam, justamente, com a determinação das frequências presentes na resposta acústica de corpos de prova e com a variação da amplitude destas frequências, a Transformada de Fourier foi a principal ferramenta matemática empregada no software embarcado do sistema eletrônico desenvolvido neste trabalho.

Existem variações da Transformada de Fourier que facilitam a construção dos algoritmos computacionais. Para sinais que podem ser representados por

uma sequência de pontos de tamanho finito, que é o caso, há uma alternativa para a representação de Fourier conhecida como *Discrete Fourier Transform (DFT)* [39]. A *DFT* é uma sequência, e não uma função de variável contínua, e corresponde a amostras igualmente espaçadas no domínio da frequência. A *DFT* de um sinal discretizado $x(n)$ e de comprimento N é dada pela seguinte equação [39]:

$$X(\kappa) = \sum_{n=0}^{N-1} x(n) e^{-\frac{2\pi j}{N}\kappa n}, \quad n = 0, 1, 2, \dots, N - 1, \quad (2.22)$$

em que κ são os pontos da transformada e $X(\kappa)$ a amplitude da transformada para cada ponto. A *DFT* é de fundamental importância para os sistemas eletrônicos devido à existência de algoritmos capazes de computá-la de maneira eficiente, por exemplo, a *Fast Fourier Transform (FFT)* [40]. A *Fast Fourier Transform* ou Transformada Rápida de Fourier é o nome dado ao conjunto de algoritmos que realizam a computação da *DFT* de forma rápida. O desenvolvimento desses algoritmos iniciou-se em 1965, a partir do trabalho de Cooley e Tukey [41].

2.3.1.1 Transformada Rápida de Fourier (FFT)

A razão da eficiência dos algoritmos para a realização da *FFT* está em aproveitar a função exponencial $e^{-\frac{2\pi j}{N}\kappa n}$ de forma a se obter pontos igualmente espaçados no círculo unitário do plano dos complexos. Com isso, é possível aperfeiçoar o algoritmo de cálculo lançando mão das simetrias e periodicidades desde que N seja uma potência binária [40].

2.3.1.2 Espectro de magnitudes

A saída da *FFT* está contida no domínio da frequência e consiste em números complexos. Quando se deseja localizar frequências de ressonância, o espectro da magnitude ou amplitude é suficiente [40]. A informação de magnitude de cada frequência pode ser extraída pela equação:

$$\text{Mag}[X(\kappa)] = |X(\kappa)| = \sqrt{(\text{Real}[X(\kappa)])^2 + (\text{Imag.}[X(\kappa)])^2}, \quad (2.23)$$

em que $\text{Mag}[X(k)]$ é o módulo da magnitude da frequência correspondente ao ponto κ , $\text{Real}[X(\kappa)]$ a parte real e $\text{Imag.}[X(\kappa)]$ a parte imaginária.

2.3.1.3 Janelamento

O janelamento consiste em isolar a porção de um sinal, multiplicando-o por uma função de ponderação antes da realização da *FFT*. É empregado para a análise do sinal em função do tempo com relação à amplitude [42]. A Janela retangular, por exemplo, é dada pela função:

$$W(n) = \begin{cases} 1, & 0 \leq n \leq N - 1 \\ 0, & n \leq 0 \cup n \geq N - 1 \end{cases} \quad (2.24)$$

A consideração dos efeitos do janelamento é muito importante para o processamento do sinal. Em uma janela existem duas propriedades principais: a precisão de frequência dada pela banda do lóbulo principal e a atenuação de ruído proporcionada pelo nível dos lóbulos laterais e como estes decaem [42]. A escolha da janela a ser utilizada depende do foco da medição, que no caso desta tese pode ser a determinação da frequência ou do amortecimento do sinal (amplitude). A escolha da janela também é influenciada pela razão entre a amplitude do sinal e a do ruído.

2.3.1.4 Média móvel

A média móvel consiste em se realizar uma média de seguimentos contíguos e sincronizados do sinal, extraídos pelo janelamento, a fim de se obter a média temporal, na qual os sinais aleatórios são atenuados e os sinais periódicos reforçados [39].

2.3.1.5 “Zero-Padding”

Zero-padding é uma técnica que consiste em acrescentar pontos com amplitude nula antes e/ou depois do sinal extraído pelo janelamento. Esse método é especialmente útil quando se deseja ajustar o tamanho de um sinal para processá-lo com um algoritmo de *FFT* que exige um número de pontos específico [43].

2.3.1.6 Algoritmo para ajuste de curvas não-lineares

Após a análise do sinal condicionado empregando a *FFT* e o janelamento em associação com a média móvel e o *zero-padding* para a determinação das frequências e da dependência da amplitude destas com o tempo, é necessário um algoritmo de ajuste de curva não-linear para se

encontrar o decremento logarítmico do sinal (esta informação é empregada no cálculo do amortecimento). Dos algoritmos descritos na literatura, o de Levenberg-Marquardt [44,45] é um dos mais bem estabelecidos para sistemas embarcados com limitações de processamento [46,47] e foi o empregado no desenvolvimento do algoritmo desta tese [48]. Neste algoritmo, é ajustada sobre o sinal uma equação composta por uma parte que descreve o decaimento exponencial e outra que corresponde ao piso de ruído.

2.3.2 Componentes eletrônicos para o processamento de sinais

Para o processamento de sinais são necessários processadores digitais de sinais (PDS) e microcontroladores (MC), além de componentes comuns como capacitores, resistores e semicondutores para a digitalização do sinal (conversores analógico-digitais). A seguir, são apresentadas informações básicas sobre estes componentes.

2.3.2.1 Processador digital de sinais

Processadores digitais de sinal são componentes projetados para a realização de funções matemáticas em tempo real ótimos para a realização de Transformadas Rápidas de Fourier e execução dos demais algoritmos necessários ao processamento digital de sinais (Figura 2.4).



Figura 2.4 Exemplo de um Processador Digital de Sinais (o mesmo utilizado no sistema eletrônico desenvolvido nesta tese).

Os PDS são dispositivos programáveis o que garante flexibilidade. Contudo, é necessário criar o software a ser embarcado no componente, normalmente na linguagem C++.

2.3.2.2 Microcontrolador

O microcontrolador pode ser considerado um pequeno computador. Internamente ele possui processador, memória e periféricos. Os dispositivos de entrada e saída típicos incluem chaves, LEDs, displays, sensores e interfaces de comunicação como a RS232 e a USB.

A função do microcontrolador (Figura 2.5) é gerenciar e coordenar dispositivos e interagir com o usuário. Ele também é capaz de realizar cálculos, porém com eficiência e velocidade incomparavelmente inferiores a de um processador digital de sinais.

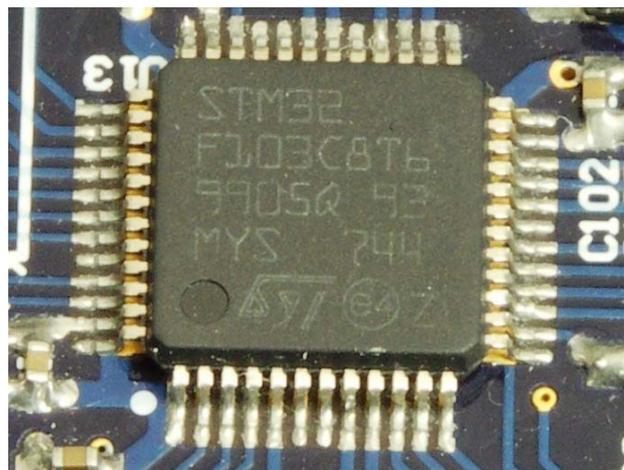


Figura 2.5 Exemplo de um Microcontrolador (o mesmo utilizado no sistema eletrônico desenvolvimento nesta tese).

Da mesma forma que os processadores digitais de sinais, os microcontroladores são dispositivos programáveis que demandam a criação e gravação de um software.

3 MATERIAIS

3.1 Formulação

Nesta tese, foram caracterizados, com relação à resistência ao dano por choque térmico, concretos refratários de alta alumina e de baixo teor de cimento com a motivação de se comparar diferentes tipos e tamanhos máximos de agregado. Os concretos refratários caracterizados foram os seguintes:

- A2 (com agregados de alumina eletrofundida branca com $d \leq 2,4$ mm)
- A8 (com agregados de alumina eletrofundida branca com $d \leq 8,0$ mm)
- AT (com agregados de alumina tabular com $d \leq 3,0$ mm)

A alumina tabular é uma matéria-prima sintética obtida a partir da recristalização de α -alumina, é de alta pureza, alta inércia química e rica em poros fechados que contribuem para uma resistência ao dano por choque térmico superior. A alumina eletrofundida branca também é uma matéria-prima sintética, e é obtida pela eletrofusão de aluminas calcinadas. A alumina eletrofundida branca possui principalmente poros abertos e apresenta menor resistência ao dano por choque térmico do que a alumina tabular [2,49], porém é uma opção com razão custo/benefício interessante para a indústria, podendo chegar a custar 50% menos.

O A2 e o A8 são concretos refratários experimentais projetados no GEMM com microestrutura mais simples para estudos básicos de comportamento mecânico, e podem ser utilizados em substituição ao AT. Naturalmente, outros parâmetros devem ser levados em consideração além da resistência ao dano por choque térmico, por exemplo, a resistência à corrosão (a alumina tabular apresenta maior inércia química quando comparada a alumina eletrofundida branca) [50].

As formulações dos materiais são apresentadas em detalhes na Tabela 3.1 e na Tabela 3.2. As frações das matérias-primas dos concretos A2 e A8 foram ajustadas para o coeficiente de empacotamento de Andreasen, q , [51] igual a 0,26. O peso correspondente a 100% na Tabela 3.1 não inclui a água e os aditivos. Na Tabela 3.1 as matérias-primas que tem as denominações que se iniciam com AL e TP são óxido de alumínio eletrofundido branco fornecidas

pela empresa ELFUSA. O EL 61 é um cimento composto por aluminatos de cálcio com 67,8% de alumina (também ELFUSA). A CL 370 e a CT 3000 SG são aluminas reativas fornecidas pela ALMATIS. Os aditivos ácido cítrico e defloculante promovem a dispersão das partículas finas aumentando a fluidez do concreto, reduzindo o teor de água e facilitando o trabalho de moldagem dos corpos de prova [51].

Tabela 3.1 Formulação dos concretos A2 e A8.

Matéria-prima	Faixa granulométrica (μm)	A8 (%-p)	A2 (%-p)
AL 5/16"/4	8000 > d > 4000	13,0	-
AL 4/10	4750 > d > 17	10,0	-
AL 8/20	2360 > d > 710	8,0	11,0
AL 8MF	2360 > d > 125	8,0	11,0
AL 10/36	2000 > d > 355	8,0	11,0
AL 20/40	855 > d > 355	8,0	11,0
AL 40MF	425 > d > 90	5,0	6,0
AL 60MF	250 > d > 16	10,0	11,0
TP 200	212 > d > 1	13,0	17,0
Cimento EL 61	45 > d	4,0	4,0
CL 370	d (médio) = 3,1	8,0	10,0
CT 3000 SG	D (médio) = 1,4	5,0	8,0
Água	-	4,5 - 4,8	4,9 - 5,3
Ácido cítrico	-	0,06	0,07

Tabela 3.2 Formulação do concreto AT.

Matéria-prima	Faixa granulométrica (μm)	AT (%-p)
Alumina tabular	1000 > d > 3000	35,0
Alumina tabular	500 > d > 1000	17,5
Alumina tabular	500 > d > 600	10,0
Alumina tabular	0 > d > 300	10,0
Alumina tabular	0 > d > 45	10,0
Alumina reativa / cimento	Não informada	12,5
Água	-	5,00
Acido cítrico	-	0,03
Defloculante FS40	-	0,10

O AT é um concreto comercial e suas amostras foram preparadas pelo grupo de pesquisa GHI, da Universidade RWTH-Aachen, Alemanha, no contexto de um projeto de colaboração PROBRAL (Projeto Capes/DAAD n° 258, do período de 15/12/2008 a 15/04/2009) e de projetos de extensão com indústrias de refratários. Por ser um concreto comercial, não se tem acesso completo ao projeto do material.

3.2 Preparação

As amostras foram preparadas no formato prismático com dimensões de 25 mm (largura) x 25 mm (altura) x 150 mm (comprimento) utilizando moldes metálicos untados com cera desmoldante. As matérias-primas foram pesadas em bateladas, homogeneizadas em um saco plástico e colocadas em um misturador planetário de bancada. Os respectivos aditivos foram adicionados à água previamente pesada.

No processo de preparação, após a mistura, o concreto foi vertido em um molde disposto sobre uma mesa vibratória. Após a moldagem, as amostras foram mantidas em um recipiente saturado de umidade por 24 horas para a promoção da cura. Os corpos de prova foram, então, desmoldados e retornados para o recipiente saturado por mais 24 horas, sendo depois secados em estufa a 110 °C por 24 horas. O processo seguiu com a sinterização a 1.450 °C por 10 horas com taxa de aquecimento de 3 °C/min. A etapa final foi a retificação das faces superiores para reduzir a incerteza na medição da espessura das amostras e, conseqüentemente, nos cálculos do módulo de Young.

Foram preparados em torno de 100 corpos de prova de cada material. Deste total, foram selecionadas 80 unidades após a determinação do módulo de Young dinâmico caracterizado após a queima. Foram descartados os corpos de prova com maior e menor rigidez. Os 80 selecionados foram utilizados aleatoriamente conforme a demanda dos experimentos. O desvio padrão do módulo de Young do total de corpos de prova preparados foi de 4,8% para o A2, de 4,9% para o A8 e de 5,0% para o AT.

4 MÉTODOS

4.1 Desenvolvimento do aparato experimental

O aparato experimental desenvolvido consiste em um conjunto composto por um sistema eletrônico, um software embarcado, um suporte de corpos de prova e um atuador eletromagnético automático de intensidade ajustável. Estes elementos realizam a integração da Técnica de Excitação por Impulso com a Espectroscopia Acústica Ressonante Não-linear para a medição simultânea dos módulos elásticos e do amortecimento em função da amplitude de excitação do corpo de prova, o que por sua vez permite a detecção e quantificação da não-linearidade mesoscópica.

4.1.1 Sistema eletrônico

O sistema eletrônico desenvolvido nesta tese consiste, tecnicamente, em um analisador de vibrações transitórias, das quais extrai o espectro de frequências via transformada rápida de Fourier (FFT) e a atenuação do sinal no domínio do tempo aplicando-se o janelamento progressivo do sinal. Este sistema determina em quais frequências o corpo de prova vibra após receber uma excitação mecânica por impulso e qual é o amortecimento de cada uma destas frequências. Na Figura 4.1 é mostrada a sequência geral para a determinação das frequências pelo sistema eletrônico.

A determinação das frequências de ressonância é necessária para o cálculo dos módulos elásticos e da atenuação, e, desse modo, para o cálculo do amortecimento. Para desempenhar estas tarefas, foi empregado um processador digital de sinais, um microcontrolador e um banco de memória, que, em conjunto, são capazes de processar a resposta acústica do corpo de prova em tempo real. O processador digital de sinais utilizado já foi mostrado na Figura 2.4 e o microcontrolador na Figura 2.5.

O equipamento comercial baseado em um sistema eletrônico mais próximo da necessidade descrita era o Grindosonic [29]. Porém este é limitado à determinação da frequência principal e não possibilitaria a medição do amortecimento e dos coeficientes de não-linearidade. Em função disso, o

sistema eletrônico desenvolvido consistiu em uma inovação, que inclusive foi patenteada pela UFSCar e já licenciada [52,53].

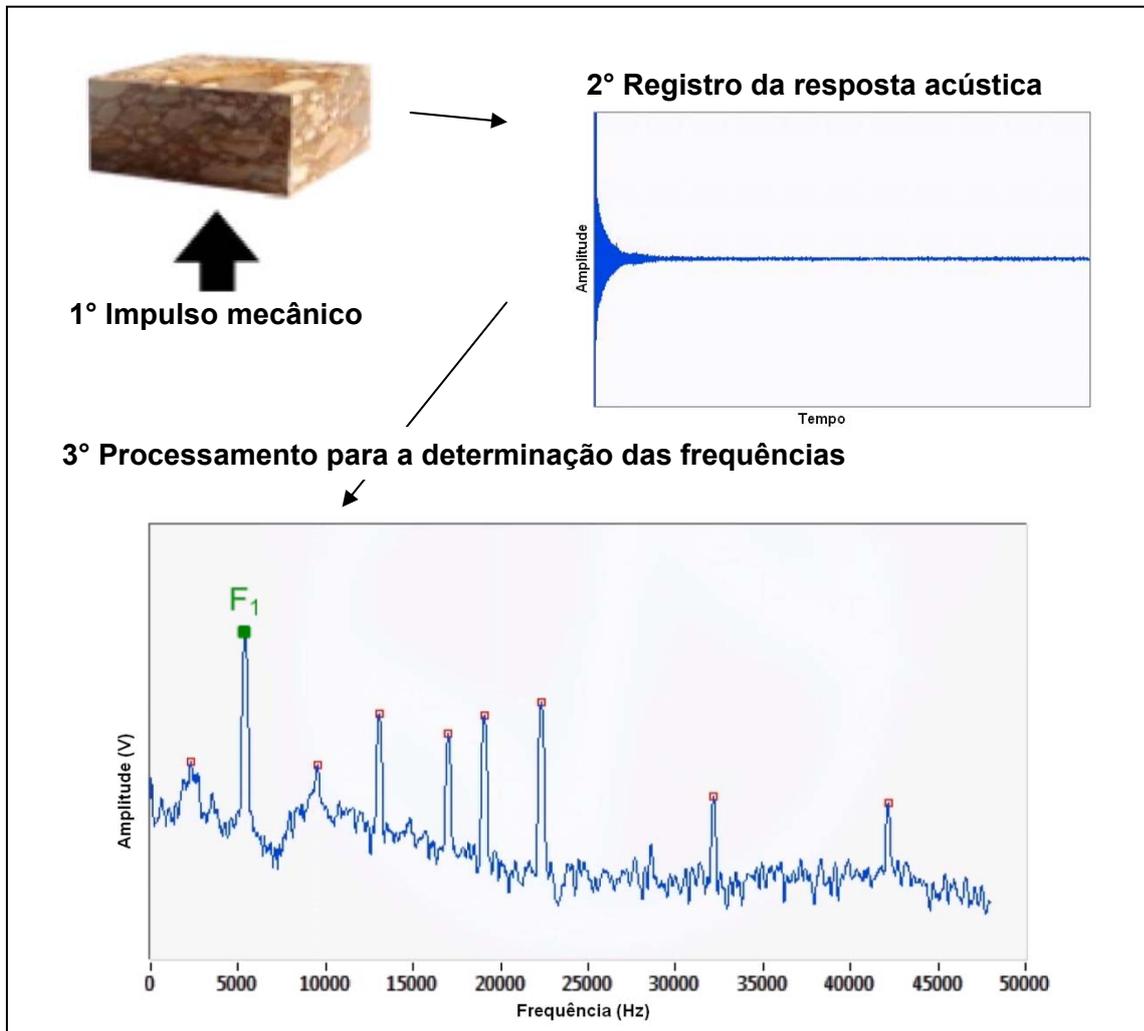


Figura 4.1 Sequência geral de passos para determinação das frequências pelo sistema eletrônico.

4.1.1.1 Concepção, diagrama em blocos e placa de circuito impresso

Na Figura 4.2 é apresentado o diagrama simplificado de como o sistema eletrônico é empregado. O corpo de prova, apoiado sobre um suporte que impõe as condições de contorno do modo de vibração desejado, é excitado pelo atuador eletromagnético ajustável. O som emitido pelo corpo de prova é captado por um sensor acústico sem contato físico e processado pelo sistema eletrônico. As frequências de ressonância detectadas (vide Figura 4.1) e os respectivos amortecimentos são apresentados em um mostrador.

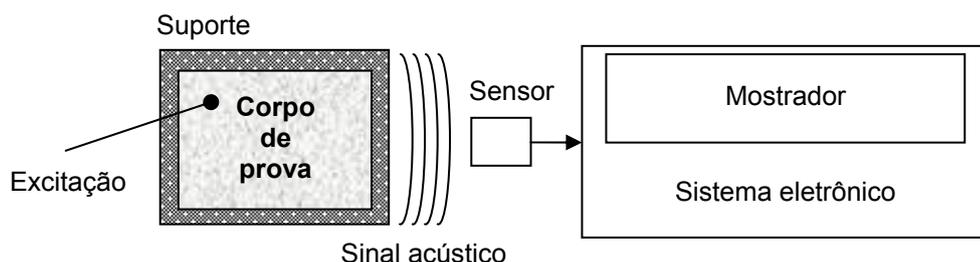


Figura 4.2 Diagrama simplificado do emprego do sistema eletrônico.

Na Figura 4.3 é apresentado o diagrama em blocos concebido para que o sistema eletrônico desempenhasse os processamentos necessários. O bloco condicionador de sinal alimenta o sensor e compatibiliza a amplitude do sinal gerado com o conversor analógico-digital (conversor A/D). Neste bloco foram utilizados amplificadores diferenciais. O conversor A/D transforma o sinal analógico do sensor em um sinal digital binário de 16 bits (discretizado em 65.536 níveis distintos de tensão). Neste bloco foram utilizados conversores típicos de equipamentos de áudio de alta fidelidade.

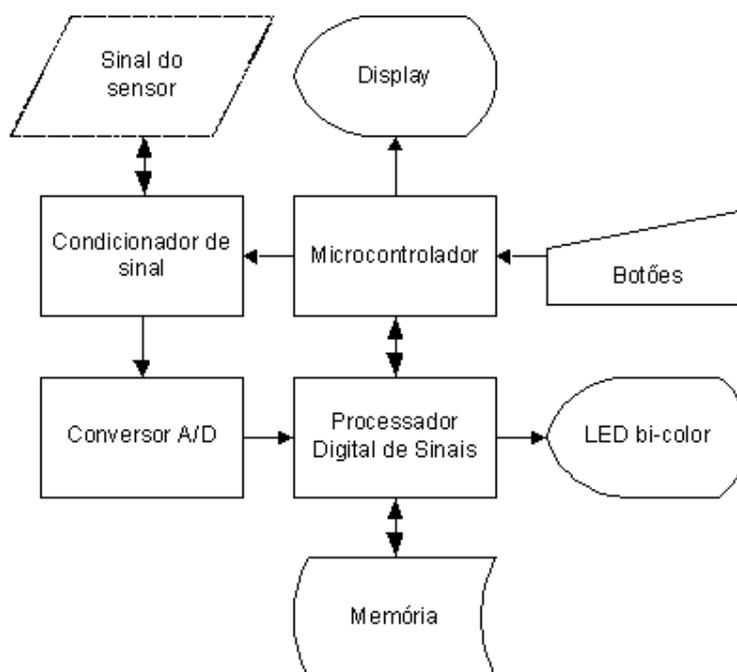


Figura 4.3 Diagrama em blocos do sistema eletrônico desenvolvido.

O sinal digitalizado pelo conversor A/D é processado pelo processador digital de sinais que apresenta os resultados no mostrador/display. O sincronismo da operação é realizado pelo microcontrolador. Para auxiliar no

processamento dos sinais há um banco de memória e para alimentar os circuitos, um sistema eletrônico de alimentação. Há também um indicador luminoso (um LED bicolor verde e vermelho) que informa a ocorrência do disparo (verde) da aquisição e da saturação (vermelho) do conversor A/D.

Na Figura 4.4 é apresentada a placa do sistema eletrônico, que foi desenvolvida de acordo com o diagrama em blocos da Figura 4.3, empregando o software Altium®. A maioria dos componentes empregados foram do tipo *surface mount device* (SMD) e a placa de circuito impresso de 4 camadas, sendo as camadas internas o terra e o positivo.

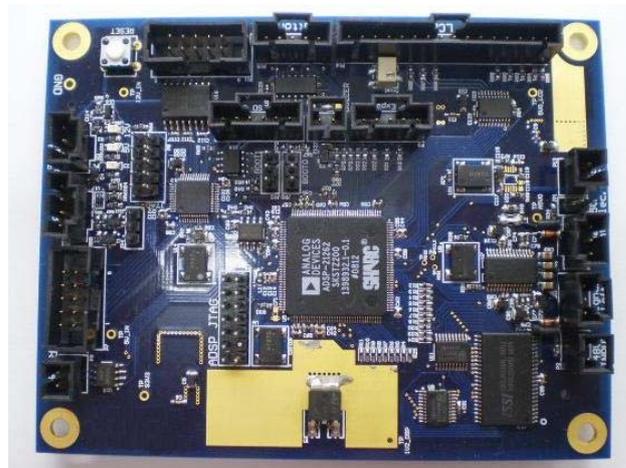


Figura 4.4 Placa do sistema eletrônico desenvolvido, correspondente ao diagrama de blocos da Figura 4.3.

4.1.1.2 Gabinete, interface e itens acessórios

Para que fosse de uso prático e seguro, a placa foi acondicionada em um gabinete metálico. Também foram incluídos acessórios e elementos de interface, além dos próprios sensores, como mostrado na Figura 4.5. Os elementos indicados nesta figura são:

- 1) Fonte de alimentação.
- 2) Placa do sistema eletrônico desenvolvido.
- 3) Sensor acústico direcional.
- 4) Sensor acústico omnidirecional.
- 5) Conectores para os sensores.
- 6) Painel.
- 7) Fonte de alimentação.

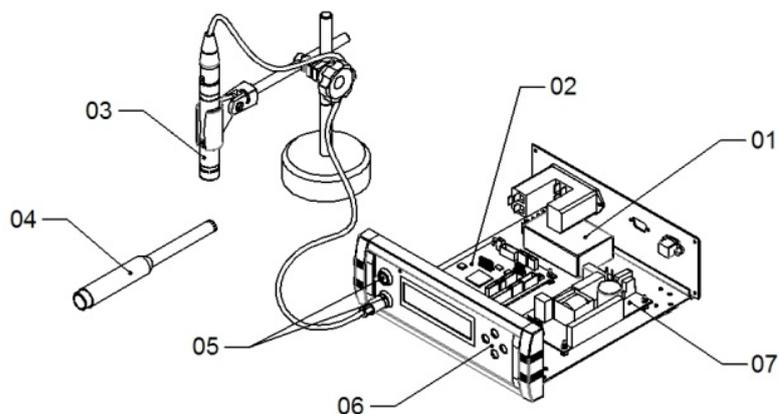


Figura 4.5 Gabinete metálico e itens acessórios do sistema eletrônico desenvolvido.

No painel frontal (Figura 4.6), foram incluídos os seguintes elementos:

- Conector para sensores/microfones de eletreto.
- Conector para microfones capacitivos.
- Indicador luminoso de aquisição.
- Mostrador de cristal líquido de 02 linhas por 16 caracteres.
- Tecla *Mode*, que permite alternar as diferentes telas de configuração e os parâmetros apresentados na segunda linha do mostrador.
- Tecla (↑), que incrementa os valores do parâmetro em tela.
- Tecla (↓), que decrementa os valores do parâmetro em tela.
- Tecla *Enter*, que inicia uma medida e confirma a alteração de uma configuração.

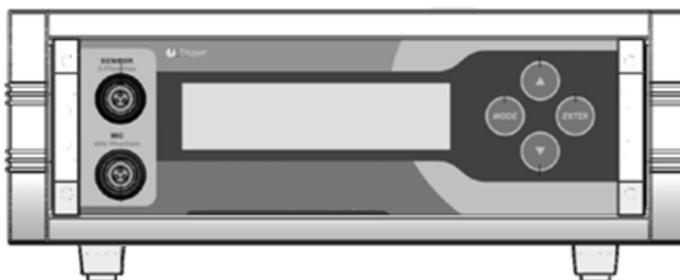


Figura 4.6 Painel frontal do gabinete metálico da Figura 4.5.

Na Figura 4.7 é mostrada uma foto da versão final do sistema eletrônico desenvolvido acondicionado no gabinete metálico e com os devidos elementos de interface.



Figura 4.7 Sistema eletrônico desenvolvido nesta tese em seu gabinete metálico.

4.1.2 Software embarcado e processamento do sinal

Após a ocorrência da excitação mecânica por impulso e a emissão da resposta acústica pelo corpo de prova, o sistema eletrônico inicia a aquisição do sinal durante um intervalo de tempo pré-determinado mediante um ajuste de nível de disparo ou de *trigger* e, na sequência, realiza as transformadas rápidas de Fourier (*FFT*) do sinal segmentado. A partir da realização destes cálculos é gerada uma matriz que registra a amplitude das frequências em função do tempo. O gráfico desta matriz consiste em um espectrograma que é a assinatura vibracional do corpo de prova e que contém a informação das frequências presentes e as respectivas taxas de atenuação.

Os componentes eletrônicos empregados no desenvolvimento do sistema eletrônico são adequados para a realização destas tarefas, porém necessitam de um software embarcado. Conforme ilustrado no fluxograma da Figura 4.8, o núcleo do software foi estruturado em 05 passos principais [48]. A programação do código fonte do software foi realizada na linguagem C++.

O 1° passo consiste na aquisição do sinal e na sua segmentação pelo janelamento (vide secção 2.3.1.3). A taxa de amostragem da digitalização deve

ser pelo menos o dobro da frequência mais alta que se deseja analisar. No caso desta tese a frequência mais alta é de 20 kHz.

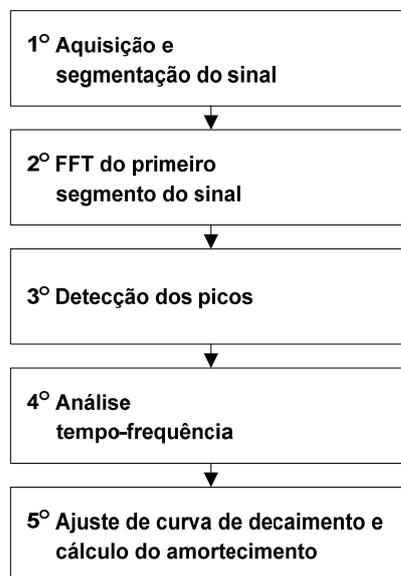


Figura 4.8 Fluxograma do núcleo do software embarcado [48].

O 2º passo executa a transformada rápida de Fourier (FFT) do primeiro segmento do sinal, empregando o *zero-padding* e a média móvel (vide secções 2.3.1.4 e 2.3.1.5). É no primeiro segmento que as componentes de sinal apresentam as maiores amplitudes, visto que a resposta acústica do corpo de prova é um sinal transitório com decaimento exponencial.

O 3º passo permite a detecção dos picos do espectro de magnitudes. São consideradas possíveis frequências de ressonância todos os picos que possuem em sua borda de subida inclinação maior que a derivada média ao seu redor.

O 4º passo consiste na análise tempo-frequência do sinal com a montagem da matriz que contém a informação de como a amplitude de cada frequência detectada varia com o tempo desde o momento da excitação do corpo de prova.

O 5º e último passo faz o ajuste de uma curva sobre a evolução da amplitude de cada frequência registrada na matriz tempo-frequência. Faz também o cálculo do respectivo amortecimento a partir do decaimento logarítmico da região no qual ocorre o decaimento exponencial do sinal. Para a realização do ajuste de curva (*fitting*) foi empregado o método não-linear por

mínimos quadrados proposto por Levenberg-Marquardt [47]. Na Figura 4.9 é apresentado um exemplo de ajuste de curva.

A execução destes cinco passos é muito rápida e tem a duração determinada essencialmente pela duração da resposta acústica do corpo de prova que é da ordem de segundos para materiais com baixo amortecimento.

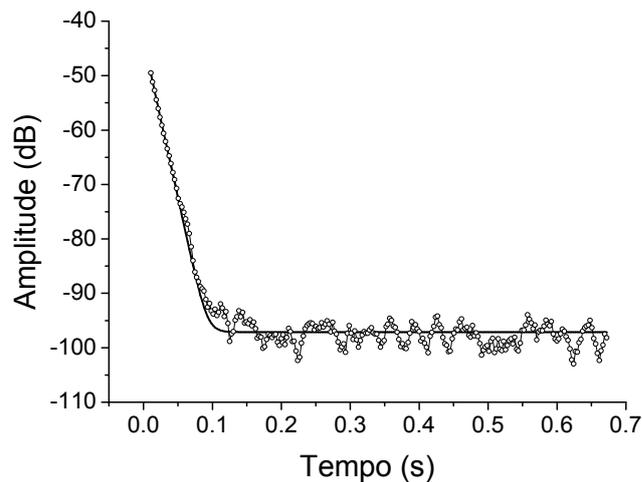


Figura 4.9 Ajuste de uma curva sobre a evolução temporal da amplitude de uma das frequências de um sinal acústico gerado por um corpo de prova [48].

4.1.3 Atuador eletromagnético ajustável

Para possibilitar a excitação do corpo de prova com um impulso mecânico de intensidade controlada, foi desenvolvido um atuador eletromagnético ajustável constituído por um controle eletrônico e por um solenóide. O sistema é mostrado na Figura 4.10.



Figura 4.10 Controle eletrônico do atuador eletromagnético, e o próprio atuador.

O controle eletrônico aplica um pulso com duração ajustável entre 1 e 100 ms e amplitude também ajustável entre 1 e 12 V. Com este sistema, é

possível controlar com precisão a intensidade da excitação. Na Figura 4.11 é mostrada a correlação entre a amplitude da emissão acústica gerada por um corpo de prova e a tensão de excitação aplicada no solenóide do atuador eletromagnético com duração de 15 ms. A faixa de tensão neste caso foi limitada entre 7,8 e 9,0 V, porque com o tempo de excitação de 15 ms, tensões abaixo de 7,8 V não são suficientes para impulsionar o projétil e tensões acima de 9,0 V causam excitação dupla.

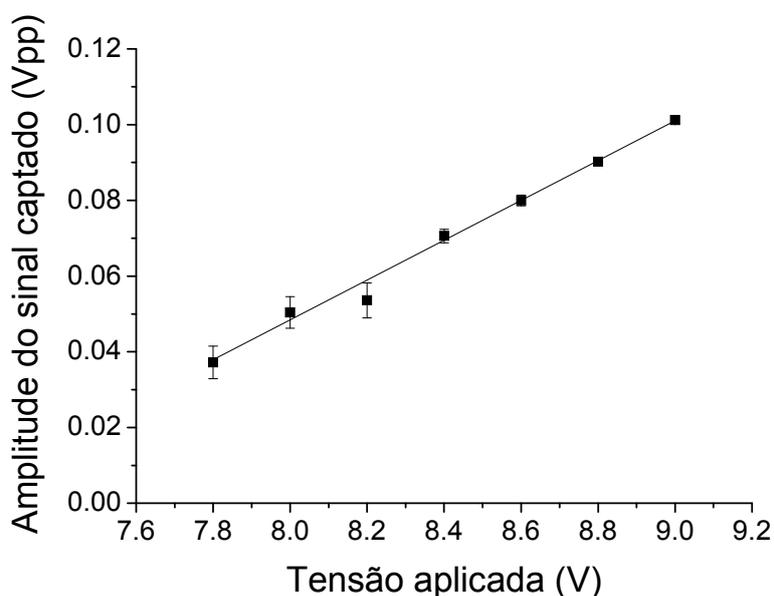


Figura 4.11 Amplitude da emissão acústica de um corpo de prova vs. a tensão de excitação aplicada ao atuador, para um tempo fixo de 30 ms.

O atuador eletromagnético possui dois modos de operação: remoto e manual. No modo remoto ele é controlado e configurado via USB; no modo manual o tempo do pulso é fixo, a amplitude é controlada via potenciômetro de precisão e o disparo manual é feito por meio de um botão. O tempo de contato entre a ponta do projétil e a amostra foi medido com o auxílio de uma amostra metálica, uma bateria e um osciloscópio pelo fechamento de curto-circuito no momento do contato. Este tempo foi da ordem de 30 microssegundos, o que garante uma banda de frequência de 100 kHz suficiente para promover a excitação das frequências naturais dos corpos de prova que são usualmente inferiores a 10 kHz.

4.1.4 Suporte de corpos de prova

Para a excitação dos corpos de prova nos modos de vibração desejados, no caso deste trabalho nos modos flexional e torsional, é necessário impor condições de contorno mecânicas específicas. Estas condições de contorno consistem em apoiar o corpo de prova em linhas nodais do modo de vibração desejado e realizar a excitação e a captação da resposta acústica em pontos onde a amplitude de vibração é máxima. Na Figura 4.12 são mostradas as linhas nodais do modo de vibração flexional fundamental (Figura 4.12-a) e torsional fundamental (Figura 4.12-b) de uma barra retangular [15]. O corpo de prova deve ser apoiado nessas linhas empregando-se suportes apropriados.

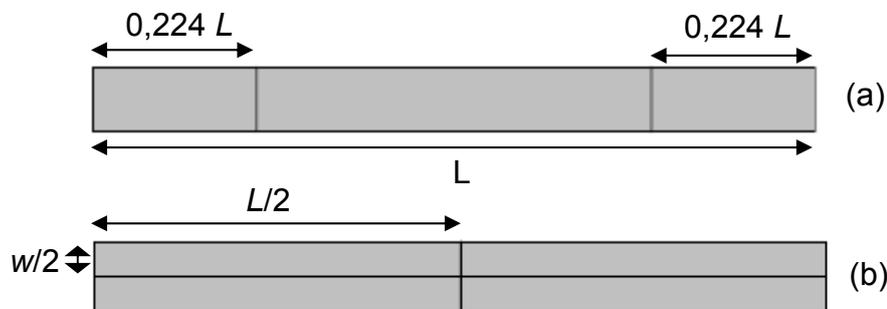


Figura 4.12 Linhas nodais dos modos de vibração flexional fundamental (a) e torsional fundamental (b) de uma barra de secção transversal retangular [15].

As linhas nodais do modo torsional sempre coincidem com os eixos do corpo de prova, porém as posições das linhas nodais do modo flexional fundamental situam-se na posição $0,224 L$, sendo L o comprimento do corpo de prova e, portanto, variam em função desse comprimento. O posicionamento exato de acordo com estas condições de contorno é muito importante para a precisão da medição do amortecimento [33].

Visando desenvolver um aparato experimental prático e preciso para barras retangulares de tamanho variável, foi pensado em um suporte capaz de apoiar automaticamente o corpo de prova sobre fios nas posições exatas do modo desejado utilizando apenas recursos mecânicos. Na Figura 4.13 é mostrada uma vista em perspectiva do projeto realizado para o suporte de corpos de provas.

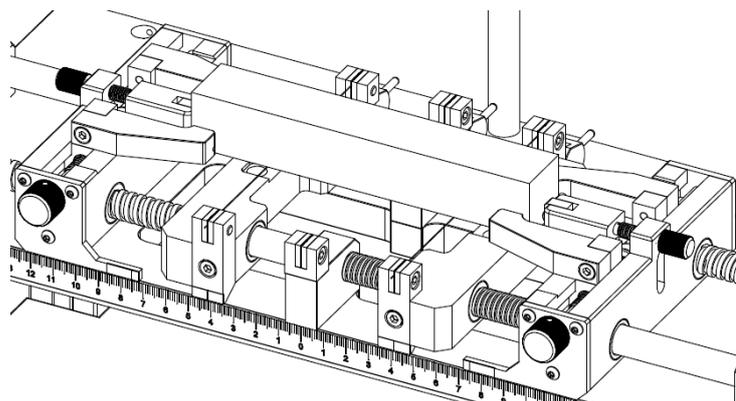


Figura 4.13 Vista em perspectiva do suporte de corpos de provas com posicionamento mecânico automático.

Na Figura 4.14-a é mostrada uma vista de topo desse suporte com os fios configurados para o modo flexional fundamental. Na Figura 4.14-b, com a mesma vista, os fios configurados para o modo torsional.

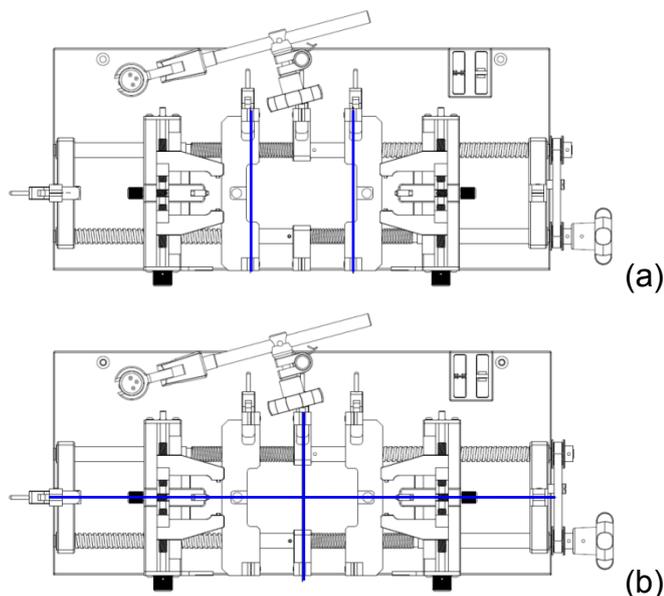


Figura 4.14 Vista de topo do suporte de corpos de prova com fios posicionados para o modo flexional (a) e torsional (b).

O suporte de corpos de prova possui quatro carros móveis e dois fusos. A função dos carros centrais é segurar e posicionar os fios do modo flexional e a função dos carros externos é alinhar o corpo de prova por meio de garras de fechamento simétrico e delimitar o final de curso. Os carros externos são

ligados aos carros internos através de fusos com roscas diferentes (Vide Figura 4.15), sendo a proporção entre o passo destas roscas igual a 0,224 que é a proporção entre a posição em que o fio deve ser apoiado e o comprimento total, L , do corpo de prova. Ao se posicionar o corpo no suporte, atuando-se sobre os carros externos, os fios são posicionados automaticamente pelos carros internos na posição $0,224 L$.

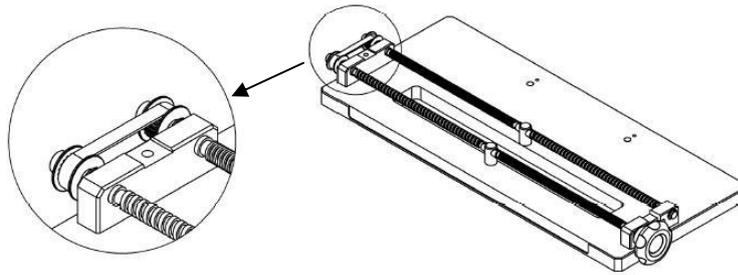


Figura 4.15 Detalhe do suporte de corpos de prova destacando os fusos com proporção de 0,224 entre os passos das roscas.

Na Figura 4.16 é mostrada uma foto do suporte de corpos de prova construído posicionando uma barra de concreto refratário de alta alumina.

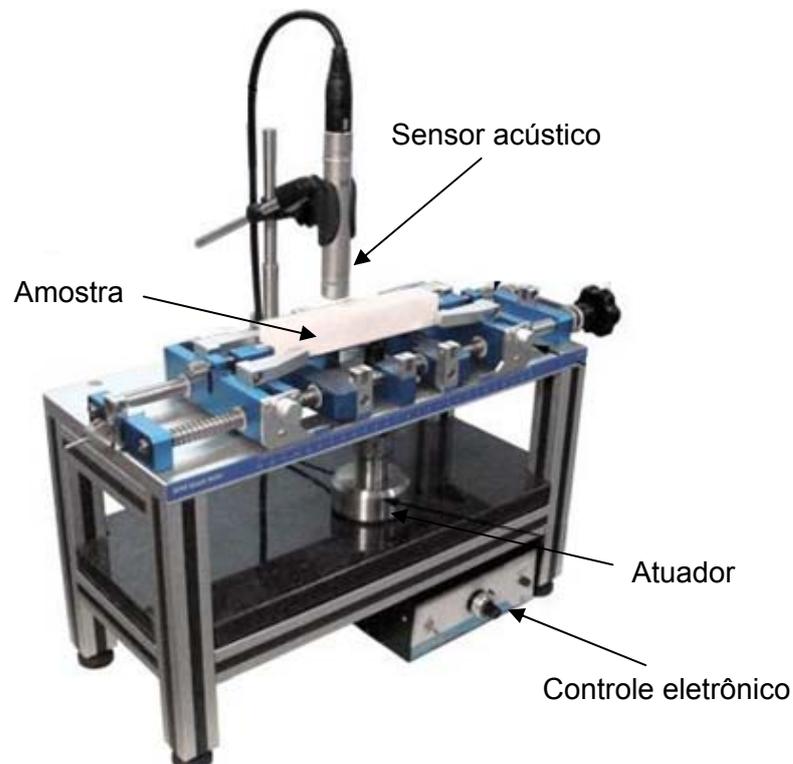


Figura 4.16 Foto do suporte de corpos de prova construído com seus acessórios (atuador eletromagnético e sensor acústico).

4.1.5 Câmara para o controle de umidade

Para a investigação da influência da umidade na caracterização dos módulos elásticos e do amortecimento, foi construída a câmara hermética mostrada na Figura 4.17.

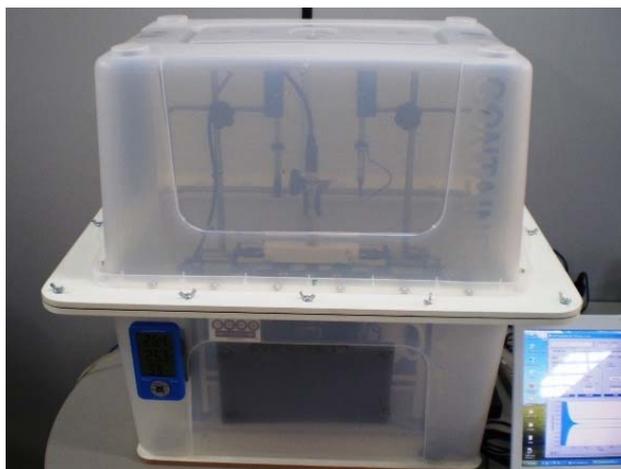


Figura 4.17 Câmara para a determinação dos módulos elásticos e do amortecimento em função da umidade.

Foram empregados dois recipientes plásticos unidos por uma placa de madeira com vedação de borracha e um medidor de umidade e temperatura adaptado. As dimensões da câmara permitiram acomodar perfeitamente o suporte de corpos de prova mostrado na Figura 4.16. A variação da umidade foi realizada com a inserção de sílica-gel na câmara. Para evitar que a reverberação influenciasse na caracterização do amortecimento, foram instaladas placas de materiais absorvedores acústicos no interior da câmara.

4.1.6 Forno instrumentado

Para a caracterização dos corpos de prova durante processos de secagem com temperatura foi construído o forno instrumentado mostrado na Figura 4.18 a partir de um modelo comercial. Para tanto foi necessário a adequação do atuador eletromagnético e encontrar uma forma de captar a resposta acústica do corpo de prova sem danificar o captador acústico com sobreaquecimento.



Figura 4.18 Forno instrumentado construído para a caracterização do módulo de Young e do amortecimento durante a secagem com temperatura. O círculo vermelho indica a armadilha para que a irradiação térmica não atinja o captador acústico.

O sobreaquecimento poderia ocorrer por convecção e irradiação térmica. A possibilidade de aquecimento por convecção foi eliminada com a vedação do guia de onda e do captador acústico, e a de aquecimento por irradiação com a adição de uma curva de cor escura entre o guia de onda e o captador acústico. Esta curva não comprometeu a propagação da onda e desempenhou o papel de uma armadilha para a irradiação infravermelha.

4.2 Aplicação do dano por choque térmico

Nesta tese foram aplicados quatro tipos de choque térmico:

- 1) Aquecimento lento ao ar seguido de resfriamento rápido em água
- 2) Aquecimento rápido ao ar (em um forno)
- 3) Resfriamento rápido ao ar
- 4) Aquecimento ao ar (em um forno) seguido de resfriamento ao ar

O aquecimento ao ar foi realizado dentro de um forno e o resfriamento ao ar com os corpos de prova sobre um recipiente metálico aberto e forrado com grãos de material refratário. O principal tipo de choque térmico utilizado foi

o do tipo 1, de aquecimento ao ar e resfriamento em água, aplicado no estudo da influência da umidade (secção 5.2.2) e na avaliação da resistência ao dano por choque térmico dos materiais (secção 5.2.3). Este é o tipo de choque térmico mais prático e usual. O procedimento consiste em inserir o corpo de prova em um forno previamente aquecido na temperatura desejada, onde é mantido por 15 minutos para a homogeneização da temperatura, e, na sequência, resfriá-lo abruptamente com o mergulho em água circulante em temperatura ambiente. Na Figura 4.19 é mostrado o momento em que o corpo de prova está prestes a ser mergulhado em água.

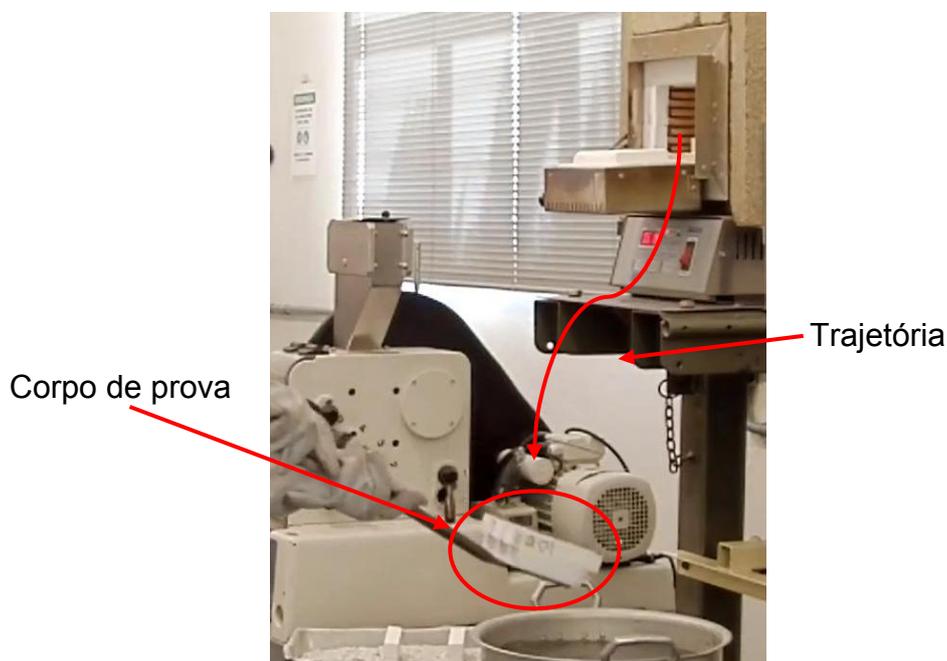


Figura 4.19 Aplicação do choque térmico de aquecimento ao ar e resfriamento em água: momento em que o corpo de prova está prestes a ser mergulhado em água em temperatura ambiente.

O choque térmico de aquecimento ao ar (tipo 2) consiste em inserir o corpo de prova abruptamente no forno aquecido e resfriar o conjunto lentamente (c/ taxa ≤ 1 °C/min) até retornar a amostra a temperatura ambiente. O choque de resfriamento ao ar (tipo 3) consiste em aquecer o corpo de prova lentamente (1 °C/min) e retirá-lo abruptamente do forno para resfriar em contato com o ar ambiente. O choque térmico de aquecimento e resfriamento ao ar (tipo 4) consiste em inserir abruptamente o corpo de prova do forno,

aguardar 15 minutos para a estabilização da temperatura, e retirá-lo abruptamente para resfriar em contato com o ar ambiente.

Os tipos de choque térmico 2, 3 e 4 foram aplicados durante um estudo, deste doutorado, no qual se comparou o efeito do dano somente de aquecimento, somente de resfriamento e de aquecimento combinado com resfriamento. Os resultados deste estudo mostraram que para a faixa de temperatura empregada, o dano ocorre majoritariamente no momento do resfriamento, não havendo contribuição significativa do choque por aquecimento que acontece quando o corpo de prova é inserido no forno [54].

Para a avaliação da influência do tipo de choque térmico foram aplicados 10 ciclos de choque térmico de aquecimento ao ar (tipo 2), de resfriamento ao ar (tipo 3) e de aquecimento ao ar seguido de resfriamento ao ar (tipo 4) em três grupos de três amostras cada do concreto AT. A variação de temperatura foi de 1.100 °C. O número elevado de ciclos e a alta variação de temperatura foram necessários devido à amenidade da condição do choque térmico ao ar frente ao dano por choque térmico em água. Para a avaliação da influência da umidade foi aplicado um ciclo de dano por choque térmico de aquecimento ao ar e resfriamento em água (tipo 1) com variação de temperatura de 1.075 °C em um conjunto de 03 amostras do concreto A8.

Para a avaliação da resistência ao dano por choque térmico dos materiais (secção 5.2.3) foram aplicados choques térmicos de aquecimento ao ar e resfriamento em água (choque térmico tipo 1) com variação progressiva de temperatura. O total de 24 corpos de prova de cada material foi dividido em oito grupos com três corpos cada, os quais receberam um único ciclo de choque térmico com variação de temperatura progressiva, conforme especificado na Tabela 4.1. O grupo A é o grupo de referência, que não foi submetido a choque térmico.

Tabela 4.1 Variações de temperatura de choque térmicos, ΔT , aplicadas em cada grupo de corpos de prova, para os materiais A2, A8 e AT.

Grupo	A	B	C	D	E	F	G	H
$\Delta T(^{\circ}C)$	-	100	250	400	500	600	700	800

Após a aplicação dos choques térmicos e antes das caracterizações, foi realizado um ciclo de secagem sob a temperatura de 120°C, por 12 horas, seguido da manutenção da amostra em condições ambiente por 6 horas para a estabilização das propriedades.

4.3 Caracterizações dos materiais

4.3.1 Módulo de ruptura

A medição do módulo de ruptura foi realizada pelo método de flexão a três pontos, utilizando um sistema de ensaios mecânicos da marca MTS, série 810, com controle TestStar IIs de acordo com a norma DIN EN 993-6 [55] (Figura 4.20). A distância entre os apoios foi de 125 mm e taxa de carregamento constante de 0,15 MPa/s.



Figura 4.20 Dispositivos empregados para a determinação do módulo de ruptura sob flexão em três pontos.

O corpo de prova foi posicionado para que a face sob tração fosse a face retificada. O módulo de ruptura foi calculado utilizando a equação:

$$MOR = \frac{3F_{max}s}{2wt_h^2} \left(1 - \frac{2Y}{s}\right), \quad (4.1)$$

em que F_{max} é a força máxima ocorrida no teste, s é a distância entre os dois pontos de apoio inferiores, w é a largura do corpo de prova e t_h a espessura. A variável Y é a distância da fratura até o centro do corpo de prova.

4.3.2 Módulo de Young dinâmico e amortecimento

Todas as amostras tiveram o módulo de Young dinâmico e o amortecimento caracterizados após a sua fabricação e após sofrerem dano por choque térmico. As caracterizações foram realizadas em temperatura ambiente após procedimento de secagem e estabilização para minimizar a influência da umidade ambiente.

A caracterização do módulo de Young dinâmico foi realizada pela Técnica de Excitação por Impulso de acordo com a norma ASTM E1876 [13] utilizando o aparato experimental desenvolvido nesta tese. O modo de vibração empregado foi flexional. Para o refinamento do cálculo do módulo de Young, também foram caracterizados o módulo de cisalhamento e a razão de Poisson, empregados no cálculo do fator de correção T (vide equações 2.5 e 2.6).

4.3.3 Não-linearidade

Nesta tese, visando viabilizar a integração da EARN com a Técnica de Excitação por Impulso, foi avaliado o desvio da frequência de ressonância do modo de vibração flexional fundamental e do respectivo amortecimento a partir da definição de dois coeficientes arbitrários, α e β , em correspondência aos coeficientes C_1 e C_3 (Vide tópico 2.1.5, Equações 2.19 e 2.21). O coeficiente α descreve a razão entre o desvio percentual no módulo de Young, ΔE (em %), e a variação na tensão de excitação do atuador eletromagnético, ΔV (em Volts):

$$\alpha = \frac{\Delta E}{\Delta V} . \quad (4.2)$$

O coeficiente β descreve a razão entre o desvio no amortecimento, $\Delta \zeta$ (em %), e a variação na tensão de excitação do atuador eletromagnético, (ΔV em Volts):

$$\beta = \frac{\Delta \zeta}{\Delta V} . \quad (4.3)$$

A opção pela adoção dos coeficientes α e β em vez de C_1 e C_3 eliminou a necessidade de se medir diretamente a amplitude de vibração, o que demandaria uma instrumentação adicional menos prática e mais dispendiosa (acelerômetros ou vibrômetros lasers), e permitiu o uso da mesma instrumentação empregada na Técnica de Excitação por Impulso.

Para a determinação dos coeficientes α e β foi realizado um ajuste linear sobre cinco medições ao longo da faixa de tensão útil do atuador eletromagnético, tipicamente de 7,8 a 9,2 V (quando o tempo do pulso está ajustado para 15 ms) com passos de 0,25 Volt. O valor de referência para o cálculo das alterações percentuais corresponde ao valor obtido com a menor excitação.

4.3.4 Análise microestrutural

A microestrutura dos materiais foi analisada empregando-se um microscópio eletrônico de varredura e uma máquina fotográfica digital com lente macro. As amostras foram embutidas em resina acrílica e polidas com pasta de diamante. Estas atividades e procedimentos foram realizados no contexto da colaboração com o grupo de pesquisa GHI-RWTH-Aachen, Alemanha.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Validação da instrumentação

A precisão da instrumentação na caracterização dos módulos elásticos e do amortecimento depende essencialmente da precisão do sistema eletrônico e do software embarcado na determinação das frequências da resposta acústica do corpo de prova e das respectivas dependências da amplitude em função do tempo. Por sua vez, a medição da não-linearidade também depende da precisão do controle da excitação do corpo de prova.

Em função disto, a instrumentação foi validada com foco no desempenho do sistema eletrônico pela determinação da amplitude, da frequência e do amortecimento de sinais arbitrários sintetizados por um gerador de sinais de precisão, marca HP, modelo 33120. Também foi avaliada a dependência da amplitude de vibração do corpo de prova em função da amplitude de excitação do atuador eletromagnético.

5.1.1 Precisão na determinação da amplitude e do amortecimento

Para se conhecer a precisão do sistema eletrônico e do software na determinação da amplitude do sinal, o conjunto (sistema eletrônico + software) foi aplicado na medição de sinais sintetizados próximos aos extremos da faixa de frequência em que será solicitada a instrumentação (20 Hz e 20 kHz), com amplitudes de 2,1 Volts de pico a pico (igual à metade do fundo de escala) e de 1 Volt pico a pico. O intervalo de frequência de 20 Hz a 20 kHz corresponde à faixa de frequência dos captadores acústicos disponíveis para a detecção da resposta acústica dos corpos de prova. Os resultados são apresentados na Tabela 5.1.

Tabela 5.1 Comparação entre a amplitude de sinais sintetizados e medidos.

Frequência do sinal sintetizado (Hz)	100		20.000	
	1,0	2,1	1,0	2,1
Amplitude nominal (V_{pp})	1,050	2,100	1,050	2,100
Amplitude do sinal medido (V_{pp})	1,071	2,223	1,068	2,119
Diferença (V_{pp})	+0,021	+0,023	+0,018	+0,019

A diferença encontrada na medição da amplitude foi sistemática e da ordem de 20 mV. Como a diferença encontrada é sistemática ela não tem influência no cálculo do amortecimento, visto que o cálculo do amortecimento leva em consideração a taxa de atenuação e não a amplitude absoluta do sinal. O pequeno erro sistemático encontrado pode ser atribuído ao ruído térmico e às interferências eletromagnéticas a que os circuitos eletrônicos estão sujeitos.

Na Tabela 5.2 são apresentados os valores de amortecimento obtidos com o emprego do sistema eletrônico desenvolvido na caracterização de sinais sintetizados. Foram escolhidos frequências próximas aos extremos da faixa possível e amortecimentos que implicam em taxas de atenuação próximas a máxima suportada pela taxa de aquisição do sistema (≈ 3.000 dBV/s).

Tabela 5.2 Comparação entre o amortecimento de sinais sintetizados e o amortecimento medido com o sistema eletrônico desenvolvido.

Sintetizado		Medido	
Frequência (Hz)	ζ	ζ	Erro (%)
210	0,2879	0,2872	-0,24
5.000	0,0121	0,0120	-0,82
20.000	0,0030	0,0029	-3,33

Há uma tendência do valor de amortecimento medido ser inferior ao sintetizado. O erro máximo encontrado foi de -3,33%.

Na Figura 5.1 é mostrada a visualização gráfica do sinal sintetizado com 210 Hz e amortecimento de 0,2879. Podemos observar que ocorrem apenas duas oscilações completas. Este caso é extremo em termos de amortecimento e dificuldade de caracterização, e pouco provável de ser encontrado em materiais cerâmicos em que o amortecimento se encontra usualmente na faixa entre 10^{-3} e 10^{-5} e a frequência na faixa de 1 a 10 kHz.

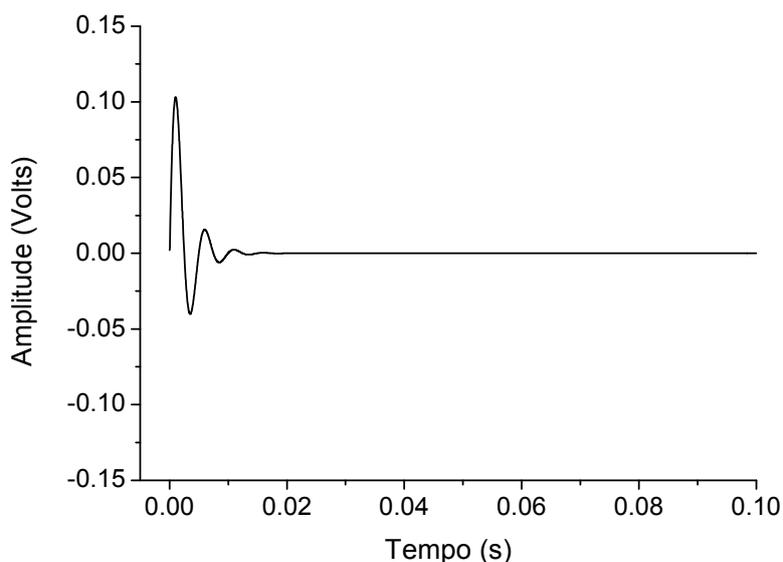


Figura 5.1 Visualização gráfica do sinal sintetizado com 210 Hz e amortecimento de 0,2879.

5.1.2 Precisão na determinação da frequência

No caso da avaliação da precisão do sistema eletrônico e do software embarcado na determinação da frequência do sinal, foram medidos, com o conjunto, sinais sintetizados além dos extremos da faixa de frequência em que é solicitada a instrumentação (de 20 Hz a 20 kHz), com amplitude igual à metade do fundo de escala (de 2,1 Volts de pico a pico). Os resultados estão mostrados na Tabela 5.3.

Tabela 5.3 Comparação entre a frequência de sinais sintetizados e medidos.

	Sinal 1	Sinal 2	Sinal 3	Sinal 4	Sinal 5
Sintetizado	30,0 Hz	105,0 Hz	5.875 Hz	11.750 Hz	23.500 Hz
Medido	30,0 Hz	105,0 Hz	5.875 Hz	11.750 Hz	23.500 Hz
Diferença percentual	≤ 0,05 %	≤ 0,05 %	≤ 0,05 %	≤ 0,05 %	≤ 0,05 %

Não foi encontrada nenhuma diferença superior a 0,05% entre a frequência sintetizada e a frequência medida. Esta alta precisão deve-se a precisão do *clock*, componente eletrônico que gera a base de tempo para o processamento do sinal, e ao algoritmo de processamento do sinal.

5.1.3 Precisão do controle da excitação do corpo de prova

O controle da excitação do corpo de prova é realizado pelo ajuste do pulso elétrico aplicado no atuador eletromagnético. A duração deste pulso é ajustável entre 1 e 100 ms e amplitude entre 1 e 12 V. Na Figura 4.11 (pag. 39) é mostrada a correlação entre a amplitude da emissão acústica de um corpo de prova de alumina densa e a tensão de excitação aplicada no atuador eletromagnético para um tempo fixo de 30 ms na faixa de 7,8 a 9,1 V. Foram realizados cinco ensaios para cada ponto. A barra de erro corresponde ao desvio padrão dessas cinco medidas. Pode-se observar uma correlação linear, com coeficiente de determinação r^2 igual a 0,996, entre a amplitude ajustada e a excitação induzida, e um espalhamento moderado que diminui com o aumento da excitação. A incerteza média encontrada para a excitação foi de $\pm 5\%$. Este é um valor relativamente alto quando comparado às precisões na determinação das frequências e da amplitude, porém compreensível, visto que a excitação envolve a cumulação de tolerâncias e incertezas das partes mecânicas e elétricas do atuador eletromagnético.

Constatadas as precisões nos três procedimentos básicos, que são a determinação das frequências (o que garante a precisão na determinação dos módulos elásticos dinâmicos), e a determinação da amplitude e do amortecimento, comprova-se o bom desempenho do aparato experimental desenvolvido.

5.2 Resultados das caracterizações

5.2.1 Influência do tipo de choque térmico

Por questões práticas, usualmente os procedimentos de aplicação de choque térmico em pesquisas da área de materiais refratários consistem em ciclos que combinam os danos por aquecimento e por resfriamento. O aquecimento pode ser ao ar ou em metal fundido e o resfriamento ao ar, em água ou em óleo. Há também variações que aplicam gradientes térmicos, maçaricos e ar comprimido [56]. Para que o dano seja exclusivamente de aquecimento ou resfriamento, é necessário que uma das etapas (o aquecimento ou o resfriamento) seja realizada lentamente.

A avaliação da influência do tipo de choque térmico foi um dos primeiros estudos desta tese [54], e visou verificar se o choque de aquecimento contribui para a ocorrência de dano e se há correlação entre as alterações no módulo de ruptura, módulo de Young dinâmico e amortecimento são coerentes entre si independentemente do tipo de dano. Este interesse foi despertado porque no caso do dano por resfriamento há maior probabilidade de surgimento de trincas na superfície do corpo de prova e no choque de aquecimento em seu interior.

Na Figura 5.2 é apresentado o módulo de Young retido percentual de três grupos de três corpos de prova do concreto AT após 10 ciclos de diferentes tipos de choque térmico (tipos 2, 3 e 4, que não envolvem resfriamento em água; vide secção 4.2 Aplicação do dano por choque térmico). A variação de temperatura foi de 1.100 °C. Observa-se que não houve queda do valor do E-retido para o grupo que sofreu choque térmico de aquecimento (tipo 2). O grupo que recebeu choque de aquecimento seguido de resfriamento (tipo 4) apresentou uma tendência de queda maior do que o grupo que recebeu o choque apenas de resfriamento (tipo3), 90 % vs. 86 %, pelo menos com relação ao valor médio. Porém houve superposição das barras de erro. O módulo de Young foi caracterizado com o corpo de prova em diferentes orientações (a 0° e girado de 90° com relação ao seu comprimento) e não foram encontradas variações.

Na Figura 5.3 é apresentado o amortecimento de um grupo de corpos de prova de referência, que não sofreram choque térmico, e dos três grupos submetidos aos diferentes tipos de choque térmico.

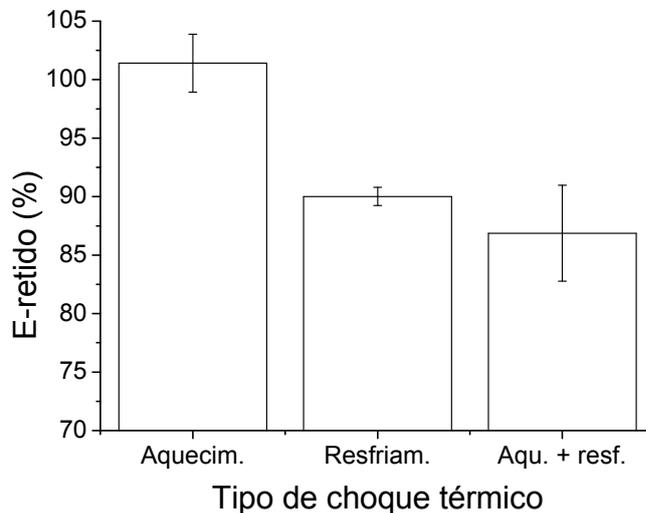


Figura 5.2 Módulo de Young retido percentual, E-retido, em função do tipo de choque térmico aplicado em grupos de três amostras do concreto AT (após 10 ciclos e ΔT de 1.100 °C) [54].

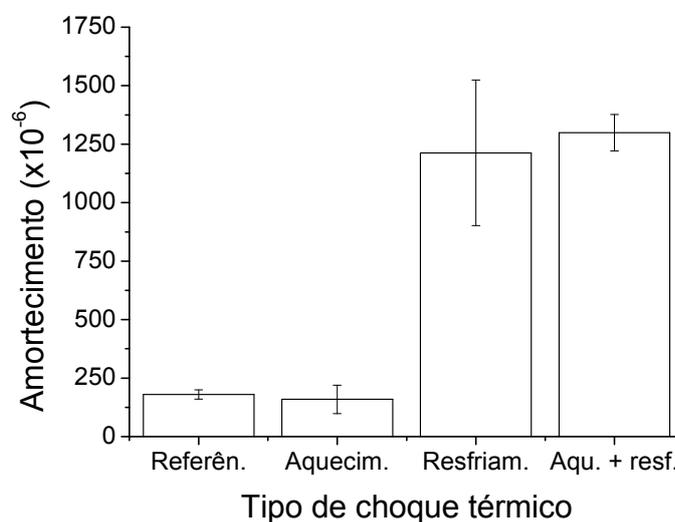


Figura 5.3 Amortecimento em função do tipo de choque térmico aplicado em grupos de três amostras do concreto AT (após 10 ciclos e ΔT de 1.100 °C) [54].

O resultado é similar ao encontrado para o módulo de Young retido percentual. O grupo que sofreu choque térmico de aquecimento parece não ter

sofrido dano. O grupo que sofreu somente choque de aquecimento seguido de resfriamento apresentou maior valor médio de amortecimento do que o grupo que sofreu choque de resfriamento, porém há superposição das barras de erro indicando dano semelhante para os dois casos.

Na Figura 5.4 é apresentado o módulo de ruptura do grupo de corpos de prova de referência e dos três grupos submetidos aos diferentes tipos de choque térmico. Novamente, tem-se a indicação de que o dano por resfriamento promoveu dano similar ao de aquecimento seguido de resfriamento, o que confirma os resultados gerais encontrados com a caracterização do módulo de Young e do amortecimento. Contudo, no caso do MOR, este indica a ocorrência de dano no grupo que sofreu somente choque térmico de aquecimento, apesar da superposição parcial das barras de erro.

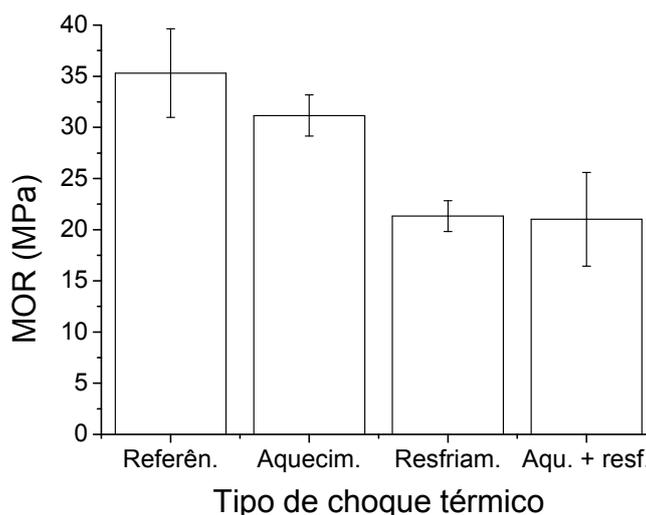


Figura 5.4 Módulo de ruptura em função do tipo de choque térmico aplicado em grupos de três amostras do concreto AT (após 10 ciclos e ΔT de 1.100 °C) [54].

É sabido a partir dos fatores que afetam a resistência ao dano por choque térmico [4] que a tensão mecânica de natureza térmica durante o aquecimento é metade do que ocorre no resfriamento. E que, adicionalmente, quando a amostra é aquecida a superfície é submetida à compressão e quando é resfriada à tração. Considerando estas informações e o fato de que os materiais cerâmicos são mais resistentes sob compressão do que sob tração, pode-se esperar que a resistência ao dano por choque térmico seja superior

para os choques de aquecimento do que para os de resfriamento. Estas considerações explicam os resultados encontrados.

Os resultados desta avaliação dos diferentes tipos de choque térmico ao ar mostram que para os choques térmicos empregados e para o material avaliado, o de resfriamento é a causa primária do dano, apesar de indicações de que pode haver uma pequena contribuição do choque por aquecimento. Os resultados também mostram que há coerência entre as alterações do módulo de Young dinâmico, do amortecimento e do módulo de ruptura.

5.2.2 Influência da umidade

Dada a importância e a extensão do uso da Técnica de Excitação por Impulso, foram estabelecidas normas [13] e guias de boas práticas [10]. Contudo não é discutida na referida literatura a eventual influência da umidade na incerteza de medição dos módulos elásticos dinâmicos ou do amortecimento, influência esta que pode ser crítica para materiais porosos, como os concretos refratários caracterizados que apresentam porosidade aparente entre 14 e 20% (15 % para o A2, 14 % para o A8 e 20 % para o AT). O conhecimento da influência da umidade é muito importante para este trabalho visto que a medição da não-linearidade trata justamente da variação dos módulos elásticos e do amortecimento com a amplitude de vibração.

A suspeita a respeito da influência da umidade surgiu com a realização de ensaios preliminares no início do doutorado, nos quais se observou alterações nos módulos elásticos correlacionadas com variações da umidade ambiente. E também da literatura sobre a influência da umidade na propagação de trincas [57].

Foram realizadas buscas na literatura e encontrados trabalhos relacionados na área de geologia. Estes trabalhos indicam que o módulo de Young e o amortecimento de rochas de microestrutura complexa e similar a dos materiais refratários, com poros, trincas e microtrincas, são sensivelmente afetados pela umidade. Além de induzir a expansão [58], a presença da umidade reduz a rigidez do material e ativa os mecanismos não-lineares que se manifestam pela dependência do módulo de Young e do amortecimento com a amplitude de vibração do material [25]. Abeelee e colaboradores [25]

encontraram alterações em função da umidade de até uma ordem de grandeza para o módulo de Young (redução com o aumento da umidade) e de até duas ordens de grandeza para o amortecimento (elevação com o aumento da umidade).

Em função disso, nesta tese foi avaliada a influência da umidade na caracterização do amortecimento e do módulo de Young dinâmico do concreto refratário A8, com e sem dano por choque térmico. A sensibilidade à umidade foi detectada nos três materiais, A2, A8 e AT, sendo o material A8 o que apresentou a maior sensibilidade, e por isso, o escolhido para a avaliação. O dano foi aplicado com aquecimento ao ar e resfriamento em água com uma variação de temperatura de 1.075 °C (vide secção 4.2).

O objetivo desta parte do trabalho foi quantificar a influência da umidade ambiente, avaliar a correlação com o dano por choque térmico e estabelecer um procedimento padrão para minimizar esta influência. A avaliação foi realizada através de ciclos monitorados de secagem dos corpos de prova por aquecimento e por ciclos isotérmicos com o emprego de sílica-gel, após estes terem sido expostos a uma atmosfera saturada de umidade.

Ciclo de secagem com temperatura

O ciclo de secagem com temperatura foi realizado com o auxílio do forno instrumentado descrito na secção 4.1.6 e dividido em quatro etapas conforme listado a seguir (Figura 5.5):

- 1) Umidificação em atmosfera saturada com umidade durante 24 horas.
- 2) Secagem em condições ambiente durante 12 horas.
- 3) Secagem a 120 °C durante 4 horas.
- 4) Re-umidificação parcial por 12 horas em condições ambiente.

Este ciclo foi planejado visando facilitar o estabelecimento do procedimento padrão. A temperatura de 120 °C foi escolhida por ser típica dos procedimentos de secagem. A etapa 4 é particularmente importante porque inicialmente se acreditava que as propriedades elásticas permaneceriam estáveis após a secagem em estufa a 120 °C.

O módulo de Young e o amortecimento foram medidos continuamente e simultaneamente durante as etapas 2, 3 e 4 com intervalos de 1 minuto. Na etapa 1 (região em azul da Figura 5.5), o corpo de prova estava fora do forno instrumentado e dentro de uma caixa plástica fechada com umidade relativa igual a 100%, obtida com uma estopa úmida colocada em conjunto. Na etapa 2 (que simula uma secagem ao ar livre), a amostra foi movida da caixa plástica para o forno instrumentado em condições de temperatura e umidade ambientes (25°C e umidade relativa de 60%), e mantida nestas condições durante 12 horas com a porta do forno aberta. Na etapa 3 (região em vermelho), a porta do forno foi fechada e a temperatura elevada até 120 °C com a taxa de 1 °C/min e mantida neste patamar por 4 horas. Na etapa 4, a porta do forno foi novamente aberta e mantida assim por 12 horas para acelerar o resfriamento do conjunto e permitir a re-adsorção em condições ambiente (25 °C e umidade relativa de 60 %).

Inicialmente o ensaio foi planejado apenas com as etapas 1, 3 e 4, porém com a repetição do ciclos e obtenção de resultados preliminares, constatou-se que seria interessante a inclusão da etapa 2 para simular a secagem ao ar livre.

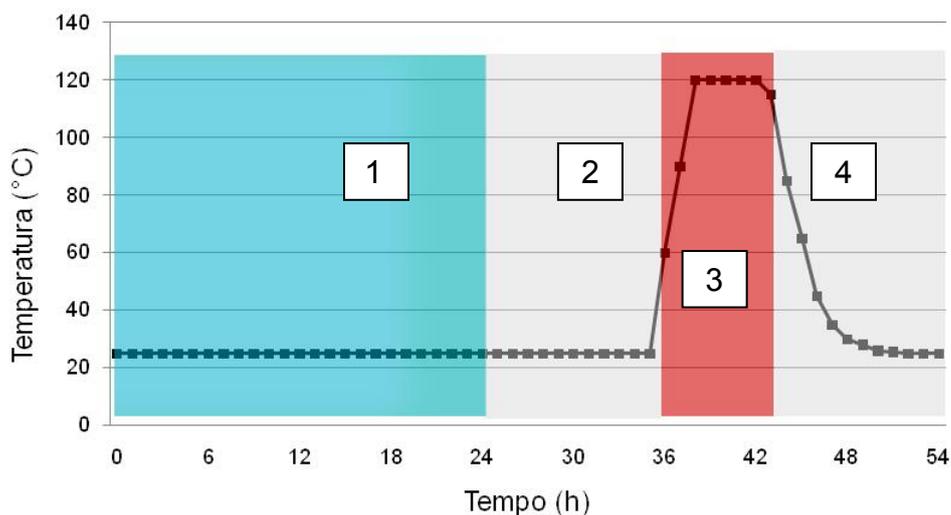


Figura 5.5 Ciclo de secagem com temperatura: (1) umidificação em atmosfera saturada, (2) secagem em condições ambiente, (3) secagem a 120 °C e (4) re-umidificação parcial em condições ambiente.

Ciclo de secagem isotérmica

O ciclo de secagem isotérmica com sílica-gel foi realizado com o auxílio da câmara hermética descrita na secção 4.1.5 (vide Figura 4.17), em temperatura ambiente, e dividido em três etapas:

- 1) Umidificação em atmosfera saturada durante 24 horas.
- 2) Secagem em condições ambiente durante 12 horas.
- 3) Secagem com sílica-gel durante 7 horas em temperatura ambiente.

A primeira e a segunda etapas são iguais as respectivas etapas do ciclo de secagem com temperatura (Figura 5.5). O ensaio foi realizado empregando-se as mesmas amostras. O módulo de Young e o amortecimento foram medidos continuamente e simultaneamente durante as etapas 2 e 3 com intervalos de 1 minuto.

Na Figura 5.6 é apresentada a evolução do amortecimento em função do tempo (gráficos superiores) relativa ao ciclo de secagem com temperatura para o concreto A8. No gráfico inferior é mostrada a variação da temperatura em função do tempo (ver Figura 5.5).

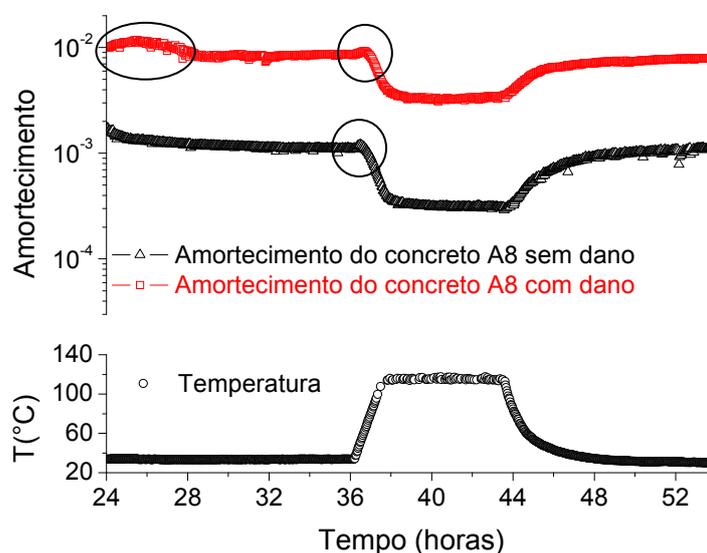


Figura 5.6 Evolução do amortecimento (gráficos superiores) do concreto A8, com e sem dano, em função do tempo no ciclo de secagem por temperatura. O gráfico inferior mostra a temperatura em função do tempo.

De forma análoga, na Figura 5.7 é apresentada a evolução do módulo de Young em função do tempo. Notar que embora os eixos verticais destas figuras mostrem faixas de valores distintas, o intervalo de 16 GPa é igual para ambos.

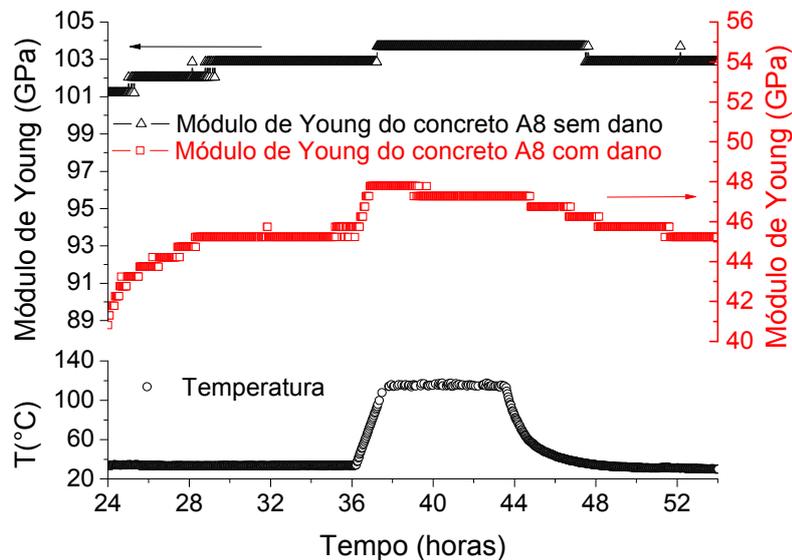


Figura 5.7 Evolução do módulo de Young (gráficos superiores) do concreto A8, com e sem dano, em função do tempo no ciclo de secagem com temperatura. O gráfico inferior mostra a temperatura em função do tempo.

Na Tabela 5.4 são apresentados os valores medidos no final da etapa 1, após o corpo de prova ter sido exposto por um longo período a um ambiente saturado (vide Figura 5.5), e após a etapa 4, depois de ter sido submetido a secagem a 120 °C e ter repousado em condições ambientes de temperatura e umidade (25 °C / umidade relativa de 60 %). Observa-se uma alta sensibilidade para o amortecimento ($\Delta\%(A-D)$) e uma sensibilidade significativa para o módulo de Young. O amortecimento chegou a variar -35 % com a perda de umidade no corpo de prova sem dano e o módulo elástico +9,4 % para o corpo de prova com dano. Estas variações comprovam a influência da umidade e fornecem a ordem de grandeza de quanto podem ser estas variações para concretos refratários de alta alumina.

Além das variações, foram observadas elevações momentâneas no amortecimento (regiões destacadas com balões da Figura 5.6), que podem

estar associadas ao surgimento de gradientes de umidade no material. Os gráficos indicam que, pelo menos para o concreto A8, quatro horas são suficientes para a estabilização das propriedades em todas as etapas dos ciclos. O dano, por sua vez, elevou a sensibilidade à umidade do módulo de Young (de 1,7 para 9,4 %) e reduziu a do amortecimento (de -35 % para -20 %), pelo menos em termos percentuais. Pode-se atribuir a elevação da sensibilidade à umidade do módulo de Young com o dano, e em números absolutos também do amortecimento, à presença de uma maior quantidade de trincas e microtrincas, cuja dinâmica é alterada pela presença de água adsorvida [25].

Tabela 5.4 Valores do amortecimento e do módulo de Young antes (ao final da etapa 1, Figura 5.5) e após o ciclo de secagem com temperatura (ao final da etapa 4, Figura 5.5).

		Material sem dano	Material com dano
Amortecimento	Antes	0,0017	0,0099
	Depois	0,0011	0,0079
	$\Delta\%$ (A-D)	-35 %	-20 %
Módulo de Young (GPa)	Antes	101,2	41,3
	Depois	102,9	45,2
	$\Delta\%$ (A-D)	+1,7 %	+9,4 %

Na Figura 5.8 é apresentado o amortecimento em função da temperatura do material com e sem dano (este gráfico refere-se à mesma medição apresentada na Figura 5.6). Ocorre de uma histerese, que se atribui à remoção da umidade com o aquecimento da amostra, ao tempo necessário para a reabsorção da umidade e à histerese da isoterma de adsorção/dessorção.

Na Figura 5.9 é apresentada a evolução do amortecimento e do módulo de Young em função do tempo (gráfico superior) do corpo de prova sem dano ao longo do ciclo isotérmico de secagem na câmara hermética com sílica-gel. No gráfico inferior da mesma figura é mostrada a variação da umidade relativa no interior da câmara em função do tempo. Na Figura 5.10 são mostrados gráficos análogos para o corpo de prova que sofreu dano por choque térmico.

Pode-se observar na Figura 5.9, e também na Figura 5.10, contudo menos claramente, que a variação do módulo de Young e do amortecimento

não é linear com a umidade relativa. No gráfico superior da Figura 5.9 é evidente a ocorrência de uma alteração brusca em torno dos 150 minutos e umidade relativa de 35 %. Este ponto deve estar associado ao processo de dissorção a à influência da umidade para o movimento relativo das paredes das trincas e micro-trincas [25].

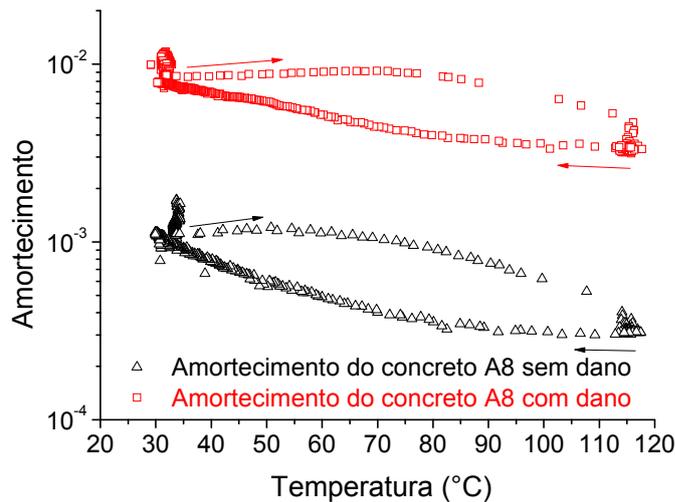


Figura 5.8 Amortecimento em função da temperatura durante o ciclo de secagem com temperatura (concreto A8).

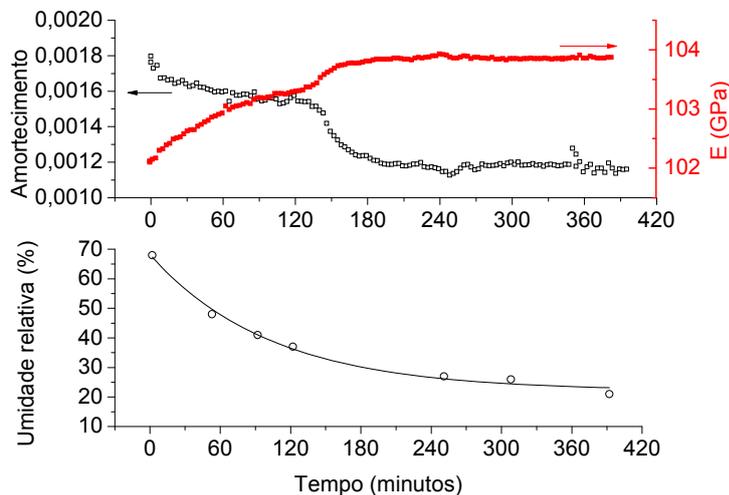


Figura 5.9 Evolução do módulo de Young e do amortecimento da amostra sem dano ao longo do ciclo de secagem isotérmica com sílica-gel.

Na Tabela 5.5 são apresentados os valores medidos antes do início da secagem isotérmica na câmara hermética e após 7 horas na câmara. O efeito da secagem isotérmica foi similar para o corpo sem dano e inferior para o corpo

com dano. Provavelmente, porque o aquecimento é capaz de remover de forma mais eficiente a umidade adsorvida pelas trincas e microtrincas do material.

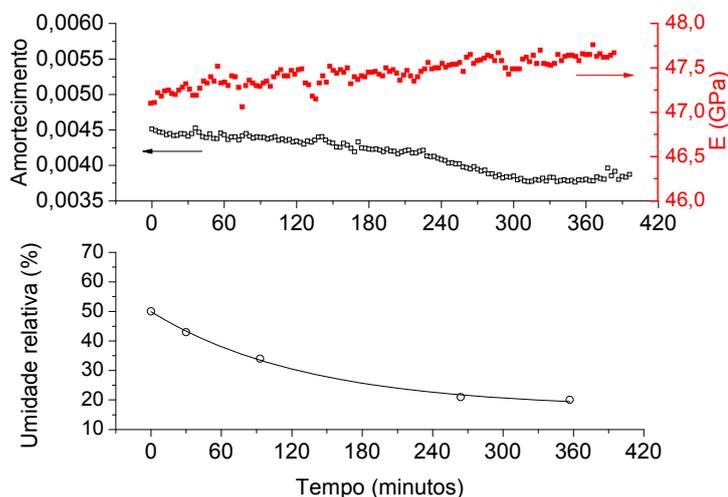


Figura 5.10 Evolução do módulo de Young e do amortecimento da amostra (concreto A8) com dano ao longo da secagem com sílica-gel.

O aumento do módulo de Young e a diminuição do amortecimento com a secagem isotérmica confirmam a influência da umidade e está em concordância com os resultados obtidos com a secagem por temperatura e com os resultados obtidos no estudo de rochas por Abelee et al [25]. A diminuição da umidade reduz a mobilidade das trincas e microtrincas aumentando a rigidez e diminuindo a dissipação de energia por atrito interno do material [20,25]. Os resultados evidenciam a importância de se considerar a influência da umidade na caracterização do amortecimento e do módulo de Young, e conseqüentemente, na caracterização da não-linearidade.

Tabela 5.5 Valores do amortecimento e do módulo de Young antes e após o ciclo de secagem isotérmica com sílica-gel.

		Material sem dano	Material com dano
Amortecimento	Antes	0,0018	0,0045
	Depois	0,0012	0,0039
	$\Delta\%$ (A-D)	-33 %	-13 %
Módulo de Young (GPa)	Antes	101,60	47,10
	Depois	103,37	47,67
	$\Delta\%$ (A-D)	+1,74 %	+1,21 %

Para minimizar a influência da umidade sem comprometer a praticidade do ensaio, recomenda-se a partir dos resultados deste trabalho [59] que antes da caracterização do módulo de Young, do amortecimento e da não-linearidade, seja realizado um ciclo de secagem a 120 °C com duração de 12 horas, seguido da manutenção do corpo de prova em condições ambiente por mais 6 horas para a estabilização das propriedades. A variação da norma ASTM E1871 [13] específica para refratários [60] sugere a secagem em estufa, contudo imediatamente após a secagem, o corpo de prova se encontra em regime transitório enquanto entra em equilíbrio com a umidade ambiente. Também é recomendável a caracterização em conjunto de todas as amostras envolvidas no estudo para evitar a influência de flutuações da umidade ambiente. Uma última recomendação, entretanto menos viável, é a realização dos ensaios em ambiente com umidade e temperatura controladas ou a 120 °C.

5.2.3 Avaliação da resistência ao dano por choque térmico

O aparato experimental desenvolvido, que associa com praticidade a Técnica de Excitação por Impulso com a técnica de Espectroscopia Acústica Ressonante Não-linear, foi empregado na avaliação da resistência ao dano por choque térmico dos concretos refratários A2, A8 e AT descritos na secção 4 Materiais.

A avaliação da resistência ao dano por choque térmico destes materiais foi realizada aplicando-se choques térmicos de aquecimento ao ar seguido de resfriamento em água conforme metodologia descrita na secção 4.2 Aplicação do dano por choque térmico, choque térmico tipo 1. O total de 24 corpos de prova de cada material foi dividido em oito grupos com três corpos cada, os quais receberam um único ciclo de choque térmico com variações progressivas de temperatura, conforme especificado na Tabela 4.1.

Conforme procedimento sugerido na secção 6.2.1 (Influência da umidade), após a aplicação do choque térmico e antes das caracterizações, foi realizado um ciclo de secagem por temperatura a 120 °C por 12 horas, seguido da manutenção da amostra em condições ambiente por mais 6 horas para a estabilização das propriedades. Na sequência, foram caracterizados os

coeficientes de não-linearidade α e β (vide secção 4.3.3), o módulo de Young dinâmico, o amortecimento e o módulo de ruptura de todas as amostras. O módulo de cisalhamento e a razão de Poisson também foram caracterizados com o objetivo de aumentar a precisão do cálculo do módulo de Young pelo cálculo exato dos fatores R e T empregados nas equações 2.4 e 2.5, respectivamente. Também foram realizadas análises microestruturais dos materiais.

Na Figura 5.11 é apresentado o módulo de Young retido percentual e na Figura 5.12 a variação percentual do amortecimento em função da variação de temperatura do choque térmico para cada grupo de cada material. Estes resultados foram obtidos com o atuador eletromagnético ajustado para a intensidade mínima (vide secção 4.2.3 Atuador eletromagnético ajustável). Os valores de referência são apresentados na Tabela 5.6 e correspondem, nos gráficos, aos pontos com variação de 0 °C (sem choque térmico). As barras de erro destes gráficos e dos seguintes correspondem ao desvio padrão da medição dos três corpos de prova de cada grupo.

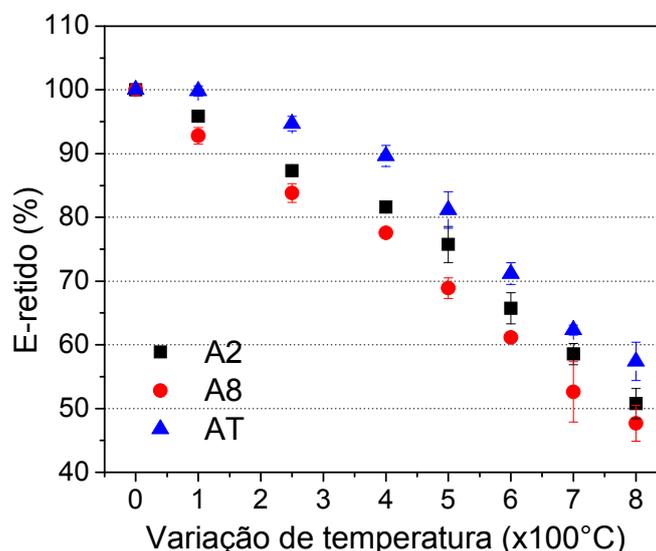


Figura 5.11 Módulo de Young retido percentual em função da severidade do choque térmico (um único ciclo) para os materiais A2, A8 e AT.

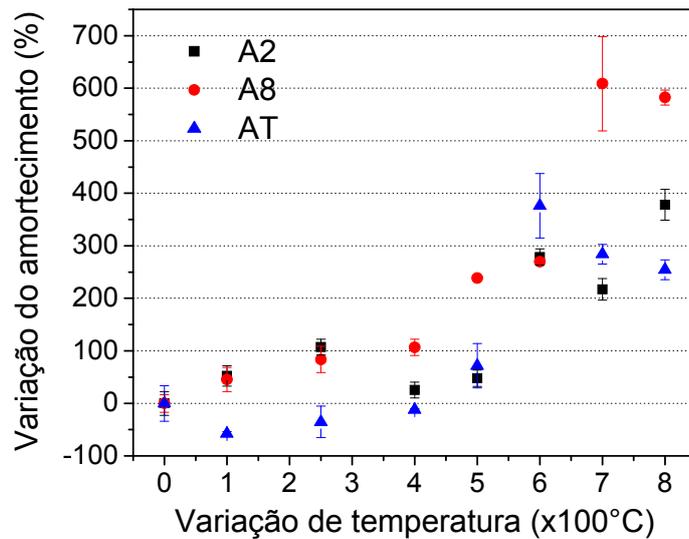


Figura 5.12 Variação percentual do amortecimento em função da severidade do choque térmico (um único ciclo) para os materiais A2, A8 e AT.

Observa-se uma redução de E-retido que atinge valores em torno de 60 % para o material AT e de 50 % para os materiais A2 e A8 (Figura 5.11). A queda percentual foi maior para o material A8, seguido pelo A2 e pelo AT.

A queda de E-retido dos materiais A2 e A8, detectada logo de início para a variação de temperatura de 100 °C, indica a ausência da temperatura crítica (ΔT_c) para estes materiais, pelo menos na faixa de temperatura investigada (≥ 100 °C). Consequentemente há a possibilidade de ocorrência de dano e trincas longas durante o resfriamento pós-queima destes materiais, o que não parece ocorrer para o material AT, para o qual a variação de temperatura crítica deve estar entre 100 e 250 °C, visto que para a variação de 100 °C não houve queda no módulo elástico retido. Esta hipótese é reforçada pelo maior módulo de Young e menor amortecimento inicial do material AT (Tabela 5.6) e pelos resultados da caracterização da não-linearidade que serão apresentados mais a frente.

A variação do amortecimento seguiu uma tendência inversa a do E-retido aumentando com a intensificação do dano, o que é esperado, visto que a nucleação e propagação de trincas e microtrincas enfraquecem o material e elevam o atrito interno pelo aumento do número de defeitos friccionais. O material A8 apresentou as maiores variações, seguido pelo A2 e pelo AT. A

variação percentual do amortecimento com o dano foi uma ordem de grandeza superior à variação do módulo de Young retido, contudo os resultados também apresentaram maior espalhamento. A maior sensibilidade do amortecimento também leva a uma maior susceptibilidade à influência de outras variáveis.

Tabela 5.6 Valores de referência do módulo de Young e do amortecimento dos materiais A2, A8 e AT (grupo A, que não sofreu dano).

	A2	A8	AT
Módulo de Young (GPa)	120,4	112,5	126,8
Amortecimento	0,0014	0,0015	0,0007

Na Figura 5.12 ocorre um máximo no amortecimento do material A2 para a variação de temperatura de 250 °C. O material A8 chega a esboçar tal máximo. São encontrados trabalhos na literatura [17] que descrevem comportamentos semelhantes para concretos aluminosos e que atribuem este máximo a diferentes estágios da nucleação e propagação das trincas e microtrincas. É necessário um estudo aprofundado das alterações microestruturais para o entendimento deste comportamento.

Os coeficientes de não-linearidade α e β foram avaliados para cada grupo de cada material. Conforme detalhado na secção 4.3.3, estes coeficientes foram definidos para quantificar a não-linearidade mesoscópica a partir de variações do módulo de Young dinâmico e do amortecimento em função da amplitude de vibração/excitação. Na Figura 5.13 são apresentados os resultados obtidos para o coeficiente α e na Figura 5.14 para o coeficiente β para os materiais A2, A8 e AT.

O coeficiente α foi sempre negativo e seu módulo aumentou com o dano. A taxa de aumento dependeu da variação de temperatura e foi maior para as variações superiores a 400 °C. Como mostrado na Tabela 5.7, para o grupo de referência, o coeficiente α foi de -0,01 %/V para o AT, de -0,03 %/V para A2 e de -0,09 %/V para o A8. Destaca-se o baixo valor detectado para o material AT e o valor 900 % maior para o A8.

O coeficiente β foi sempre positivo e aumentou com o dano. Como mostrado na Tabela 5.7, para o grupo de referência o coeficiente β foi de

aproximadamente 3,8 %/V para o AT, 5,8 %/V para o A2 e 21,0 %/V para o A8. Mais uma vez, destaca-se o AT com o menor valor e o A8 com o maior (560 % maior). O coeficiente β atingiu valores elevados, por exemplo, 113,9 %/V para o material A8 após o choque térmico com variação de 700 °C e 105,8%/V para o AT com variação de temperatura de 800 °C. Percentuais tão elevados podem facilmente levar a erros de interpretação de resultados e dificultam muito a realização de trabalhos interlaboratoriais. Apenas alterando a intensidade da excitação, pode-se obter um valor significativamente diferente.

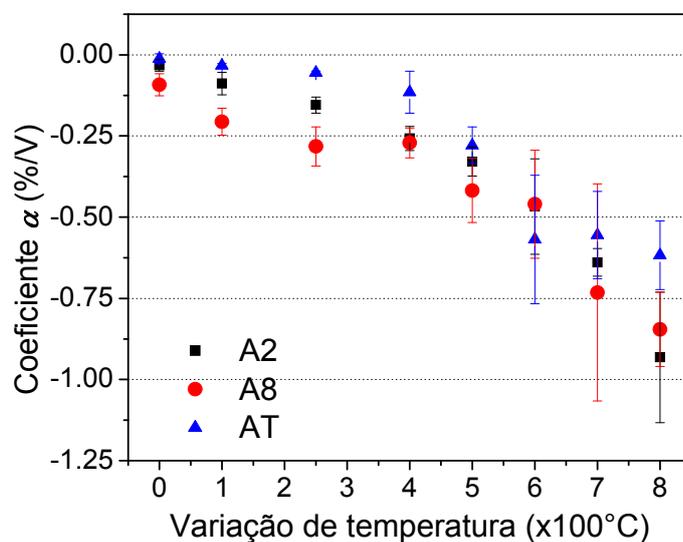


Figura 5.13 Coeficiente de não-linearidade α em função da severidade do choque térmico (um único ciclo) para os materiais A2, A8 e AT.

É interessante notar que no grupo de referência, os coeficientes de não-linearidade são muito menores para o material AT (vide Tabela 5.7), o que confirma a hipótese de que este material não sofreu o mesmo dano no resfriamento pós-queima que os materiais A2 e A8, que já de início apresentaram percentuais maiores de não-linearidade, principalmente o A8.

Na Figura 5.15 é apresentado o módulo de ruptura retido percentual dos materiais A2, A8 e AT medido pelo método de flexão a três pontos conforme descrito na secção 4.3.1. Os valores de referência sem choque térmico são 38,5 MPa para o AT, 34,5 MPa para o A2 e 26,6 MPa para o A8 (Tabela 5.8).

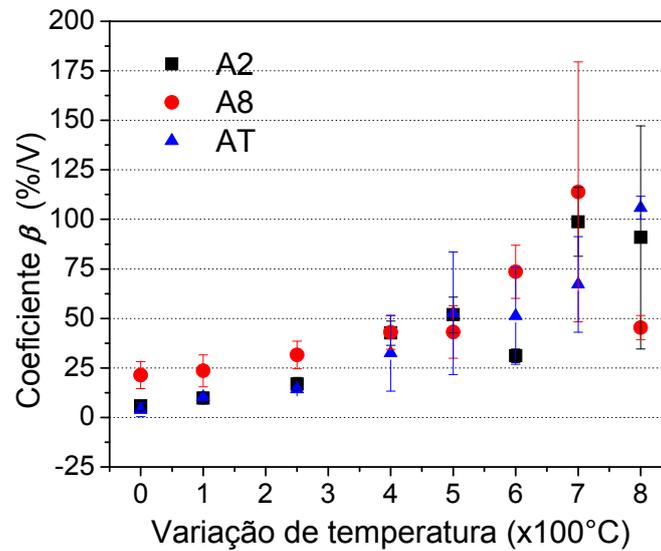


Figura 5.14 Coeficiente de não-linearidade β em função da severidade do choque térmico (um único ciclo) para os materiais A2, A8 e AT.

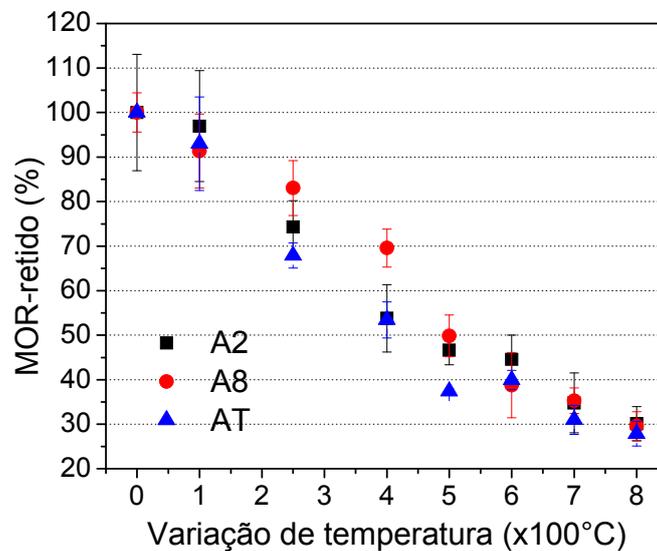


Figura 5.15 Módulo de ruptura retido percentual, MOR-retido, em função da severidade do choque térmico (um único ciclo) para os materiais A2, A8 e AT.

O MOR-retido não conseguiu distinguir os três materiais tão claramente quanto o E-retido.

Tabela 5.7 Valores de referência dos coeficientes de não-linearidade, α e β , dos materiais A2, A8 e AT (grupo A, que não sofreu dano).

	A2	A8	AT
Coeficiente α (%/V)	-0,03	-0,09	-0,01
Coeficiente β (%/V)	+5,8	+21,0	+3,8

Tabela 5.8 Valores de referência do módulo de ruptura dos materiais A2, A8 e AT (grupo A, que não sofreu dano).

	A2	A8	AT
Módulo de ruptura (MPa)	34,5	26,6	38,5

Na Figura 5.16 é apresentada a microestrutura do material A2 e na Figura 5.17 do material AT após a sinterização. Na Figura 5.18 é apresentada a microestrutura do material AT e na Figura 5.19 do material A2 após aplicação do choque térmico severo (resfriamento em água) com variação de temperatura de 800 °C [61].

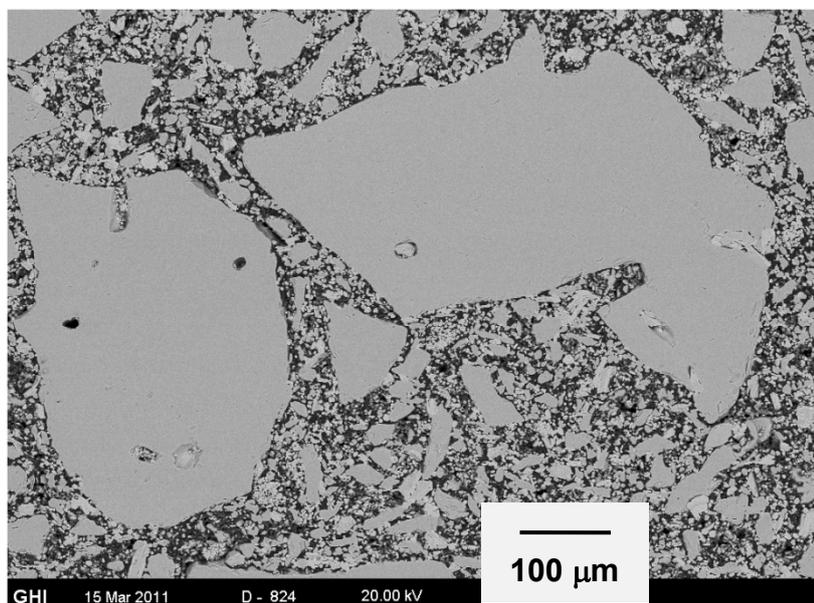


Figura 5.16 Microestrutura do concreto A2 após a sinterização.

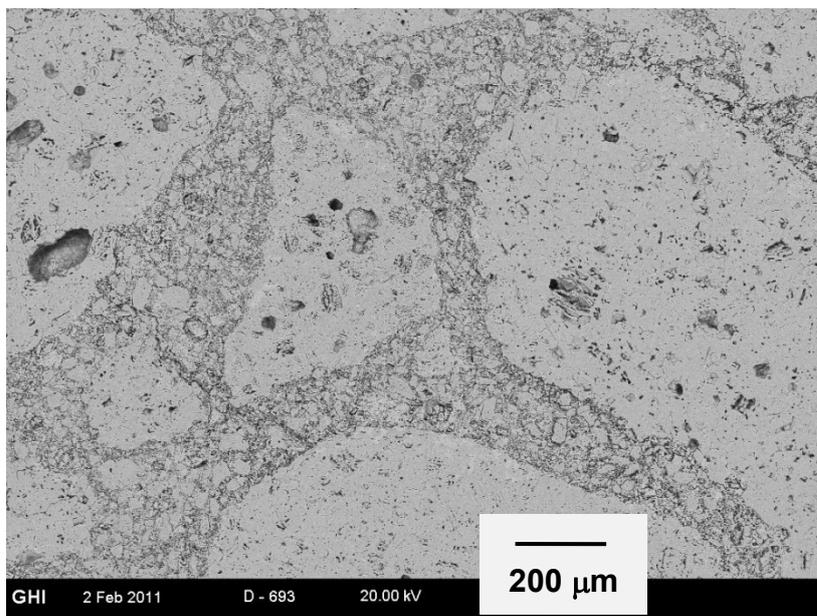


Figura 5.17 Microestrutura do concreto AT após a sinterização [61].

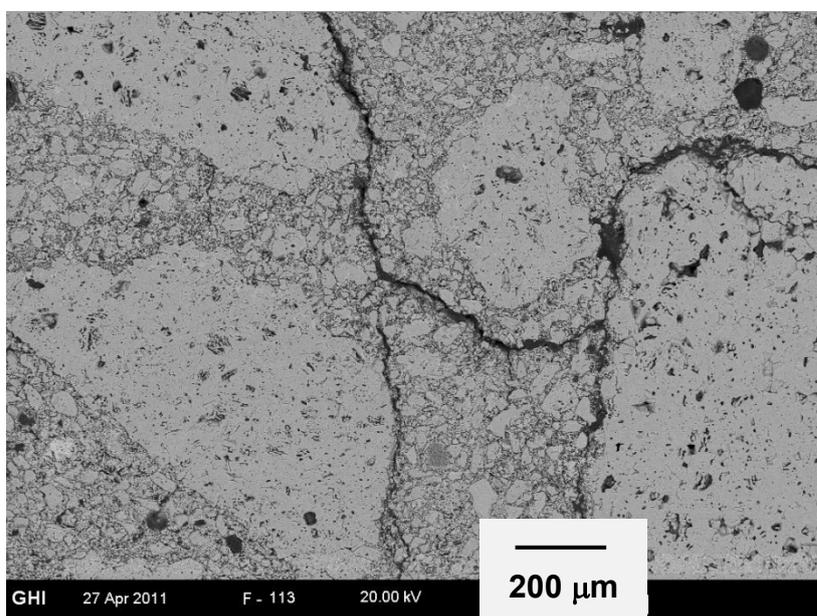


Figura 5.18 Microestrutura do concreto AT após dano severo por choque térmico com variação de temperatura de 800 °C [61].

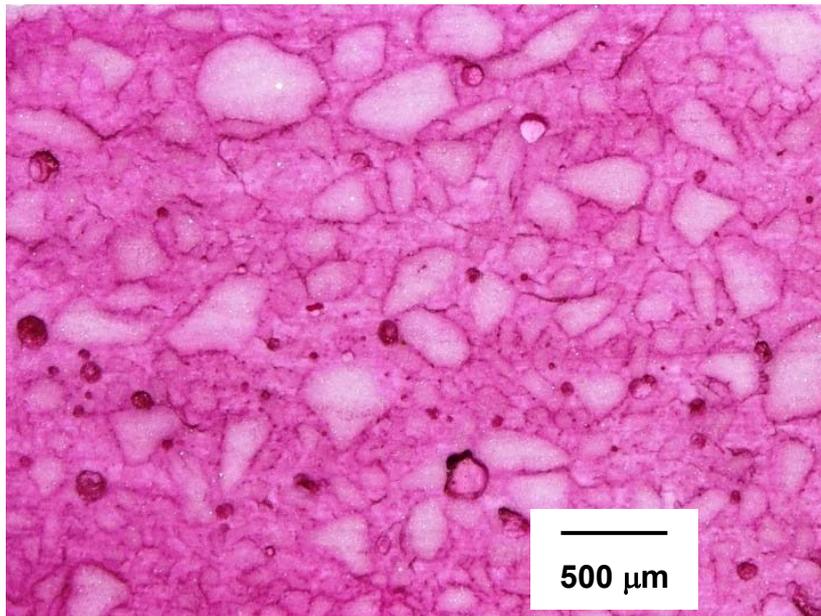


Figura 5.19 Microestrutura do concreto A2 colorido com fucsina, após dano severo por choque térmico com variação de temperatura de 800 °C.

No caso do material AT, que possui agregados de alumina tabular, pode-se observar a presença de grande número de poros no interior dos agregados, o que não ocorre no caso do material A2, preparado com agregados de alumina eletrofundida branca.

Trincas podem ser observadas nas interfaces agregados-matriz (Figura 5.17 e Figura 5.19), que tiveram como causa as tensões internas de natureza térmica potencializadas pela anisotropia do coeficiente de expansão térmica, tanto na matriz quanto nos agregados. A formação destes defeitos explica a queda do módulo de Young (Figura 5.11) e do módulo de ruptura (Figura 5.15), e a ocorrência e intensificação da não-linearidade mesoscópica avaliada pelos coeficientes α e β .

O movimento relativo entre as paredes das trincas e micro-trincas é governado por coeficientes de atritos estático e dinâmico, que são diferentes e conferem o comportamento histerético de chaves liga-desliga a estes defeitos [19,20]. Com o aumento da amplitude de excitação/vibração pelo atuador eletromagnético, uma área maior de superfícies de trincas entra em movimento relativo reduzindo assim os módulos elásticos dinâmicos e elevando o

amortecimento. Os valores encontrados para os coeficientes α e β indicam que a redução no módulo de Young devido a este fenômeno é significativa, contudo pequena. Porém, o aumento do amortecimento é expressivo e pode facilmente levar a interpretações errôneas de resultados e deve ser levado em consideração na atualização das normas que regem a Técnica de Excitação por Impulso [3,60]. Esta é uma importante contribuição desta tese [61], já que isso tem sérias consequências na prática para a comparação de resultados interlaboratoriais, controle de qualidade e outras áreas.

Considerando o conjunto dos resultados, pode-se dizer que a resistência ao dano por choque térmico do material A2 foi próxima a do material AT para o tipo de choque térmico aplicado. O desempenho do material A8 foi inferior ao do A2 e ao do AT.

Mesmo com o projeto bem elaborado dos concretos A2 e A8, era esperado um desempenho superior do material AT quanto à resistência ao dano por choque térmico, devido aos agregados de alumina tabular ricos em poros e que poderiam contribuir para o bloqueio da propagação de trincas, no caso da propagação através dos agregados. Contudo, como se pode observar na micrografia das Figura 5.17 e 5.18, as trincas no material AT ocorrem na matriz e na interface dos agregados desperdiçando assim o potencial tenacificador dos poros presentes nos agregados e fazendo com que o desempenho do material AT seja apenas ligeiramente superior ao do A2. O desempenho ligeiramente superior do AT pode ser atribuído à alta anisotropia dos cristais dos agregados de alumina eletrofundida branca presentes no A2 e que contribuem para a ocorrência do dano por choque térmico devido a incompatibilidade do coeficiente de expansão com a matriz [9,62], efeito que é intensificado no caso do A8, que possui agregados maiores, e que explica o pior desempenho deste frente ao A2 e AT.

6 CONCLUSÕES

A associação EARN-TEI é factível e foi realizada de forma bem sucedida com o desenvolvimento de um aparato experimental dedicado, que apresentou erros de medição inferiores a +0,05 % na determinação da frequência e a -3,3 % na determinação do amortecimento. O seu potencial para a avaliação do dano por choque térmico é real e foi demonstrado com a caracterização de três concretos refratários à base de alumina.

As informações fornecidas pela medição da não-linearidade mesoscópica de concretos refratários de alta alumina, em função da severidade do dano por choque térmico, são similares as da medição do módulo de Young retido percentual. Porém, estas informações permitem a avaliação mais precisa do dano e a detecção de trincas e microtrincas em situações em que não há valores de referência. A não-linearidade apresentada pelos concretos refratários danificados é intensa e pode comprometer a análise e comparação de resultados; esta constatação é muito importante e deve ser considerada na revisão das normas relacionadas [3,60,61].

Apesar de contar com agregados de alumina tabular, que são excelentes para elevar a resistência ao dano por choque térmico, o concreto AT possui resistência a esse dano apenas ligeiramente superior ao do A2, de alumina eletrofundida branca. Isso acontece porque a ocorrência de trincas no AT se dá na matriz e na interface matriz-agregado, e não nos agregados, que é onde se encontra os mecanismos de tenacificação da alumina tabular.

A umidade possui influência significativa na medição do módulo de Young dinâmico (-9,4 % em ambiente saturado) e do amortecimento (+35 % em ambiente saturado). Portanto, procedimentos de secagem e estabilização devem ser adotados quando utilizando a EARN-TEI ou apenas a TEI. A sugestão deste trabalho é a secagem do corpo de prova a 120 °C por 12 horas, seguida de manutenção em condições ambientes por 6 horas. Ou ainda, a realização dos ensaios em sala climatizada com umidade e temperatura controladas.

Na aplicação de diferentes tipos de choque térmico ao ar, o resfriamento é a causa principal do dano, sendo marginal a contribuição do aquecimento.

7 SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS

Há a necessidade de realização de um trabalho aprofundado de análise microestrutural para o avanço da correlação da não-linearidade com o dano por choque térmico. Este estudo poderia incluir outros materiais refratários largamente utilizados na indústria.

O emprego da associação EARN-TEI poderia ser avaliado para a detecção de dano pós-queima, o que não é possível de forma determinística somente com a medição dos módulos elásticos dinâmicos retidos, visto que neste caso não há valores de referência.

Considerando que os materiais refratários por definição se destinam a aplicações em altas temperaturas, seria muito interessante a extensão do aparato experimental para altas temperaturas, pelo menos para até 1.600 °C. Desta forma, poder-se-ia empregar, por exemplo, a maior sensibilidade do amortecimento para a detecção de transformação de fases e estudo do processo de sinterização, além da medição do módulo de Young dinâmico e da não-linearidade na condição real de uso do material.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] CALLISTER, W.D., *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução*. Quinta edição, LTC Editora, 2002, 589 p.
- [2] LEE, W.E.; VIEIRA, W.; ZHANG S.; AHARI, K.G.; SARPOOLAKY, H.; PARR, C. Castable refractory concretes. **International Materials Reviews**, v. 46, n. 3, p. 145-167, 2001.
- [3] HOMENY, J.; BRADT, R.C. *Thermal Shock of Refractories*. Edited by HASSELMAN, D.P.H.; HELLER, R.A. Plenum Publishing Company. New York, 1980.
- [4] KINGERY, W.D. Factors Affecting Thermal Stress Resistance of Ceramic Materials. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 38, n. 1, p. 3-15, 1955.
- [5] HASSELMAN, D.P.H. Unified Theory of Thermal Shock Fracture Initiation and Crack Propagation in Brittle Ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 82, n. 11, p. 600-604, 1969.
- [6] FAWZY, A.; SEMLER, C.E. Prediction of Refractory Strength Using Nondestructive Sonic Measurements, **Am. Ceram. Soc. Bull.**, v. 64, n. 12, p. 1555-1558, 1985.
- [7] ABEELE, K.V.D.; VISSCHER, J.D. Damage assessment in reinforced concrete using spectral and temporal nonlinear vibration techniques. **Cement and Concrete Research**, v. 30, p. 1453-1464, 2000.
- [8] JOHNSON, P.A.; GUYER, R.A. A nonlinear mesoscopic elastic class of materials. **J. Acoust. Soc. Am.** v. 106, n. 4, p. 2148-2148, 1999.
- [9] MORREL, R. Measuring Elastic Properties of Advanced Technical Ceramics - A review. UK National Physical Laboratory Report, n.42, 41 p, 1996.
- [10] MORREL, R. NPL Measurement Good Practice Guide - Elastic Module Measurement. UK National Physical Laboratory Report, n. 98, 2006. 100 p.
- [11] PICKETT, G. Equations for Computing Elastic Constants from Flexional and Torsional Resonant Frequencies of Vibration of Prisms and Cylinders. **Am. Soc. Test. Mater.**, v. 45, p. 846-865, 1945. Proceedings.

- [12] KANEKO, T. Relation Between Flexional Resonant Frequency Equations for the Flexional Vibration of Cylindrical Rods. **J. Res. Natl. Bur. Stand.**, v. 64B, p. 237, 1960.
- [13] Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Impulse Excitation of Vibration; designation: E1876-07. **ASTM International**, 2007. 15 p.
- [14] PEREIRA, A.H.A.; RODRIGUES, J.A. Incerteza de medição do módulo de Young de materiais por métodos não-destrutivos adotando-se um valor estimado para a razão de Poisson. In: 19° Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência de Materiais - CBECiMat, Campos do Jordão, anais p. 226-233, 2010.
- [15] SILVA, C.W. Vibration Damping, Control, and Design. Primeira edição, Taylor & Francis, 2007, 513 p.
- [16] COPPOLA, J.A. Thermal-Shock Damage in SiC. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 56, n. 4, 214-218, 1973.
- [17] TONNESEN, T.; TELLE, R. Thermal Shock Damage in Castables: Microstructural Changes and Evaluation by a Damping Method. **Ceramic Forum International**, v. 84, n. 9, p. E132-E136, 2007.
- [18] ROEBBEN, G.; BOLLEN, B.; BREBELS, A. Impulse excitation apparatus to measure resonant frequencies, elastic moduli, and internal friction at room and high temperature. **Rev. Sci. Instrum.** v.68, p. 4511-4515, 1997.
- [19] JHONSON, P.A.; OSTROVSKY, L.A. Dynamic nonlinear elasticity in geomaterials. **Rivista del nuovo cemento**. v. 24, n.7, p. 1-45, 2001.
- [20] GUYER, R.A.; MCCALL, K.R.; BOITNOTT, G.N.; HILBERT, L.B.; PLONA, T.J. Quantitative implementation of Preisach-Mayergoyz space to find static and dynamic elastic moduli in rock. **Journal of geophysical research**, v. 102, n. B3, p. 5281-5293, 1997.
- [21] JOHNSON, P.A.; SUTIN A. Slow dynamics and anomalous nonlinear fast dynamics in diverse solids. **J. Acoust. Soc. Am.** v. 117, n. 1, p. 124-130, 2005.
- [22] JOHNSON, P.A.; ZINSZNER, B.; RASOLOFOSAON, N.J. Resonance and elastic nonlinear phenomena in rock. **Journal of Geophysical Research**, v. 101, n. B5, p. 11553-11564, 1996.

- [23] ABEELE, K.V.D.; JOHNSON, P.A.; SUTIN, A.M. Nonlinear elastic wave spectroscopy (NEWS) techniques to discern material damage: Part I. Nonlinear wave modulation spectroscopy. **Res. Nondestr. Eval.**, v. 12, n. 1, p. 17-30, 2000.
- [24] ABEELE, K.V.D.; CARMELIET, J.; TENCATE, J.A.; JOHNSON, P.A. Nonlinear elastic wave spectroscopy (NEWS) techniques to discern material damage: Part II. Single mode nonlinear resonance acoustic spectroscopy. **Res. Nondestr. Eval.**, v. 12, n. 1, p. 31-42, 2000.
- [25] ABEELE, K.V.D.; CARMELIET, J.; JOHNSON, P.A.; ZINSNER, B. Influence of water saturation on the nonlinear elastic mesoscopic response in Earth materials and the implications to the mechanism of nonlinearity. **Journal of geophysical research**, v. 107, n. B6, p. 2121-2132, 2002.
- [26] FÖRSTER, F.Z. Ein neues Messverfahren zur Bestimmung des Elastizitäts-moduls und der Dämpfung. **Metallkd.** v. 29, n. 4, p.109-115, 1937.
- [27] LINS, W.; KAINDL, G.; PETERLIK, H.; KROMP, K. A novel resonant beam technique to determine the elastic moduli in dependence on orientation and temperature up to 2000°C. **Review of Scientific Instruments.** v. 70, n. 7, p. 3052-3058, 1999.
- [28] IDE, J.M. Some Dynamic Methods for Determination of Young's Modulus. **Review of Scientific Instruments.** v. 6, p. 296-298, 1935.
- [29] <http://www.grindosonic.com/en/index.htm>. Consultado em 30/06/2008.
- [30] SEMLER, C.E.; Sonic Testing of Refractories. Abstract in **Am. Ceram. Soc. Bull.**, v. 57, n. 3, p. 366, 1978.
- [31] WOLFENDEN, A.; HARMOUCHE, M.R.; BLESSING, G.V. Dynamic modulus measurements in metallic materials: results of an interlaboratory testing program. **J. Testing and Evaluation.** v. 17, n. 1, p. 2-13, 1989.
- [32] KÊ, T.S. Experimental Evidence of the Viscous Behavior of Grain Boundaries. **Metals Phys. Rev.** v. 71, p. 533-546, 1946.
- [33] WACHTMAN, J.B.J.; TEFFT, W.E. Effect of Suspension Position on Apparent Values of Internal Friction Determined by Forster's Method. **Review of Scientific Instruments.** v. 29, n. 6, p. 517-520, 1958.

- [34] AKASHI, T. On the Measurement of Logarithmic Decrement of Concrete. General Meeting Reviews, **Cement Association of Japan**. p. 103-104, 1960.
- [35] COLE, D.G.; AND SPOONER, D.C. The Damping Capacity of Hardened Cement Paste and Mortar in Specimens Vibration at Very Low Frequencies. **Proceedings ASTM**, v. 65, p. 661-667, 1965.
- [36] SWAMY, R.N. Damping Mechanisms in Cementitious Systems. Proceedings of a Conference on Dynamic waves in civil engineering, University College, Swansea, July 1970; Wiley-Interscience, p. 521-542, 1971.
- [37] SWAMY, R.N.; RIGBY, G. Dynamic properties of hardened paste, mortar and concrete. *Materials and Structures: Research and Testing*. v. 4, n. 19, p. 13-40, 1971.
- [38] DIETERLE, R.; BANCHMANN, H. Experiments and Models for the Damping Behavior of Vibrating Reinforced concrete Beams in the Uncracked and Cracked Condition. International Association for Bridge and Structural Engineering Report of the working commissions. v. 34, p. 69-81, 1981.
- [39] OPPENHEIM, A.V.; SCHAFER, R.W.; BUCK, J.R. Discrete-Time Signal Processing. Prentice-Hall, Inc., 1999, 870 p.
- [40] HARVEY, A.F.; CERNA, M. The Fundamentals of FFT-Based Signal Analysis and Measurement in LabVIEW and LabWindows. National Instruments Corporation, Application Note 041, p. 1-12 , 1993.
- [41] COOLEY, J.W.; TUKEY, J.W. An algorithm for the machine calculation of complex Fourier series. **Math. Comput.** v. 19, p. 297–301, 1965.
- [42] GADE, S.; HERLUFSEN, H. Windows to FFT Analysis (part I). Brüel & Kjær Technical Review n° 3, p. 1-29, 1987.
- [43] BRIGGS, W.L.; HENSON, V.E. The DFT: An Owner's Manual for the Discrete Fourier Transform. Society for Industrial and Applied Mathematics, 1995, 419 p.
- [44] MATLAB 2008 Documentation (menu de ajuda do software). Mathworks Optimization Toolbox / Standard Algorithms / Levenberg-Marquardt Method.
- [45] MADSEN, K.; NIELSEN, H.B.; TINGLEFF, O. Methods for Non-Linear Least Squares Problem. Informatics and Mathematical Modeling. Technical University of Denmark, 2004, 49 p.

- [46] SUN, W.; YUAN, Y. Optimization Theory and Methods. Springer Science+Business Media, 2006, 687 p.
- [47]. FINSCHI, L. An Implementation of the Levenberg-Marquardt Algorithm. Eidgenössische Technische Hochschule Zürich - Institut für Operations Research, 1996, 23 p.
- [48] PEREIRA, A.H.A.; MUSOLINO, B.; MACIEL, C.D.; RODRIGUES, J.A. Algoritmo para determinação do amortecimento de materiais cerâmicos pela técnica das frequências naturais de vibração via excitação por impulso. Aceito pela **Cerâmica** em 22/08/2011.
- [49] MADONO, M. Alumina Raw Materials for the Refractory Industry. **CN-Refractories**, vol. 6, n.3, pg. 54-63, 1999.
- [50] SARPOOLAKY, H.; ZHANG, S.; ARGENT, B.B.; LEE, W.E. Influence of Grain Phase on Slag Corrosion of Low-Cement Castable Refractories. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 84, n. 2, p. 426–34, 2001.
- [51] IVONE, R.O.; ANDRÉ, R.S.; RAFAEL, G.P.; PANDOLFELLI, V.C. Dispersão e Empacotamento de Partículas - Princípios e Aplicações em Processamento. Primeira edição, Fazendo Arte, 2000, 224 p.
- [52] PEREIRA, A.H.A.; MUSOLINO, B.; RODRIGUES J.A.; TIRAPELLI C. Medidor simultâneo de módulos elásticos e amortecimento pela técnica da excitação por impulso. Pedido de patente depositado junto ao INPI sob protocolo PI-1001949-9 em maio de 2010.
- [53] Notícias da Fundação de Apoio Institucional. Endereço: <http://www.fai.ufscar.br:8080/FAI/noticias/equipamento-determina-rigidez-de-materiais>. Site acessado em 22/12/2011.
- [54] PEREIRA, A.H.A.; NASCIMENTO, A.R.C.; EXPOSITO, C.C.D.; MARTINS, L.T.M.; TONNESEN, T.; RODRIGUES, J.A. Elastic moduli, damping and modulus of rupture changes in a high alumina refractory castable due to different types of thermal shock. Aceito para publicação pelo **Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio** em 12/2011.
- [55] Methods of test for dense shaped refractory products - Part 6: Determination of modulus of rupture at ambient temperature; designation: EN 993-6:1995, 12p.

- [56] Gonçalves, L.R.G.; Cintra, G.B.; Teider B.H.; Gallo J. B.; Pandolfelli, V.C. Aplicação da ferramenta SWOT para avaliação das técnicas de dano ao choque térmico em materiais refratários. **Cerâmica**, n° 56, p. 320-324, 2010.
- [57] WIEDERHORN, S.M.; Influence of Water Vapor on Crack Propagation in Soda-Lime Glass. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 17, n° 4, p. 407-414, 1967.
- [58] BOURBIÉ, T.; COUSSY, O.; ZINSZNER, B.; Acoustique des Milieux Poreux, Technip, Paris, 1986, 339 p.
- [59] PEREIRA, A.H.A.; NASCIMENTO, A.R.C.; MIYAJI, D.Y.; MARTINS, L.T.; RODRIGUES, J.A. Influência da umidade na caracterização do amortecimento e do módulo de Young dinâmico de um concreto refratário de alta alumina. In: 54° Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2010, Foz do Iguaçu - PR. Anais, p. 1186-1197, 2010.
- [60] Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio of Refractory Materials by Impulse Excitation of Vibration; designation: C 1548 - 02. **ASTM International**, 2002. 7 p.
- [61] PEREIRA, A.H.A.; OTANI, L.B.; RODRIGUES, J.A.; TRAON, N.; TONNESEN, T.; TELLE, R. The Influence of Nonlinear Elasticity on the Accuracy of Thermal Shock Damage Evaluation by the Impulse Excitation Technique. **Interceram**, v. 60 n° 6, p. 388-392, 2011.
- [62] KRSTIC, V.D.; Fracture of Brittle Solids in the Presence of Thermoelastic Stress. **Journal of the American Ceramic Society**. v. 67, n° 9, p. 589-593, 1984.