RODRIGO DE LIMA RIBEIRO

Influência da adição de fibras cerâmicas refratárias sintéticas no comportamento termomecânico de concretos refratários com e sem cimento

São Paulo

2019

RODRIGO DE LIMA RIBEIRO

Influência da adição de fibras cerâmicas refratárias sintéticas no comportamento termomecânico de concretos refratários com e sem cimento

Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciências.

São Paulo

2019

RODRIGO DE LIMA RIBEIRO

Influência da adição de fibras cerâmicas refratárias sintéticas no comportamento termomecânico de concretos refratários com e sem cimento

Versão Original

Dissertação apresentada à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Área de Concentração:
Engenharia Metalúrgica e de Materiais

Orientador:
Prof. Dr. Guilherme Frederico Bernardo Lenz e Silva

São Paulo

2019

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, _____ de _____ de 2019.

Assinatura do autor: _____

Assinatura do Orientador: _____

Catálogo-na-publicação

Ribeiro, Rodrigo de Lima

Influência da adição de fibras cerâmicas refratárias sintéticas no comportamento termomecânico de concretos refratários com e sem cimento / R. L. Ribeiro, G. F. B. Lenz e Silva (orientador) – São Paulo, 2019.

106 p.

Dissertação (Mestrado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais.

1.Refratários 2.Concretos Refratários 3.Fibra Cerâmica Refratária
4.Choque Térmico I.Universidade de São Paulo. Escola Politécnica.
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais II.t. III.Lenz e Silva
(orientador), Guilherme Frederico Bernardo

Dedico este trabalho primeiramente a Deus, por me proporcionar a mais bela família. Aos meus avós, “In Memoriam”. Aos meus pais Adailton e Vania pela formação, criação e amor. A minha irmã Vanessa, com amor e carinho. Ao meu grande amor, Natalia, pelo amor, paciência, compreensão e incentivo. Ao meu grande professor, orientador e amigo, Guilherme, por todos ensinamentos e incentivo.

AGRADECIMENTOS

Ao professor Dr. Guilherme Frederico Bernardo Lenz e Silva, pela orientação, ensinamentos, apoio e paciência durante a realização deste trabalho.

Ao Dr. Waldir Resende, pelos ensinamentos e auxílio na condução do trabalho.

Ao Dr. Fabio Alonso Cardoso pela ajuda, sugestões e disponibilidade do equipamento de permeabilidade do PCC da USP para realização dos ensaios.

A Dra. Gisele Amaral Labat pela ajuda com a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS).

A Dra. Maria do Carmo pela ajuda da correção do texto deste trabalho.

A M.Sci. Leidy Julieth H. Buitrago pela ajuda com a técnica de termografia e análise térmica diferencial (TG/DTA).

Ao bolsista Erílio Santos Soares pela ajuda com os ensaios de permeabilidade e choque térmico.

A IBAR e NUTEC IBAR pela contribuição e fornecimento dos concretos refratários e das fibras cerâmicas refratárias utilizados neste trabalho.

“Seja você quem for, seja qual for a posição social que você tenha na vida, a mais alta ou a mais baixa, tenha sempre como meta muita força, muita determinação e sempre faça tudo com muito amor e com muita fé em Deus, que um dia você chega lá. De alguma maneira você chega lá.”

Ayrton Senna da Silva

RESUMO

RIBEIRO, Rodrigo de Lima. **Influência da adição de fibras cerâmicas refratárias sintéticas no comportamento termomecânico de concretos refratários com e sem cimento**. 2019. 106 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2019.

Concretos refratários são materiais sinterizados *in situ* que apresentam baixo custo de fabricação em relação aos produtos conformados. Têm como principal vantagem a sua aplicabilidade sob diversas formas de instalação (vibração, projeção, auto-escoamento e socagem), além de possibilitar sua rápida produção e confecção em diferentes tamanhos e formatos. Além dos concretos, outros materiais são utilizados em projetos refratários, como os feitos com fibra cerâmica refratária (FCR) sintética. Esses materiais são aplicados em vários processos em função de sua alta resistência à temperatura e choque térmico, além de fácil instalação e manutenção. O presente trabalho apresenta um estudo sobre a influência da adição de FCR sintética em dois concretos refratários comerciais, um concreto de baixo teor de cimento (1,0 - 2,5 % CaO) que utiliza o cimento de aluminato de cálcio como agente ligante, e o outro sem cimento (< 0,2 % CaO), que emprega a sílica coloidal como agente ligante. Adições de 2,5 % e 5,0 % em massa (com base na massa seca dos concretos) de fibra foram feitas nos dois concretos, comparando-se os resultados com os dos materiais sem fibra. Os concretos foram avaliados principalmente quanto ao comportamento termomecânico por meio do ensaio de resistência ao choque térmico e ensaios como permeabilidade, resistência à compressão em temperatura ambiente, densidade e porosidade aparente e variação linear dimensional. As amostras foram analisadas quanto à sua estrutura e morfologia antes e após choque térmico, por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) acoplado a um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) e a partir de difração de raios X (DRX). Além disso, as matérias-primas foram caracterizadas quanto a estrutura e morfologia, os concretos a partir de microscópio ótico de luz branca refletida e microanálise via EDS acoplado ao MEV, e as fibras, mediante MEV, termogravimetria (TG) e análise termo diferencial (ATD). Os resultados das amostras com adição de até 2,5 % de fibra, para os dois concretos em estudo, apresentaram desempenho similar ou ligeiramente melhor quanto à resistência ao choque térmico em relação aos concretos sem fibra. O uso mais amplo

das FCR sintéticas deve levar em conta também questões relativas à segurança laboral, inerentes ao manuseio e introdução das mesmas nas formulações / concretos refratários.

Palavras-chave: Refratários. Concretos Refratários. Fibra Cerâmica Refratária. Choque Térmico.

ABSTRACT

RIBEIRO, Rodrigo de Lima. **Influence of the addition of man-made refractory ceramic fibers on the thermomechanical behavior of refractory castables with cement and cement-free.** 2019. 106 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2019.

Refractory castables are in situ sintered materials that have a low manufacturing cost in relation to the shaped products. They have as main advantage of their applicability under various forms of installation (vibration, gunning, self-flowing and ramming), in addition to enabling their rapid production and confection in different sizes and formats. In addition to castables, other materials have been used in refractory projects, such as those made with man-made refractory ceramic fiber. These materials are applied in various processes due to their high temperature resistance and thermal shock, as well as easy installation and maintenance. The present work presents a study on the influence of the addition of man-made refractory ceramic fibers in two commercial refractory castables, a low cement castable (1.0-2.5 % CaO) that uses calcium aluminate cement as a binding agent and the other a cement-free castable (<0.2 % CaO), which employs colloidal silica as the binding agent. Additions of 2.50 % and 5.00 % by weight of fiber were made in the two castables, comparing the results to the materials without fiber. The castables were evaluated mainly for thermomechanical behavior through the thermal shock resistance test and physical tests such as permeability, cold compressive strength, apparent density and porosity and permanent linear change. The samples that underwent thermal shock were analyzed for their structure and morphology before and after thermal shock, using an EDS accessory coupled to Scanning Electron Microscopy (SEM) and by X-Ray diffraction (XRD). In addition, the raw materials were characterized as their structure and morphology, the castables, through optical microscope of reflected white light and microanalysis via EDS coupled to the SEM, and the fibers, through SEM, thermogravimetry (TG) and differential thermal analysis (DTA). The results of the samples with up to 2.50 % of fiber, for both castables under study, presented similar or slightly better performance in relation to the resistance to thermal shock in relation to the castables without fiber. The wider use of synthetic FCR should also take into account occupational safety issues inherent in handling and introducing them into formulations / refractory castables.

Keywords: Refractories. Refractory Castables. Refractory Ceramic Fiber. Thermal Shock.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 -	Rede formada a partir da precipitação dos hidratos de CAC.....	36
Figura 2 -	Estrutura nanoporosa do gel de sílica.....	38
Figura 3 -	Processo de secagem de suspensão de sílica coloidal promovendo a formação de gel.....	38
Figura 4 -	Comparação entre desempenho da fibra cerâmica e refratário convencional quanto à dissipação de calor por condutividade térmica.....	41
Figura 5 -	Principais produtos produzidos a partir de fibra cerâmica refratária.....	42
Figura 6 -	Etapas de fabricação de fibras cerâmicas refratárias.....	43
Figura 7 -	Processo de Sopro para fabricação de fibras cerâmicas refratárias.....	44
Figura 8 -	Processo de Centrifugação para fabricação de fibras cerâmicas refratárias.....	44
Figura 9 -	Disposição recomendada para o ensaio de RCTA.....	48
Figura 10 -	Detalhe esquemático do aparato usado neste trabalho para medição da permeabilidade dos concretos refratários.....	53
Figura 11 -	Aparato experimental para avaliação da permeabilidade das amostras (a) e amostra refratária posicionada no interior da cápsula metálica, sendo envolvida por silicone (b).....	54
Figura 12 -	Distribuição de temperatura e de tensão térmica para resfriamento (a) e aquecimento (b).....	55
Figura 13 -	Apresenta as amostras após terem permanecido no forno pré-aquecido em 950 °C por 5 minutos (a) e amostra sendo posta sob a chapa de inox refrigerada (b).....	58
Figura 14 -	Equipamento Sonelastic® utilizado para medição do módulo elástico através do método de excitação por impulso (a) e amostra posicionada sobre suporte metálico, próxima ao microfone durante a realização de medição do módulo de Young (b).....	62
Figura 15 -	Flocos de FCR utilizados na adição dos concretos em estudo.....	63
Figura 16 -	Fluxograma geral do procedimento experimental.....	65
Figura 17 -	Fotografia da confecção das amostras em forma de barra prismática na dimensão de 160 mm x 40 mm x 40 mm.....	66

Figura 18 - Fotografia da confecção das amostras em forma de barra prismática na dimensão de 150 mm x 20 mm x 20 mm.....	67
Figura 19 - Fotografia da confecção das amostras cúbicas de dimensão 51 mm x 51 mm x 51 mm.....	67
Figura 20 - Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura (imagem com elétrons retroespalhados) das fibras cerâmicas refratárias no estado “como recebido”	73
Figura 21 - Análise termogravimétrica e análise termo diferencial das fibras cerâmicas refratárias sob taxa de aquecimento de 10 °C/min. sob ar.....	74
Figura 22 - Vista geral por microscópio óptico por luz branca refletida da superfície da amostra polida do concreto Supercastibar 664.....	75
Figura 23 - Imagem com elétrons retroespalhados obtida por microscopia eletrônica de varredura indicando as regiões de análise por EDS do concreto Supercastibar 664.....	75
Figura 24 - Espectros de dispersão de energia das regiões selecionadas da figura 23: (a) Área 1, (b) Área 2 e (c) Área 3 do Supercastibar 664.....	76
Figura 25 - Vista geral por microscópio óptico por luz branca refletida da superfície da amostra polida do concreto Andicast 565 SC AL.....	77
Figura 26 - Imagem com elétrons retroespalhados obtida por microscopia eletrônica de varredura indicando a região de análise por EDS do concreto Andicast 565 SC AL.....	78
Figura 27 - Espectro de energia obtido da região assinalada como Área 1 na figura 26, referente ao refratário Andicast 565 SC AL sem adição de fibra.....	79
Figura 28 - Influência do tratamento térmico e da adição de FCR na permeabilidade do concreto Supercastibar 664: (a) Constante de permeabilidade Darciana k1 e (b) constante de permeabilidade não Darciana k2 (barras de desvio se referem a uma média de três amostras para cada condição em estudo).....	81
Figura 29 - Influência do tratamento térmico e da adição de FCR na permeabilidade do concreto Andicast 565 SC AL: (a) Constante de permeabilidade Darciana k1 e (b) constante de permeabilidade não Darciana k2 (barras	

	de desvio se referem a uma média de três amostras para cada condição em estudo).....	82
Figura 30 -	Evolução do módulo de Young do Supercastibar 664 com adição de diferentes quantidades de fibra cerâmica refrataria (0,0 %, 2,5 % e 5,0 % em massa).....	86
Figura 31 -	Evolução do módulo de Young do Andicast 565 SC AL com adição de diferentes quantidades de fibra cerâmica refrataria (0,0%, 2,5 % e 5,0 % em massa).....	87
Figura 32 -	Imagens obtidas por MEV no modo elétrons retroespalhados da superfície fraturada do concreto Supercastibar 664 com adição de 2,5 % em massa de FCR: (a) antes do ensaio de choque térmico e (b) após realizados 50 ciclos de choque térmico.....	88
Figura 33 -	Imagens obtidas por MEV no modo elétrons retroespalhados da superfície fraturada do concreto Supercastibar 664 com adição de 5,0 % em massa de FCR: (a) antes do ensaio de choque térmico e (b) após realizados 50 ciclos de choque térmico.....	89
Figura 34 -	Imagem obtida por MEV no modo elétrons retroespalhados indicando a região de análise por EDS do concreto Supercastibar 664 com adição de 5,0 % em massa de FCR após realizados 50 ciclos de choque térmico.....	90
Figura 35 -	Espectro de energia obtido da região assinalada como Área 1 na figura 34.....	90
Figura 36 -	Imagens obtidas por MEV no modo elétrons retroespalhados da superfície fraturada do concreto Andicast 565 SC AL com adição de 2,5 % em massa de FCR: (a) antes do ensaio de choque térmico e (b) após realizados 50 ciclos de choque térmico.....	91
Figura 37 -	Imagens obtidas por MEV no modo elétrons retroespalhados da superfície fraturada do concreto Andicast 565 SC AL com adição de 5,0 % em massa de FCR: (a) antes do ensaio de choque térmico e (b) após realizados 50 ciclos de choque térmico.....	92
Figura 38 -	Imagem com elétrons retroespalhados obtida por microscopia eletrônica de varredura indicando a região de análise por EDS do concreto Andicast 565 SC AL com adição de 5,0 % em massa de FCR após realizados 50 ciclos de choque térmico.....	93

Figura 39 - Espectro de energia obtido da região assinalada como Área 1 na figura 38.....	94
Figura 40 - Difratoograma do concreto Supercastibar 664, sem adição de fibras, após 50 ciclos de choque térmico. Radiação utilizada Cu α	94
Figura 41 - Difratoograma do concreto Andicast 565 SC AL, sem adição de fibras, após 50 ciclos de choque térmico. Radiação utilizada Cu α	95
Figura 42 - Diagrama de fase binário SiO ₂ -Al ₂ O ₃	95

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Classificações usuais dos produtos refratários.....	29
Tabela 2 -	Faixa de composição dos materiais que compõem os concretos refratários.....	31
Tabela 3 -	Classificação dos Concretos Refratários Aluminosos e Sílico-Aluminosos.....	32
Tabela 4 -	Tipos de cimentos hidráulicos e suas características.....	35
Tabela 5 -	Efeito da temperatura nos produtos de hidratação do CAC.....	37
Tabela 6 -	Composição típica das FCR compostas por alumina e sílica.....	40
Tabela 7 -	Composição típica das FCR compostas por alumina, sílica e zircônia...	40
Tabela 8 -	Aplicações de fibra cerâmica refratária no mercado europeu.....	42
Tabela 9 -	Redução na concentração de fibras cerâmicas em ambientes de trabalho ao longo das décadas no setor manufatureiro dos Estados Unidos.....	46
Tabela 10 -	Composição química dos concretos refratários e especificação da fibra cerâmica refratária.....	64
Tabela 11 -	Resultados dos ensaios de MEA, PA, RCTA e VLD dos corpos de prova dos dois concretos com e sem fibras tratados na temperatura de 110 °C.....	79
Tabela 12 -	Resultados dos ensaios de MEA, PA, RCTA e VLD dos corpos de prova dos dois concretos com e sem fibras tratados em 815 °C.....	80
Tabela 13 -	Resultados dos ensaios de MEA, PA, RCTA e VLD dos corpos de prova dos dois concretos com e sem fibras tratados em 1400 °C.....	80
Tabela 14 -	Influência da adição de FCR e do tratamento térmico nas constantes de permeabilidade k1 (a) e k2 (b) do concreto Supercastibar 664.....	84
Tabela 15 -	Influência da adição de FCR e do tratamento térmico nas constantes de permeabilidade k1 (a) e k2 (b) do concreto Andicast 565 SC AL.....	84

LISTA DE SIGLAS

DIN	“Deutsches Institut Fur Normung” (Instituto Alemão de Normalização)
EDS	“Energy Dispersive Spectroscopy” (Análise por Dispersão de Energia)
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
SEM	“Scanning Electron Microscopy” (Microscopia Eletrônica de Varredura)
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	“American Society for Testing and Materials” (Sociedade Americana de Testes e Materiais)
FCR	Fibra Cerâmica Refratária
TG	“Thermogravimetry” (Termogravimetria)
ATD	Análise Termo Diferencial
DTA	“Differential Thermo Analysis” (Análise Termo Diferencial)
BTC	Baixo Teor de Cimento
CAC	Cimento de Aluminato de Cálcio
SC	Sílica Coloidal
OMS	Organização Mundial de Saúde
IARC	Agência Internacional de Pesquisas Sobre Câncer
UE	União Europeia
MEA	Massa Específica Aparente
PA	Porosidade Aparente
RCTA	Resistência à Compressão à Temperatura Ambiente
VLD	Variação Linear Dimensional
SI	Sistema Internacional
IBAR	Indústrias Brasileiras de Artigos Refratários

NUTEC	“Nueva Tecnologia em Calientamento” (Nova Tecnologia em Aquecimento)
MO	Microscopia Óptica
DRX	Difração de Raios X
XRD	X-ray Diffraction
USP	Universidade de São Paulo
LCT	Laboratório de Caracterização Tecnológica
UA	Unidade Arbitrária
JCPDS	Joint Committe of Powder Diffraction Standards

LISTA DE SÍMBOLOS

%	porcentagem
*	sinal de multiplicação
/	sinal de divisão
<	menor
>	maior
°C	graus Celsius
m	metro ou massa da barra (Equação 16)
µm	micrómetro ($1 \cdot 10^{-6}$ metro)
nm	nanômetro ($1 \cdot 10^{-9}$ metro)
kg	quilograma
m³	metro cúbico
m²	metro quadrado
±	mais ou menos
α	alfa ou coeficiente de expansão térmica linear (Equações 10 e 12)
g	grama
mg	miligrama ($1 \cdot 10^{-3}$ grama)
cm³	centímetro cúbico
W	watt
K	Kelvin
min	minuto
Mu	massa úmida
Mi	massa imersa
Me água	massa específica da água
Ms	massa seca

Va	volume aparente
P	pressão (Equações 6, 7, 8 e 9) ou carga máxima obtida no momento de ruptura (Equação 4)
A	área de aplicação da carga
L_f	média aritmética das medidas efetuadas no corpo de prova após secagem ou queima
L_o	média aritmética das medidas efetuadas no corpo de prova antes da secagem
d	derivada
N	Newton
s	segundo
mm	milímetro
mm²	milímetro quadrado
(+)	sinal positivo
(-)	sinal negativo
μ	micro ($1 \cdot 10^{-6}$) ou viscosidade (Equação 6)
ρ	densidade
k₁	constante de permeabilidade Darciana
k₂	constante de permeabilidade não Darciana
J	Joule
M	mega ($1 \cdot 10^6$)
G	giga ($1 \cdot 10^9$) ou módulo de cisalhamento (Equação 15 e 21)
Pa	Pascal
rpm	rotações por minuto
Δ	delta

L	comprimento da barra
E	módulo de elasticidade ou módulo de Young
t	altura da barra
l	comprimento da amostra
b	largura da amostra
T₁	fator de correção para o modo fundamental flexional
v_s	taxa de fluxo volumétrico pela área transversal total, ortogonal ao fluxo do fluido
ν	razão ou coeficiente de Poisson
R	parâmetro de resistência ao choque térmico (Equação 10) ou fator dependente da relação entre a largura e altura da amostra (Equação 22)
ε	deformação elástica
γ_{wof}	energia de superfície de fratura
σ	tensão
σ_f	tensão de fratura
R'''	parâmetro de resistência ao dano por choque térmico cinético
R_{st}	parâmetro de resistência ao dano por choque térmico de crescimento quase-estático de trinca
V	Volt
μV	microvolt ($1 \cdot 10^{-6}$ Volt)
f_t	frequência de ressonância fundamental torcional
f_f	frequência de ressonância fundamental flexional
π	Pi que representa o número 3,14159)
Hz	Hertz

Θ

Teta

SUMÁRIO

1	Introdução	26
2	Objetivos do Trabalho	27
3	Revisão Bibliográfica.....	28
3.1	Materiais Refratários.....	28
3.1.1	Refratários Monolíticos.....	30
3.1.1.1	Concretos Refratários	31
3.1.1.1.1	Convencional.....	32
3.1.1.1.2	Baixo Teor de Cimento	33
3.1.1.1.3	Ultra Baixo Teor de Cimento e Sem Cimento.....	34
3.1.1.2	Ligantes.....	34
3.1.1.2.1	Cimento de Aluminato de Cálcio	35
3.1.1.2.2	Sílica Coloidal	37
3.1.2	Isolantes Refratários.....	39
3.1.2.1	Fibras Cerâmicas Refratárias.....	39
3.1.2.1.1	Processos de Manufatura.....	42
3.1.2.1.1.1	Método de Sopro (Blowing)	43
3.1.2.1.1.2	Método de Centrifugação (Spinning)	44
3.1.2.1.2	Problemas Ocupacionais.....	45
3.2	Propriedades de Interesse Prático para Concretos Refratários.....	46
3.2.1	Densidade e Porosidade Aparente.....	46
3.2.2	Resistência Mecânica à Compressão	47
3.2.3	Variação Linear Dimensional.....	49
3.2.4	Permeabilidade	50
3.2.5	Resistência ao Choque Térmico	54
3.2.6	Módulo Elástico	58
3.2.6.1	Ensaio Dinâmico Por Pulso.....	60

4	 Materiais e Métodos.....	63
4.1	Materiais	63
4.2	Metodologia Experimental	64
4.2.1	Fluxograma Geral do Procedimento Experimental.....	64
4.2.2	Produção dos Corpos de Prova	65
4.2.3	Moldagem.....	66
4.2.3.1	Barras Prismáticas	66
4.2.3.2	Cubos.....	67
4.2.4	Cura / Secagem	67
4.2.5	Sinterização.....	68
4.3	Avaliação e Determinação das Propriedades dos Concretos Com e Sem Adição de Fibra Cerâmica Refratária.....	69
4.3.1	Massa Específica e Porosidade Aparente.....	69
4.3.2	Resistência À Compressão À Temperatura Ambiente	69
4.3.3	Variação Linear Dimensional Permanente	69
4.3.4	Permeabilidade	70
4.3.5	Resistência ao Choque Térmico	70
4.3.6	Módulo de Elasticidade	71
4.3.7	Avaliação e Caracterização.....	71
4.3.7.1	Microscopia Óptica de Luz Branca Refletida (MO)	71
4.3.7.2	Microscopia Eletrônica de Varredura, EDS.....	71
4.3.7.3	Termogravimetria (TG) e Análise Termo Diferencial (ATD)	72
4.3.7.4	Difração de Raios X	72
5	 Resultados e Discussão.....	73
5.1	Caracterização das Matérias-Primas Utilizadas	73
5.1.1	Fibra Cerâmica Refratária	73
5.1.2	Supercastibar 664 Sem Fibra.....	74

5.1.3	Andicast 565 SC AL Sem Fibra.....	77
5.1.4	Ensaio de MEA, PA, RCTA E VLD	79
5.1.5	Permeabilidade	80
5.1.6	Resistência ao Choque Térmico	85
5.1.6.1	Microestruturas das Amostras Antes e Após Choque Térmico	87
5.1.6.1.1	Supercastibar 664	88
5.1.6.1.2	Andicast 565 SC AL.....	91
5.1.6.2	Difração de Raios X	94
6	Conclusões.....	96
7	Referências Bibliográficas	99
8	Anexos	103
	Anexo A – Ficha de Dados Técnicos do Produto Supercastibar 664	103
	Anexo B – Ficha de Dados Técnicos do Produto Andicast 565 SC AL	104
	Anexo C – Evolução do Módulo de Young do Supercastibar 664 Com Adição de Diferentes Quantidades de Fibra Cerâmica Refratária (0,0 %, 2,5 % e 5,0 % em Massa)	105
	Anexo D – Evolução do Módulo de Young do Andicast 565 SC AL Com Adição de Diferentes Quantidades de Fibra Cerâmica Refratária (0,0 %, 2,5 % e 5,0 % em Massa)	106

1 INTRODUÇÃO

Refratários são materiais utilizados em processos de condições extremas de temperatura, corrosão, abrasão e reações químicas, mantendo suas propriedades físico-químicas, térmicas, mecânicas e estruturais [1]. São aplicados como materiais de proteção dos equipamentos em empresas de base como ferro, aço, vidro, cimento, química e petroquímica [1].

Os concretos refratários são materiais monolíticos que, quando submetidos a um processo de sinterização, adquirem características de natureza cerâmica que os tornam capazes de resistir a altas temperaturas. Possuem custo de fabricação e aplicação menores do que os materiais formados, além de apresentarem uma quantidade menor de juntas [2]. A desvantagem desses materiais em relação aos formados é a necessidade de secagem e aquecimento, para a retirada da água utilizada durante a aplicação e hidratação do concreto, para os que possuem cimento e sinterização obtidas em altas temperaturas [2].

Com o objetivo de aumentar a produtividade e diminuir o tempo e a frequência de paradas na produção, observa-se uma necessidade das indústrias em buscar produtos de menor custo e melhor desempenho, levando a uma contínua evolução dos materiais refratários [3]. Além dos concretos refratários usuais, outros como os produzidos a partir de fibra cerâmica refratária sintética têm sido utilizados em projetos refratários pelas suas características de fácil instalação e manutenção. As fibras cerâmicas refratárias sintéticas são materiais produzidos pela fusão de sílica e alumina de alta pureza em um forno elétrico a arco, sendo aplicados em diversos processos pela sua alta resistência à temperatura, ao choque térmico, à fácil reposição, etc [4]. Neste cenário, tem-se observado o crescimento na utilização de materiais monolíticos e de fibra cerâmica, levando ao contínuo desenvolvimento destes materiais [4].

2 OBJETIVOS DO TRABALHO

Avaliar o impacto da adição de 2,5 % e 5,0 % em massa de fibra cerâmica refratária sintética nas propriedades termomecânicas e de transporte de massa em dois concretos refratários comerciais submetidos à diferentes ciclos de choque térmico.

O objetivo é de se obter um concreto refratário denso, com fibra cerâmica refratária, que apresente desempenho superior, principalmente com relação às características mecânicas de choque térmico e que este possa vir a substituir revestimentos refratários em camadas (refratário denso e isolante), por um único material, em condições de aplicação que o material isolante possa vir a se degradar.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 MATERIAIS REFRAATÓRIOS

Materiais refratários são uma classe de cerâmica que se destacam por serem aplicados em temperaturas elevadas e em ambientes corrosivos, sujeitos a interações complexas com metais e escórias líquidas, mantendo suas propriedades estruturais e físico-químicas, além de minimizar perdas térmicas nos sistemas onde são utilizados. Esses materiais englobam uma vasta gama de compostos, usualmente óxidos ou misturas de óxidos, mas também outras substâncias como carbono, carbetos, nitretos, boretos, etc [5,6].

Refratários são utilizados principalmente em indústrias de base como ferro, aço, vidro, cimento e cerâmica e sua aplicação se dá comumente em equipamentos como fornos, caldeiras, incineradores, reatores etc. [2].

As propriedades requeridas desses materiais variam, de modo considerável, conforme a aplicação e uso em diferentes processos, razão pela qual refratários devem ser projetados com propriedades características, obedecendo aos requisitos que variam de acordo com diferentes processos de alta temperatura [1].

Os refratários podem ser classificados de diversas formas, em função de sua densidade, composição química, acidez/basicidade, processamento, etc. A Tabela 1 resume algumas das possíveis classificações adotadas em refratários.

Tabela 1 – Classificações usuais dos produtos refratários

Critério de Classificação	Classificação dos Materiais Refratários	
Quanto à presença de argila	Argilosos	Sílico-aluminosos etc.
	Não-argilosos	Magnésia-carbono, cromo-magnesianos, sílica etc.
Quanto ao tipo de matéria-prima	Naturais	Bauxita, grafita, cianita, andalusita, silimanita, dolomita, magnesita etc.
	Sintéticas	Magnésia eletrofundida, mulita fundida, sílica, carbeto de silício etc.
Quanto à composição química majoritária	Aluminosos	Alumina, alta-alumina
	Sílico-aluminosos	Mulita, alumina-mulita etc.
	Cromo-magnesianos	Magnésia-crômica
	Alumina-carbono	Alumina-carbono
	Magnésia-carbono	Magnésia-carbono
	Dolomíticos	Doloma (cálcia + magnésia)
	Zircônia	Zircônia (total ou parcialmente estabilizada por cálcia ou ítria)
Quanto à acidez/basicidade	Ácidos	Sílica
	Básicos	Magnésia-carbono, dolomita queimados, magnésia
	Neutros	Crômica
Quanto ao tipo de processamento/aplicação	Conformados	Tijolos, tijolos isolantes, válvulas, luvas
	Não-conformados	Concretos, argamassas, massas de projeção, massas de socagem
	Pré-moldados	Snorkels, lanças de injeção de gases/particulados
Quanto a densidade	Densos	Tijolos, luvas, válvulas, etc.
	Não densos	Tijolos isolantes, fibra- cerâmicas
Quanto ao tipo de reação química em serviço	<i>In situ</i>	Tijolos e concretos contendo anti-oxidantes, espinelizáveis etc.
	<i>Ex situ</i>	Tijolos queimados
Quanto ao tipo de ligação química	Liga direta	MgO-Cr ₂ O ₃
	Religados	MgO-Cr ₂ O ₃
	Ligação via ácido fosfórico	Concretos
	Ligação via cromato	Argamassas
	Ligação via argila	Diversos
Quanto ao tipo de fonte de carbono	Ligados a piche	Dolomíticos, magnésia-carbono
	Ligados a resina	Magnésia-carbono, alumina-magnésia-carbono, alumina-carbeto de silício-carbono etc.
Quanto ao tipo de piche	Piche líquido	Dolomíticos, magnésia-carbono etc.
	Piche sólido	Magnésia-carbono, alumina-magnésia-carbono, alumina-SiC-carbono, etc.
Quanto ao tipo de impregnação	Impregnados com piche	Magnésia-carbono, placas de alumina-carbono
	Não impregnados	Magnésia-carbono, alumina-carbono, alumina-carbeto de silício-carbono etc.
Quanto ao tipo de aplicação em serviço	Projetado	Diversos
	Vibrado	Diversos
	Vertido (alto-escoante)	Diversos
	Pré-moldados	Diversos, incluindo concretos, tijolos e isolantes

Fonte: Adaptado de [6].

Quanto ao processamento, os refratários são divididos em duas grandes categorias: os conformados ou formados que são produzidos através da mistura das matérias-primas sólidas, prensagem e queima, sendo fornecidos na forma de tijolos, válvulas, gavetas, etc. e os refratários não moldados (monolíticos), produzidos mediante mistura das matérias-primas sólidas secas, sem a necessidade de moldagem e queima antes do uso, sendo fornecidos sem forma definida, ocorrendo a moldagem no local da própria aplicação ou por meio da fabricação de peças pré-moldadas [2,6].

Os refratários formados e não formados variam em suas propriedades, não existindo uma regra que defina a escolha entre um ou outro tipo. Basicamente, o projeto refratário passa por uma ampla análise de custo benefício, dos esforços termomecânicos, de tempo de aplicação, da possibilidade de ancoramento, das facilidades para a projeção e secagem, do tipo de ambiente formado do reator, do ciclo de operação, do treinamento de mão-de-obra, entre muitos outros [6].

Outra classificação de material refratário, que merece destaque entre os materiais cerâmicos, são os isolantes térmicos cerâmicos, ou seja, materiais cerâmicos porosos de elevada área superficial, elevada permeabilidade (caso das cerâmicas com poros abertos), baixa densidade e condutividade térmica. São utilizados como filtros, isolantes térmicos, membranas, sensores de gás, material estrutural leve, entre outros. Atualmente, a maioria dos isolantes térmicos cerâmicos são compostos principalmente por alumina e sílica, destacando-se os isolantes constituídos por fibras cerâmicas [7]. As fibras cerâmicas tiveram um efeito importante no projeto de isolamento de fornos nas últimas décadas, sendo um material composto por inúmeras fibras entrelaçadas, de fácil instalação, oferecendo grande resistência ao fluxo de calor devido à baixa condutividade térmica [7].

3.1.1 REFRATÁRIOS MONOLÍTICOS

São materiais que apresentam diversas vantagens em relação aos materiais formados como: rápida e fácil instalação, baixo custo de produção, menor tempo de produção e revestimento refratário com menor quantidade de juntas. Quanto às desvantagens destacam-se: baixa resistência, necessidade de formas para aplicação, possibilidade de laminação e segregação do revestimento e a necessidade da

realização de curvas lentas de secagem e aquecimento devido à utilização da água para aplicação e hidratação do concreto (para concretos que utilizam cimento como agente ligante) [2,9].

Existem diferentes tipos de refratários monolíticos, como as argamassas refratárias, plásticos refratários, massas de socar e concretos refratários aplicados por socagem, vertimento, vibração ou projeção pneumática, formando revestimentos monolíticos [1,8].

3.1.1.1 CONCRETOS REFRATÁRIOS

Concretos refratários são materiais monolíticos, capazes de suportar elevada temperatura. São utilizados predominantemente como revestimento de fornos e equipamentos industriais para processamento de materiais em elevadas temperaturas [10-12]. Em sua essência, esses materiais são constituídos pela associação de agregados (partículas grosseiras; $> 100 \mu\text{m}$), matriz (partículas finas; $< 100 \mu\text{m}$), aditivos e agentes ligantes [13,14]. A proporção de cada componente utilizado para formar o concreto varia de acordo com as propriedades físicas e químicas desejadas e as características de aplicação pretendidas. A Tabela 2 mostra a faixa geral da proporção de cada componente em um concreto refratário.

Tabela 2 – Faixa de composição dos materiais que compõem os concretos refratários

Materiais que compõem os concretos refratários	Porcentagem (%)
Agregados	40 – 80
Matriz	5 – 30
Agente Ligante	2 – 50
Aditivos	< 1

Fonte: Adaptado de [1].

Os concretos refratários são processados misturando-se as matérias-primas com água ou outro líquido, podendo ser fornecidos como peças pré-moldadas ou sem forma definida (massa seca), ocorrendo a mistura e moldagem no próprio local da aplicação [6,13,15]. Há diversas formas de aplicação dos concretos refratários, estes

podem ser vertidos, socados, bombeados ou projetados, sendo o método de aplicação a ser escolhido de acordo com as necessidades do processo de instalação [13].

A classificação dos concretos refratários pode ser primeiramente dividida em dois grandes grupos: os concretos que utilizam agregados aluminosos e sílico-aluminosos e os que utilizam óxidos refratários básicos. Esse último corresponde a apenas 20 % de todos os concretos refratários produzidos [2]. A Tabela 3, apresenta exemplos de diferentes tipos de concretos refratários aluminosos e sílico-aluminosos.

Tabela 3 - Classificação dos Concretos Refratários Aluminosos e Sílico-Aluminosos

Critério de Classificação	Classificação
Química e/ou mineralógica	Teor de alumina/refratariedade (60 % alumina, etc)
	Base mineral (mulita, sílica eletrofundida, etc)
Densidade/valor de isolamento térmico	Denso ($> 1920 \text{ kg/m}^3$)
	Peso médio ($1600 - 1920 \text{ kg/m}^3$)
	Peso leve/isolante ($< 1600 \text{ kg/m}^3$)
Teor de cimento (por CaO do cimento)	Convencional ($> 2,5 \text{ \% CaO}$)
	Baixo teor de cimento ($1 - 2,5 \text{ \% CaO}$)
	Ultra baixo teor de cimento ($0,2 - 1 \text{ \% CaO}$)
	Sem cimento ($< 0,2 \text{ \% CaO}$)
Fluidez/características de aplicação	Vertidos
	Moldados
	Fluência livre
	Projetados

Fonte: Adaptado de [1].

3.1.1.1.1 CONVENCIONAL

Os concretos convencionais são constituídos essencialmente de agregados e cimento à base de aluminato de cálcio na faixa entre 15 % e 30 % do volume total da mistura [8]. Nestes concretos, após mistura das matérias-primas sólidas (cimento, agregados e finos) é adicionada a água, ocorrendo o fenômeno de hidratação do concreto, responsável por formar uma estrutura rígida a verde e que influenciará nas propriedades finais após a queima [12]. Na hidratação, fatores como temperatura de cura, tempo de cura, relação $\text{CaO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ e presença de impurezas influenciam diretamente as fases hidratadas formadas, a sua composição química e mineralógica e a proporção dos hidratos formados [12].

Os resultados, em serviço de concretos refratários convencionais, dependem diretamente do controle dispensado nas etapas de instalação, cura e queima [8,9]. Na

instalação, os fatores que influenciam diretamente a performance destes materiais são: a quantidade de água adicionada na mistura, a intensidade de homogeneização, o tempo de pega e o método de conformação do concreto [8]. Na cura, que é o processo de hidratação do cimento desde seu contato com a umidade da mistura até aproximadamente 24 horas de seu início de pega, a temperatura ambiente é fator determinante na formação e proporção dos hidratos formados [8]. Após a cura, tem-se a etapa de secagem e aquecimento do concreto para remoção da água livre, água utilizada na aplicação que não formou hidratos e da água quimicamente ligada, proveniente da desidratação dos hidratos na faixa entre 200 °C e 600 °C [13]. Esta última etapa deve ser bem controlada, de forma a eliminar a água de maneira segura, controlando a pressão de vapor de água no interior do concreto para que esta não exceda a tensão de ruptura do refratário, o que ocasionaria trincas ou no pior dos casos, explosão do concreto [16].

Apesar de os concretos convencionais podem ser aplicados em diversas áreas nas indústrias que utilizam altas temperaturas, esses apresentam algumas deficiências em suas propriedades [2]. O alto teor de CaO presente no cimento de aluminato de cálcio (CAC) e a presença de sílica (elemento presente em concretos multizáveis), formam fases de baixo ponto de fusão, prejudicando o desempenho destes concretos em altas temperaturas [2,15]. O aumento do consumo de concretos refratários se deu com o desenvolvimento dos concretos de baixo teor de cimento, ultrabaixo teor de cimento e posteriormente sem cimento, aumentando a versatilidade de aplicações destes materiais em altas temperaturas [2].

3.1.1.1.2 BAIXO TEOR DE CIMENTO

Os concretos de baixo teor de cimento (BTC) foram introduzidos nas indústrias na década de 1970, apresentando, como avanço tecnológico em relação aos convencionais, a utilização de apenas 5-8 % de CAC (1,0-2,5 % CaO) em sua composição, otimizando as propriedades a quente destes materiais [2]. Estes materiais são compostos por partículas ultrafinas reativas, como SiO₂ e Al₂O₃, dispersantes e de cimentos de aluminato de cálcio mais puros [8].

A menor utilização de CAC nestes materiais possibilitou a redução no uso de água necessária na mistura, resultando em melhor empacotamento das partículas,

aumento da densidade e diminuição da porosidade [2]. Outra característica destes materiais é o aumento da resistência mecânica com o aumento da temperatura, uma melhora em relação aos concretos convencionais que perdem resistência mecânica em temperaturas intermediárias durante a desidratação do cimento [2].

3.1.1.1.3 ULTRA BAIXO TEOR DE CIMENTO E SEM CIMENTO

O desenvolvimento de concretos de baixo teor de cimento trouxe melhoras significativas em relação aos concretos convencionais, porém o principal problema permanecia, a utilização de CAC em sistemas com Al_2O_3 e SiO_2 formam fases de baixo ponto de fusão como anortita ($\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.2\text{SiO}_2$) e gehlenita ($2\text{CaO}.\text{Al}_2\text{O}_3.\text{SiO}_2$), o que reduz significativamente a refratariedade do concreto [2,13]. Apesar da redução no uso de CaO dos concretos convencionais para concretos de baixo teor de cimento, esta quantidade ainda é alta, a ponto de afetar as propriedades em elevadas temperaturas [2].

Visando melhorar as propriedades dos concretos em elevadas temperaturas, foram desenvolvidos os concretos de ultrabaixo teor de cimento (0,2-1,0 % CaO) e sem cimento (CaO <0,2 %) [8]. Nos concretos de ultrabaixo teor de cimento, apesar da redução na quantidade de CaO, ligações hidráulicas são formadas, prejudicando o desempenho destes materiais em temperaturas intermediárias, entre 300 °C e 800 °C [8]. Já nos concretos sem cimento a quantidade de CaO é insignificante, não havendo formação de hidratos, formando materiais cuja resistência é relacionada especificamente ao grau de empacotamento das partículas, distribuição granulométrica e pela defloculação da matriz [2,8].

3.1.1.2 LIGANTES

Conforme descrito neste trabalho, a evolução dos concretos refratários e sua possível substituição aos refratários formados está intimamente relacionada ao desenvolvimento dos agentes ligantes. Os agentes ligantes têm como função básica a de ser capaz de unir grãos sólidos em uma única massa compacta total, conferindo resistência a verde ao concreto refratário antes de sua secagem e sinterização [13].

A utilização dos concretos refratários aumentou significativamente com o desenvolvimento de concretos de baixo teor de cimento e de ultrabaixo teor de cimento em áreas onde predominavam tijolos ou outros refratários monolíticos. Posteriormente, com o desenvolvimento de concretos sem cimento bombeáveis e auto escoantes, que utilizam a sílica coloidal como agente ligante, melhoraram ainda mais as propriedades e aumentaram as aplicações destes materiais monolíticos [2].

3.1.1.2.1 CIMENTO DE ALUMINATO DE CÁLCIO

O cimento de aluminato de cálcio (CAC) é o ligante mais utilizado em concretos refratários, sendo a evolução dos concretos refratários relacionada diretamente à elevação da pureza deste ligante. A Tabela 4 apresenta os tipos de cimentos hidráulicos de acordo com a pureza e suas características, sendo: CA o $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$, CA_2 o $\text{CaO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3$ e C_{12}A_7 o $12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$

Tabela 4 – Tipos de cimentos hidráulicos e suas características

Tipo de cimento	Faixa de composição de óxido (%)				Principais fases mineralógicas	Refratariedade (°C)
	Al_2O_3	CaO	SiO_2	Fe_2O_3		
Baixa Pureza	39 - 50	35 - 42	4,5 - 9,0	7 - 16	$\text{CA}/\text{CA}_2/\text{C}_{12}\text{A}_7$	1300 a 1500
Pureza Intermediária	55 - 66	26 - 36	3,5 - 6,0	1 - 3	$\text{CA}/\text{CA}_2/\text{C}_{12}\text{A}_7$	1430 a 1550
Alta Pureza	70 - 90	9 - 28	< 0,3	< 0,4	$\text{CA}/\text{CA}_2/\text{C}_{12}\text{A}_7/ \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	1680 a 1900

Fonte: Adaptado de [17].

O CAC, $\text{Ca}(\text{AlO}_2)_2$, origina-se da reação entre a alumina e o carbonato de cálcio, gerando um composto formado por fases com alta capacidade de hidratação [13].

A resistência mecânica a verde dos concretos que utilizam CAC como ligante se inicia a partir da adição de água ao sistema, promovendo a reação de hidratação das fases mineralógicas presentes no cimento. Nesta fase são liberados íons Ca^{2+} e $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ até que o sistema fique saturado, o processo ocorre até a saturação do sistema. Após a saturação, inicia-se a nucleação de cristais de hidratos de aluminato de cálcio que crescem pela precipitação de íons em sua superfície, formando uma

rede interconectada que é a responsável pela resistência mecânica a verde do material, conforme visto na Figura 1 [2,8,13,15,18].

Figura 1 - Rede formada a partir da precipitação dos hidratos de CAC

Fonte: Adaptado de [15].

A quantidade e característica das fases hidráulicas formadas dependem basicamente da composição mineralógica do cimento, da temperatura de cura e da razão água/cimento aplicada [2,8,13,19].

A temperatura de cura na qual o CAC é submetido tem severos efeitos nos produtos de hidratação formados. Em baixas temperaturas (<21 °C), o hidrato predominante formado é o CAH_{10} . Na faixa de temperatura entre 21-35 °C são formados C_2AH_8 juntamente com AH_3 (gel) e em temperaturas acima de 45 °C, o C_3AH_6 é formado junto com o AH_3 cristalino [17]. A Tabela 5 apresenta o efeito da temperatura na hidratação dos concretos que utilizam CAC como agente ligante, sendo: CAH_{10} o $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, C_2AH_8 o $2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, AH_3 o $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ e C_3AH_6 o $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Tabela 5 - Efeito da temperatura nos produtos de hidratação do CAC

Produtos da Hidratação do CAC	Temperatura de Cura (°C)	Propriedades Físicas	
		Densidade (g/cm ³)	Mudança de Volume Sólido de CAH ₁₀ (%)
CAH ₁₀	< 21	1,72	
C ₂ AH ₈ e AH ₃ (gel)	21 - 35	1,95 e 2,42	(-) 37
C ₃ AH ₆ e AH ₃ (cristalino)	> 45	2,52 e 2,42	(-) 53

Fonte: Adaptado de [2].

3.1.1.2.2 SÍLICA COLOIDAL

A sílica coloidal (SC) surgiu como substituta aos tradicionais cimentos de aluminato de cálcio em concretos contendo Al₂O₃ e SiO₂. Isso se deu, devido às necessidades de se obter um ligante que facilitasse as etapas de secagem, diminuísse a porosidade após a queima e gerasse muita *in situ*, melhorando as propriedades a quente [13,19].

A SC é uma suspensão aquosa de nanopartículas esféricas e densas de sílica amorfa. São mantidas, em geral, em meio alcalino e possuem tamanhos de partículas que podem variar de 4 a 75 nm [13]. Quando utilizada como agente ligante em concretos refratários faz com que estes apresentem menor tempo total de mistura que os tradicionalmente empregados com CAC, além de baixa susceptibilidade às condições de cura (tempo e temperatura) [18]. Seu mecanismo de consolidação não forma fases hidratadas, gerando, assim, uma estrutura altamente permeável e porosa [18]. Estas características facilitam a etapa de secagem e reduzem o risco da ocorrência de trincas e explosões.

A resistência mecânica a verde é desenvolvida por meio da gelificação da solução, onde nanopartículas de sílica se agregam através de ligações silano (-Si-O-Si-) que se formam em decorrência da reação entre os grupos silanol (Si-OH) superficiais [13,19]. O gel formado apresenta estrutura nanoporosa que envolve as partículas do concreto por via de ligações primárias fortes que as mantêm unidas. Conforme o gel seca, uma estrutura nanoporosa rígida é formada (Figura 2). Obtém-se, então, um sólido rígido capaz de conferir resistência mecânica a verde ao concreto

[13,18]. A Figura 3 ilustra o processo de secagem de suspensão de sílica coloidal, promovendo a formação de gel.

Figura 2 - Estrutura nanoporosa do gel de sílica

Fonte: Adaptado de [19].

Figura 3 - Processo de secagem de suspensão de sílica coloidal promovendo a formação de gel

Fonte: Adaptado de [19].

3.1.2 ISOLANTES REFRATÁRIOS

Refratários isolantes são materiais de baixa densidade ($< 1 \text{ kg/dm}^3$), leves e porosos, conferindo características de baixa condutividade térmica e capacidade de armazenamento de calor muito menor do que os refratários densos [20]. São fabricados sob a forma de tijolos formados, fibras sintéticas e concretos monolíticos, utilizados com a finalidade de minimizar a transferência de calor através destes, sendo a maior barreira ao fluxo de calor a porosidade presente nestes materiais [21].

Devido à alta porosidade dos materiais isolantes, esses não são resistentes à penetração de fluidos como os refratários densos, não sendo recomendada sua aplicação em ambientes com fluidos corrosivos, fluxo de material abrasivo, e com alta carga mecânica [21]. Destaca-se que o refratário denso (alta refratariedade e condutividade térmica) é exposto ao ambiente agressivo e o isolante: instalado por detrás, conservando o calor no interior do processo e garantindo a integridade física do equipamento, formando uma estrutura normalmente em camadas ou sanduíche [21].

Refratários isolantes promovem diversas vantagens como: economia de combustível por meio da redução de perda de calor para o ambiente e conservação da energia, aumento da produção em razão do rápido tempo de aquecimento, diminuição do tamanho e peso do revestimento refratário do forno [20].

A seguir serão abordados os temas: materiais isolantes produzidos através de fibras cerâmicas refratárias sintéticas, sua manufatura e problemas ocupacionais relacionados a esta.

3.1.2.1 FIBRAS CERÂMICAS REFRATÁRIAS

Fibras cerâmicas refratárias (FCR) podem ser do tipo natural ou sintéticas, as FCR naturais são compostas pelo mineral natural asbesto, enquanto as FCR sintéticas são fibras minerais vítreas de orientação aleatória produzidas pelo homem. O termo FCR ficará subentendido como FCR sintética, matéria-prima utilizada neste estudo.

As FCR são materiais que possuem baixa condutividade térmica e inércia térmica, dissipando pouco calor nos equipamentos onde são aplicados, apresentando

notáveis propriedades de economia de energia (Figura 4) [23-25]. Além disso, as FCR apresentam alta resistência ao dano por choque térmico, baixa densidade, não necessidade de cura ou secagem, alta resiliência e flexibilidade [23,25]. As desvantagens destes materiais em relação aos refratários são: menor resistência mecânica, baixa resistência ao ataque de ácidos (clorídrico e acético), alcalinos (sódio e potássio), halogênios (flúor, cloro, bromo, etc) e vanádio (V_2O_5) [23].

As FCR apresentam temperatura máxima de uso na classe de 1260 °C (fibras obtidas a partir de alumina de alta pureza e sílica) e na classe de 1400 °C (fibras obtidas a partir de alumina de alta pureza, sílica e zircônia) [22]. As Tabelas 6 e 7 apresentam a composição típica das FCR.

Tabela 6 – Composição típica das FCR compostas por alumina e sílica

Componentes	Percentual em massa (%)
Al_2O_3	46 a 56
SiO_2	44 a 54
Outros óxidos	< 1

Fonte: Adaptado de [25].

Tabela 7 – Composição típica das FCR compostas por alumina, sílica e zircônia

Componentes	Percentual em massa (%)
Al_2O_3	< 37
SiO_2	> 48
ZrO_2	< 20
Outros óxidos	< 1

Fonte: Adaptado de [25].

Figura 4 - Comparação entre desempenho da fibra cerâmica e refratário convencional quanto à dissipação de calor por condutividade térmica

Fonte: Adaptado de [24].

As fibras cerâmicas de alumina e sílica foram descobertas nos Estados Unidos na década de 1950, sendo desenvolvidas e vendidas em grande escala na década de 1960, quando houve o aumento dos custos de energia, criando uma forte demanda por produtos refratários isolantes [23,26]. Nesta época, desenvolveram-se produtos secundários como mantas, peças formadas a vácuo e feltros, ampliando, assim, a gama de aplicações industriais, o que ocasionou reduções consideráveis nos custos de produção, tornando-se rapidamente um excelente material isolante para fornos industriais [23]. Atualmente, as fibras cerâmicas são produzidas e vendidas em uma variedade de formas, como mantas, feltros, módulos, flocos, placas, peças formadas a vácuo, misturas, cimentos, massas e têxteis [26]. A Figura 5 apresenta os principais produtos produzidos a partir de fibra cerâmica refratária.

Figura 5 - Principais produtos produzidos a partir de fibra cerâmica refratária

Fonte: Adaptado de [24].

As aplicações de materiais de fibra cerâmica abrangem uma vasta gama de utilizações, como revestimentos de trabalho de fornos industriais, sistema de proteção passiva contra incêndio, usos automotivos, aplicações químicas etc. [24]. A Tabela 8 fornece estimativas das percentagens das aplicações de fibra cerâmica refratária no mercado europeu.

Tabela 8 - Aplicações de fibra cerâmica refratária no mercado europeu

Aplicação	Proporção do mercado (%)
Fornos, aquecedores e revestimentos de fornos	50
Eletrodomésticos	20
Processamento de metal (excluindo revestimento de fornos)	10
Usos automotivos	5
Proteção contra fogo	5
Isolamentos industriais gerais	10

Fonte: Adaptado de [26].

3.1.2.1.1 PROCESSOS DE MANUFATURA

No processo de manufatura de fibras cerâmicas refratárias, as matérias-primas são inicialmente misturadas e postas em um forno elétrico onde são fundidas na temperatura de aproximadamente 2000 °C, obtendo-se um banho homogêneo que é

vazado por meio de um orifício no inferior do forno de forma contínua [23,24]. A mistura fundida é então transformada em fibras mediante dois métodos distintos: sopro (*blowing*) ou centrifugação (*spinning*). As fibras produzidas são então coletadas diretamente como produto primário ou elaboradas por um processo de agulhamento para formação de mantas cerâmicas. A Figura 6 representa as etapas de fabricação das FCR.

Figura 6 – Etapas de fabricação de fibras cerâmicas refratárias

Fonte: Adaptado de [24].

As propriedades físicas da FCR produzida variam de acordo com o seu método de obtenção. As fibras obtidas através do método de centrifugação, por exemplo, geralmente têm um diâmetro médio maior que as obtidas pelo método de sopro [25].

3.1.2.1.1.1 MÉTODO DE SOPRO (BLOWING)

Neste método, a mistura fundida é transformada em fibras através do efeito de arraste de um sopro de uma corrente de ar comprimido ou vapor sobre o material fundido. O sopro, gerado por meio de uma injeção de ar comprimido ou de vapor, separa o material fundido em pequenas gotas, acelerando-as e transformando-as em fibras não ordenadas e com razões variadas entre suas dimensões, comprimento e diâmetro. Geralmente o valor do diâmetro médio das fibras varia entre 2,5 e 3,5 μm [25]. A Figura 7 ilustra o método de sopro para obtenção das fibras.

Figura 7 - Processo de Sopro para fabricação de fibras cerâmicas refratárias

Fonte: Adaptado de [26].

3.1.2.1.1.2 MÉTODO DE CENTRIFUGAÇÃO (SPINNING)

Neste método, a mistura fundida é transformada em fibras após fluir sobre rodas metálicas em alta velocidade de rotação. A força centrífuga gerada durante o impacto do material fundido nas rodas faz com que este seja separado em pequenas gotas, as quais são transformadas em seguida em fibras não ordenadas e com razões variadas entre suas principais dimensões, comprimento e diâmetro. Comumente, o valor médio do diâmetro varia entre 3 e 5 μm [25]. A Figura 8 ilustra o método de centrifugação para obtenção das fibras.

Figura 8 - Processo de Centrifugação para fabricação de fibras cerâmicas refratárias

Fonte: Adaptado de [26].

3.1.2.1.2 PROBLEMAS OCUPACIONAIS

O contato humano com as FCR pode causar irritação da pele, dos olhos e do trato respiratório superior, porém a principal preocupação da exposição humana às fibras cerâmicas diz respeito à inalação durante a fabricação, processamento e uso final destes materiais [27].

Fibras consideradas respiráveis são aquelas que podem alcançar e se depositar nos alvéolos pulmonares. A Organização Mundial de Saúde (OMS) considera 3 μm o limite superior de diâmetro para fibras respiráveis [25,27]. As FCR possuem diâmetro médio de 3-5 μm e não são consideradas fibras respiráveis. Quando inaladas, geram duas prováveis consequências: podem ser expelidas ou retidas nos pulmões. Dentre os diversos parâmetros que influenciam diretamente o grau de toxicidade das fibras, três merecem destaque: dimensão (comprimento e diâmetro), dosagem (exposição cumulativa) e durabilidade (habilidade da fibra de persistir no tecido pulmonar, conhecida como biopersistência).

Baseada em diversos experimentos animais, mediante diferentes rotas de administração, a IARC (Agência Internacional de Pesquisas sobre Câncer) classificou na década de 80 a fibra cerâmica refratária como substância que apresenta evidências do seu grau de patogenicidade em animais, porém em se tratando da espécie humana não há nenhum dado conclusivo [23,25]. Uma década após a classificação da FCR pela IARC, a União Europeia (UE) em 1997 registrou este material na categoria 2 de patogenicidade, devendo estes materiais serem tratados como se fossem considerados patogênicos à espécie humana [25]. Esta classificação impôs uma série de obrigações aos fabricantes e usuários das FCR, desde o controle e a redução de exposição às fibras até o desenvolvimento de materiais alternativos e substitutos quando possível [25]. Os países da UE estão reforçando suas regulamentações sobre o uso de fibra cerâmica vítrea, incluindo os padrões para concentrações de fibras expostas nos locais de trabalho. Os Estados Unidos também seguem o mesmo caminho quanto a essas regulamentações. A Tabela 9 mostra a redução ao longo das décadas na concentração à exposição de fibras cerâmicas refratárias em ambientes de trabalho no setor manufatureiro dos Estados Unidos.

Tabela 9 – Redução na concentração de fibras cerâmicas em ambientes de trabalho ao longo das décadas no setor manufatureiro dos Estados Unidos

Década	Concentração (FCR/cm ³)
1950	10
1970	0,05 a 2,6
1980	≤ 0,66
1990	≤ 0,31
2000 até dias atuais	≤ 0,20

Fonte: Adaptado de [26].

3.2 PROPRIEDADES DE INTERESSE PRÁTICO PARA CONCRETOS REFRAATÓRIOS

3.2.1 DENSIDADE E POROSIDADE APARENTE

A densidade é uma grandeza que interfere diretamente em outras características dos materiais refratários, como a condutividade térmica, resistência mecânica, etc [1,6]. Devido às complexas geometrias e imperfeições dos materiais refratários como trincas e poros que podem ser abertos ou fechados, nem sempre é possível medir o volume de uma peça [6]. Assim, pode-se estabelecer diferentes tipos de cálculo de densidade, dentre eles os de densidade real e densidade aparente [6].

A densidade real pode ser definida como a massa por unidade de volume sem incluir os poros (abertos e fechados) [1,6]. Já a densidade aparente ou massa específica aparente (MEA) de um material poroso é definida como a razão entre a massa de material e o volume que esta massa ocupa, neste caso os poros fechados são incluídos [1,6].

A porosidade é uma propriedade que depende da integridade física (trincas) e de como as partículas estão conectadas de forma a promoverem ou não descontinuidades, vazios ou poros pela estrutura interna do material refratário [6].

A porosidade aparente (PA) é a razão entre o volume de poros abertos e o volume total de material, expressa em porcentagem (%) [1]. Em geral, refratários de baixa porosidade possuem maior resistência à corrosão, erosão, penetração de gases, escórias e metal líquido. Outra propriedade bastante influenciada pela

porosidade é a condutividade térmica, tendo como exemplo os concretos isolantes que são extremamente porosos e de baixa condutividade térmica [6].

Vários ensaios são utilizados na determinação da densidade e porosidade de materiais refratários. Neste trabalho, utilizou-se como referência a norma ABNT NBR 16661:2017 [28]. De acordo com esta norma o corpo de prova é primeiramente seco em estufa a 110 ± 5 °C até obter-se massa constante. Após secagem, o corpo de prova é então pesado em uma balança de resolução 0,01, obtendo-se a massa seca (M_s). Em seguida, o corpo de prova deve ser imergido em um recipiente com água e fervido pelo período de uma hora. Após fervura, o corpo de prova é resfriado até a temperatura ambiente, mantendo-o sempre coberto por água. O corpo de prova é, então, pesado, imerso em água, obtendo-se a massa imersa (M_i). Após determinação da massa imersa, o corpo de prova é retirado da água com auxílio de um pano úmido e, em seguida, retirado o excesso de água da superfície utilizando o próprio pano. O corpo de prova, é então, pesado ao ar, obtendo-se a massa úmida (M_u).

Obtidos estes dados, pode-se calcular a densidade aparente e porosidade aparente por meio das seguintes Equações 1, 2 e 3, conforme abaixo:

$$V_a = \frac{M_u - M_i}{M_{e\text{ água}}} \quad (1)$$

$$MEA = \frac{M_s}{V_a} \quad (2)$$

$$PA = \frac{M_u - M_s}{M_{e\text{ água}} * V_a} * 100 \quad (3)$$

Em que V_a é o volume aparente (cm^3); MEA a massa específica aparente (g/cm^3); PA porosidade aparente (%); M_u a massa úmida (g); M_s a massa seca (g); $M_{e\text{ água}}$ a massa específica da água (g/cm^3) e M_i a massa imersa (g).

3.2.2 RESISTÊNCIA MECÂNICA À COMPRESSÃO

A medida de resistência mecânica, em temperatura ambiente e em altas temperaturas, é comumente utilizada como parâmetro / especificação para uso e

aplicação do material refratário [1]. Esta medida, em temperatura ambiente, indica um parâmetro de controle de qualidade que visa garantir a integridade física das peças, inferir sobre a homogeneidade dos tratamentos térmicos realizados de produtos queimados, avaliar a atuação do sistema ligante (mistura e prensagem) de produtos resinados, além de dar indicação indireta de outras propriedades [6]. O mesmo ensaio em temperaturas elevadas indica a performance do refratário em processo [1]. Nos últimos anos, maior importância tem sido dada à resistência mecânica em alta temperatura, em relação à resistência à temperatura ambiente, devido ao fato dos refratários serem utilizados em elevadas temperaturas [1].

Neste trabalho, determinou-se a resistência à compressão à temperatura ambiente (RCTA) utilizando-se como referência a norma ABNT NBR 11222:2010 [29]. Corpos de prova de dimensão 160 mm x 40 mm x 40 mm foram ensaiados após secagem e após queima, tirando as medidas de altura e largura dos corpos de prova (medidos com a aproximação de 0,1 mm). Os corpos de prova foram colocados na prensa entre os gabaritos metálicos (Figura 9) e foi aplicada uma carga sobre o corpo de prova na velocidade de 800 ± 10 N/s. O cálculo de resistência à compressão na temperatura ambiente foi obtido através da Equação 4.

Figura 9 - Disposição recomendada para o ensaio de RCTA

Fonte: Adaptado de [29].

$$RCTA = \frac{P}{A} \quad (4)$$

Onde RCTA é a resistência à compressão à temperatura ambiente (MPa); P é a carga máxima obtida no momento de ruptura (N); A é a área de aplicação da carga (mm²).

3.2.3 VARIAÇÃO LINEAR DIMENSIONAL

A variação linear dimensional (VLD) permanente é a medida das mudanças permanentes na dimensão de um refratário, seja ele em termos de expansão ou contração depois de ser aquecido idealmente até a temperatura de serviço da face quente ou temperatura de classificação do material [1]. A medida obtida na realização deste ensaio pode indicar a máxima variação dimensional em uma condição livre de estresse [1].

Geralmente, mudanças lineares e volumétricas permanentes baixas são desejáveis aos refratários, sendo um indicativo da boa estabilidade do material, diminuindo o risco de encolhimento do revestimento durante a operação, além de prevenir a entrada de material corrosivo por detrás da face quente [1].

O ensaio de variação linear dimensional pode ser realizado através de diversos métodos, sendo o corpo de prova a ser ensaiado na forma padrão de tijolo, cilindros ou prismas retangulares. Neste trabalho, o ensaio de variação linear dimensional foi realizado tendo como base a norma ABNT NBR 8385:2013 [30]. Após cura ao ar por 24 horas efetuaram-se três medidas do comprimento do corpo de prova (com resolução de 0,1 mm). Em seguida, foi realizada a marcação, com óxido de cromo, dos locais onde foram medidos os corpos de prova para medição futura. Após secagem ou queima, os corpos de prova foram medidos novamente nos mesmos locais.

A variação linear dimensional foi determinada de acordo com a equação abaixo:

$$VLD = \frac{L_f - L_0}{L_0} * 100 \quad (5)$$

Onde VLD é a variação linear dimensional (%); L_f é a média aritmética das medidas efetuadas no corpo de prova, após secagem ou queima (mm); L₀ é a média aritmética das medidas efetuadas no corpo de prova, antes da secagem (mm).

O sinal positivo (+) do valor de VLD significa que ocorreu uma expansão do material e o sinal negativo (-) indica uma contração do material, após o tratamento térmico.

3.2.4 PERMEABILIDADE

A permeabilidade descreve a taxa de fluxo de um fluido (gás ou água) através de um material poroso por unidade de área, sendo um importante parâmetro na avaliação da corrosão de refratários aplicados em contato direto com gases e metal líquido (fundições e siderúrgicas) [1]. É uma das principais propriedades que influenciam a taxa de secagem e a suscetibilidade dos concretos refratários à explosão, quando aquecidos [1,31,32]. A distribuição granulométrica e o teor de água são os fatores mais importantes que determinam a permeabilidade dos concretos refratários [1,31].

Uma estrutura de baixa permeabilidade é necessária, especialmente para refratários em contato com gases hostis (CO , SO_x e $\text{H}_2\text{O}_{\text{vapor}}$) e escórias fundidas (refratários aplicados na linha de trabalho), prevenindo a penetração de agentes corrosivos nos poros, causando a deterioração do material refratário [32,33]. No que concerne a refratários isolantes, uma estrutura de alta permeabilidade é desejável para melhor isolamento térmico [33].

No processamento de refratários, a permeabilidade é um fator de grande importância nos estágios de secagem e sinterização [33]. Estruturas de baixa permeabilidade podem impedir a rápida retirada do solvente e hidratos de água em seu interior por longos períodos [33]. Nestes casos, rápidas taxas de aquecimento causam aumento da pressão no interior do refratário devido à formação de vapor, danificando ou até mesmo explodindo-o [33].

O mesmo poro utilizado para eliminar a água presente na estrutura refratária pode eventualmente ser responsável pela penetração de substâncias corrosivas no interior da estrutura [32,33]. A medição da permeabilidade não é somente importante para explicar o mecanismo de transferência de massa e calor durante o tratamento térmico, mas também a avaliação da durabilidade do produto [32,33].

Na literatura, a permeabilidade de refratários é usualmente expressa como constantes derivadas de dois modelos principais: a lei de Darcy e equação de Forchheimer [31-35].

A lei de Darcy foi proposta por Darcy em 1856 e trata-se da primeira relação empírica para quantificar a resistência ao fluxo em baixas velocidades de um fluido através de um meio poroso, homogêneo e não compressível, conforme expressão abaixo [31-35]:

$$-\frac{dP}{dx} = \frac{\mu}{k_1} v_s \quad (6)$$

Onde $\frac{dP}{dx}$ é o gradiente de pressão ao longo da direção do fluxo (Pa/m), μ é a viscosidade do fluido (Pa*s) e v_s representa a taxa de fluxo volumétrico pela área transversal total, ortogonal ao fluxo do fluido (m/s). O parâmetro k_1 é constante para meios porosos e pode ser chamado de permeabilidade Darciana, coeficiente de permeabilidade ou permeabilidade intrínseca, dependendo do campo de pesquisa e é expresso em m² SI. Para fluidos compressíveis, como os gases, a Equação 6 pode ser integrada considerando o fluido como gás ideal, obtendo a equação conhecida como lei de Darcy:

$$\frac{P_e^2 - P_s^2}{2P_s L} = \frac{\mu}{k_1} v_s \quad (7)$$

Onde a pressão P é a pressão para a qual os valores de velocidade e viscosidade do fluido são obtidos e L é a altura da amostra em que o fluido será atravessado.

A lei de Darcy se mostrou com boa concordância para experimentos quando a queda de pressão resulta em efeitos viscosos em baixas velocidades. Quando a velocidade aumenta, contudo, efeitos cinéticos originados da inércia e turbulência do fluido tornam-se representativos e uma relação parabólica entre v_s e ΔP prevalece, sendo estabelecida a equação de Forchheimer:

$$\frac{\Delta P}{L} = \frac{\mu}{k_1} v_s + \frac{\rho}{k_2} v_s^2 \quad (8)$$

Onde ρ é a densidade do fluido (kg/m^3).

Similarmente, para gases, a Equação 8 torna-se:

$$\frac{P_e^2 - P_s^2}{2P_s L} = \frac{\mu}{k_1} v_s + \frac{\rho}{k_2} v_s^2 \quad (9)$$

Nas Equações 8 e 9 conhecidas como equações de Forchheimer, uma nova constante k_2 , foi introduzida, a qual similarmente a k_1 , também é dependente somente das propriedades do meio poroso e é expressa em metro (m) SI. O primeiro termo da equação de Forchheimer ($\frac{\mu}{k_1} v_s$), representa as perdas por energia viscosa e prevalece em baixas velocidades de fluido, enquanto que o segundo termo ($\frac{\rho}{k_2} v_s^2$), representa as perdas por energia cinética e é mais significativo em altas velocidades.

A relativa contribuição de cada termo na queda de pressão total também depende dos valores das constantes k_1 e k_2 , que podem ser alteradas significativamente durante o tratamento térmico devido a fenômenos que modificam a estrutura porosa, incluindo desidratação, incompatibilidade de expansão térmica, sinterização e microtrincas.

Os parâmetros k_1 e k_2 são conhecidos respectivamente como constantes de permeabilidade Darciana e não Darciana e são utilizados para avaliar a permeabilidade de meios porosos, sendo obtidos experimentalmente, conforme será descrito neste tópico.

Neste trabalho, a avaliação da permeabilidade foi realizada através da obtenção das constantes de permeabilidade k_1 e k_2 das amostras em estudo, baseando-se na norma ASTM C577-07 [36]. Corpos de prova cúbicos de dimensão 51 mm x 51 mm x 51 mm foram posicionados, cada qual, em uma cápsula metálica e envolvidos por silicone para promover a perfeita vedação do sistema. Na realização dos ensaios, ar atmosférico comprimido foi induzido a passar em uma área do corpo de prova de $1,96 \times 10^{-3} \text{ m}^2$ ao longo de seu comprimento de 51 mm. Foram medidas a diferença de pressão entre a entrada e saída da cápsula, através de um transdutor de pressão, e a vazão de ar, que atravessou o corpo de prova, por meio do uso de um

bolhômetro (Figuras 10 e 11). Os valores de temperatura ambiente e pressão atmosférica, foram coletados na data de realização dos ensaios, determinando-se os valores de viscosidade e densidade do ar através de uma carta psicométrica [49].

As constantes de permeabilidade k_1 e k_2 , propriedades do meio poroso, foram obtidas mediante a Equação 9 de Forchheimer. Primeiramente plotou-se em um gráfico os valores de $\frac{P_e^2 - P_s^2}{2P_s L}$, no eixo y, em função dos valores medidos de v_s , no eixo x, obtendo-se uma equação de segundo grau com os valores de $\frac{\mu}{k_1}$ e $\frac{\rho}{k_2}$. Conhecendo-se os valores de μ e ρ , como mencionado acima, determinou-se k_1 e k_2 .

Cumprir dizer que todas as medidas de vazão e pressão em cada ensaio foram realizadas em tréplica, para verificar a reprodutibilidade dos valores. Cada amostra foi analisada uma vez, fornecendo apenas uma curva de permeabilidade.

Figura 10 - Detalhe esquemático do aparato usado neste trabalho para medição da permeabilidade dos concretos refratários

Fonte: Adaptado de [33].

Figura 11 - Aparato experimental para avaliação da permeabilidade das amostras (a) e amostra refratária posicionada no interior da cápsula metálica, sendo envolvida por silicone (b)

Fonte: Próprio autor.

3.2.5 RESISTÊNCIA AO CHOQUE TÉRMICO

A resistência ao choque térmico é uma propriedade que quantifica a dificuldade ou facilidade que um corpo de prova cerâmico possui em suportar fraturas ou danos na estrutura em função de variações bruscas de temperatura [1,37,38]. Esta é uma propriedade de grande importância para os materiais refratários já que estes são constantemente submetidos a situações de oscilações de temperatura durante seu aquecimento inicial, em decorrência do próprio processo ou durante paradas para manutenção [39,40].

Segundo Kingery, as mudanças do gradiente de temperatura do material geram simultaneamente um perfil de distribuição de tensão com formato parabólico ao longo da espessura do revestimento refratário (Figura 12). Durante o resfriamento, a temperatura da superfície do material atinge rapidamente a nova temperatura à que o material foi submetido, resultando na geração de uma força de tração nesta região em função da retração do material, ao passo que no interior do material a temperatura permanece próxima à temperatura em que o material estava antes de ocorrer o choque térmico, gerando uma força contrária de compressão. Durante o aquecimento, as tensões que ocorrem são o inverso do resfriamento [41].

Os materiais cerâmicos são mais suscetíveis à fratura por tração do que por compressão, desta forma um material em aquecimento tem maior chance de nuclear

trinca no centro de seu volume (não sendo visível a aparição de trincas). Durante o resfriamento, porém haverá nucleação preferencial e crescimento de trincas pela superfície do material.

Figura 12 – Distribuição de temperatura e de tensão térmica para resfriamento (a) e aquecimento (b)

Fonte: Adaptado de [41].

As tensões térmicas às quais os refratários são submetidos podem levar ao surgimento de trincas e, em alguns casos, à fratura do material, caso as tensões geradas sejam superiores às tensões de ruptura do material [41]. A extensão do dano causado depende de uma série de fatores tanto intrínsecos aos refratários (composição química, porosidade, resistência mecânica da matriz e agregados refratários, espessura do revestimento etc.), como fatores extrínsecos (ciclo térmico, encharcamento térmico do revestimento, tipo de aquecimento inicialmente realizado etc.) [6].

Refratários de elevada resistência mecânica possuem uma grande quantidade de energia elástica disponível no momento inicial da fratura e, desta forma, apresentam um rápido crescimento das trincas, em contrapartida materiais cerâmicos com menor resistência mecânica e que tenham sofrido choque térmico apresentam uma propagação mais estável de trincas em resposta a variação da tensão com o tempo [38].

Dentre os principais mecanismos utilizados em refratários para dificultar a propagação de trincas, reduzir a resistência mecânica e a energia de deformação

elástica armazenada, disponível para a propagação de trincas por choque térmico, encontram-se a adição de agregados, a formação de microtrincas, o aumento da porosidade e a formação de fases com formato de agulhas [37-39]. A utilização destes mecanismos faz com que as trincas apenas consigam caminhar curtas distâncias em função de seu movimento ser travado pela interação das microtrincas entre si, com os poros, agregados e devido ao próprio formato da fase do material [37,38].

A resistência ao choque térmico de materiais refratários pode ser prevista de acordo com as equações 10, 11 e 12, escritas por Hasselman, onde foram propostos os parâmetros de Hasselman, conforme equações abaixo:

$$R = \frac{\sigma_f(1 - \nu)}{E\alpha} \quad (10)$$

$$R'''' = \frac{E * \gamma_{wof}}{\sigma_f^2(1 - \nu)} \quad (11)$$

$$R_{st} = \left[\frac{\gamma_{wof}}{E\alpha^2} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (12)$$

Em que R (°C) é o parâmetro de resistência ao choque térmico e fornece uma estimativa da diferença máxima de temperatura que pode ser suportada pelo material antes da formação de trincas geradas por choque térmico. Este parâmetro pode ser aplicado a situações em que a fratura é estável ou quase estável [12,37,42].

R'''' (m) é o parâmetro de resistência ao dano por choque térmico cinético e é aplicado em situações em que as rachaduras já foram iniciadas na microestrutura. Este parâmetro representa a mínima propagação de trincas no início da fratura por estresse térmico e é, portanto, um indicador adequado da resistência à propagação de trinca [12,37,42].

R_{st} (m^{1/2}*°C) é o parâmetro de resistência ao dano por choque térmico de crescimento quase-estático de trinca e é aplicado para materiais de baixa resistência contendo maiores rachaduras iniciais e, portanto, sujeitos a uma forma quase estática de um crescimento de trinca [12,37,42].

Das Equações 10, 11 e 12 temos que γ_{wof} é a energia de superfície de fratura (J*m⁻²), E é o módulo de elasticidade (GPa), σ_f é a tensão de fratura (MPa), α é o

coeficiente de expansão térmica linear ($^{\circ}\text{C}^{-1}$) e ν o coeficiente de Poisson (adimensional).

Os parâmetros de Hasselman servem para estimar o comportamento do refratário ao choque térmico. Como são fatores calculados que dependem de outras variáveis, quando se quer uma análise de maior profundidade, aplicam-se testes experimentais de choque térmico [12].

A avaliação da degradação das propriedades dos refratários devido a tensões térmicas pode ser obtida mediante o resfriamento de corpos de prova retirados de um forno em alta temperatura em água, metal líquido, óleo, sais fundidos ou ar [40]. Esse procedimento leva à nucleação e / ou propagação de trinca, deteriorando a resistência mecânica dos concretos. Além disso, com a formação de trinca tem-se um efeito importante no módulo de Young (E) destes materiais. Pode-se medir essa propriedade com a ajuda de técnicas não destrutivas (ressonância sonora, ecografia ultrassônica, vibração transitória, atrito interno e amortecimento atingido por métodos de resina, etc. Tais procedimentos podem fornecer informações úteis ao acompanhamento do progresso do nível de dano por choque térmico.

É mostrado na literatura que refratários submetidos a ciclos de choque térmico têm seus módulos de elasticidade (módulo de Young e cisalhamento) e resistência à flexão diminuídos a cada ciclo e que, nos primeiros ciclos, essa diminuição é mais acentuada [12]. Estas observações vistas na prática vão ao encontro dos parâmetros de Hasselman. Inicialmente, quando um corpo de prova cerâmico é submetido aos primeiros choques térmicos tem-se a formação das primeiras trincas que vão de acordo com o parâmetro R (maior energia elástica disponível), após geração das trincas iniciais a interação entre as trincas prevalecem, conforme os parâmetros R'''' e R_{st} (diminuição da energia elástica disponível e diminuição da nucleação e crescimento das trincas).

Neste trabalho, a medida de resistência ao choque térmico foi baseada no método B da norma DIN EN 993-11 [43]. Corpos de prova moldados na dimensão de 150 mm x 20 mm x 20 mm foram previamente queimados na temperatura de 1000 $^{\circ}\text{C}$ por 5 horas, seguindo a taxa de 2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Em seguida, as amostras foram colocadas em um forno pré-aquecido entre 250 $^{\circ}\text{C}$ e 300 $^{\circ}\text{C}$, permanecendo por quatro horas e depois colocadas em um forno pré-aquecido na temperatura de 950 ± 25 $^{\circ}\text{C}$ onde permaneceram por mais 5 minutos [Figura 13 (a)]. Posteriormente, as amostras foram

retiradas do forno e colocadas sobre uma chapa de inox refrigerada com água circulante e ventilação forçada por 5 minutos, completando um ciclo térmico [Figura 13 (b)]. Essas etapas foram realizadas em 1, 3, 5, 10, 15, 30 e 50 ciclos.

Figura 13 - Apresenta as amostras após terem permanecido no forno pré-aquecido em 950 °C por 5 minutos (a) e amostra sendo posta sob a chapa de inox refrigerada (b)

Fonte: Próprio autor.

Realizada a quantidade de ciclos térmicos estabelecida, os corpos de prova foram então resfriados a uma temperatura ambiente para medição do módulo de Young através do ensaio dinâmico por pulso, conforme será descrito no item 2.2.6.1.

3.2.6 MÓDULO ELÁSTICO

O módulo de Young e a razão de Poisson são as principais propriedades que caracterizam a rigidez elástica dos materiais e que dependem de sua composição química, microestrutura e defeitos como poros e trincas [44]. São parâmetros fundamentais para o projeto, desenvolvimento e controle de materiais [45], uma vez que estão ligados à descrição de várias outras propriedades mecânicas, como por exemplo, a tensão de escoamento, tensão de ruptura, a variação de temperatura crítica para a propagação de trincas, sob a ação de choque térmico, etc [44].

O módulo de Young é um parâmetro mecânico que proporciona a medida de rigidez de um material sólido, podendo ser definido pela lei de Hooke através da seguinte equação:

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (13)$$

Em que σ é a tensão aplicada (N/m² ou Pa), E é o módulo de Young (N/m² ou Pa), ε a deformação elástica (adimensional).

A lei de Hooke descreve matematicamente o comportamento experimental de determinados materiais, nos quais a deformação (ε) é praticamente proporcional à tensão (σ) quando as deformações são pequenas.

Quando a tensão axial (σ) é aplicada em um corpo gerando uma deformação elástica, surge uma razão negativa entre as tensões lateral e axial, a qual é definida como razão ou coeficiente de Poisson (ν), conforme a equação abaixo:

$$\nu = -\frac{\varepsilon_x}{\varepsilon_z} = -\frac{\varepsilon_y}{\varepsilon_z} \quad (14)$$

Para os materiais isotrópicos que apresentam as mesmas propriedades físicas, independente da direção cristalográfica, os módulos de cisalhamento e elasticidade estão correlacionados entre si e com o coeficiente de Poisson de acordo com a seguinte equação:

$$\nu = \frac{E}{2G} - 1 \quad (15)$$

Onde ν é o coeficiente de Poisson (adimensional), E é o módulo de Young (Pa) e G o módulo de cisalhamento (Pa).

Os módulos elásticos podem ser obtidos por meio de ensaios estáticos (tração, torsão, compressão, flexão) ou ensaios dinâmicos (velocidade ultrassônica e de ressonância) [6]. Os métodos estáticos são baseados em ensaios mecânicos usualmente destrutivos, e os dinâmicos, em técnicas de ressonância não destrutivas [44]. Vale ressaltar que, em nosso trabalho, foi utilizado apenas o ensaio dinâmico por pulso.

3.2.6.1 ENSAIO DINÂMICO POR PULSO

No método de excitação por pulso, os módulos elásticos e o de amortecimento são calculados a partir do som emitido pelo corpo de prova ao sofrer um estímulo mecânico [44,45]. Este som, ou resposta acústica, é composto pelas frequências naturais de vibração do corpo que são proporcionais aos módulos elásticos e a sua amplitude decai de acordo com o amortecimento do material [44].

Para geometrias simples, como barra, cilindro, disco, anel e placa, existe uma relação direta entre as frequências naturais de vibração com as dimensões, a massa e os módulos de elasticidade do corpo de prova [44]. As dimensões e a massa desses corpos de prova são facilmente mensuradas com um paquímetro e uma balança, assim, conhecendo-se as frequências naturais de vibração, o cálculo do módulo elástico é imediato [44].

Neste trabalho a norma utilizada como referência para medição do módulo de elasticidade de materiais refratários por pulso foi a ASTM C1548–02 [46]. Conforme esta norma, o corpo de prova é excitado mediante um estímulo mecânico por um pulsador manual, conforme Figura 14. A resposta acústica gerada é então captada por um captador acústico e processada pelo software, que calcula o módulo elástico e o amortecimento [44].

Para barras com secções transversais quadradas excitadas no modo de flexão de vibração, o módulo de Young (E) é calculado usando a seguinte equação:

$$E = 0,9465 * \left(\frac{m * f_f^2}{b} \right) * \left(\frac{L}{t} \right)^3 * T_1 \quad (16)$$

Onde m é a massa da barra (kg), L o comprimento (m), b a largura (m) e t a altura da barra (m); f_f é a frequência de ressonância fundamental flexional (Hz) e T_1 é um fator de correção para o modo fundamental flexional dado por:

$$T_1 = 1 + 6,585(1 + 0,0752\vartheta + 0,8109\vartheta^2) \left(\frac{t}{L} \right)^2 - 0,868 \left(\frac{t}{L} \right)^4 - \left[\frac{8,340(1 + 0,2023\vartheta + 2,173\vartheta^2) \left(\frac{t}{L} \right)^4}{1,000 + 6,338(1 + 0,1408\vartheta + 1,536\vartheta^2) \left(\frac{t}{L} \right)^2} \right] \quad (17)$$

Onde ν é a razão de Poisson.

Neste ensaio foram utilizadas barras de dimensão 150 mm x 20 mm x 20 mm. Como o valor de $L/t < 20$ e a razão de Poisson não é conhecida, utilizou-se um processo iterativo de cálculo, baseando-se no módulo de Young e cisalhamento experimentais, conforme etapas descritas a seguir:

- Primeiramente determinou-se as frequências de ressonância fundamental do modo flexional (f_f) e torcional (f_t) das amostras. Através das Equações 18 e 19 calculou-se o módulo de cisalhamento (G) a partir da frequência de ressonância torcional fundamental e das dimensões e massa da amostra.
- Utilizando as Equações 16 e 17 obteve-se o módulo de Young (E) da frequência flexional fundamental, das dimensões, da massa e de um valor inicial da razão de Poisson (ν_0).

$$G = \frac{4Lmf_t^2}{bt} R \quad (18)$$

Em que G é o módulo de cisalhamento, (f_t) é a frequência de ressonância fundamental torcional e R é um fator dependente da relação entre a largura e a altura da amostra dado por:

$$R = \left[\frac{1 + \left(\frac{b}{t}\right)^2}{4 - 2,521 \frac{t}{b} \left(1 - \frac{1,991}{e^{\pi \frac{b}{t} + 1}}\right)} \right] \left[1 + \frac{0,0851 n^2 b^2}{L^2} \right] - 0,060 \left(\frac{nb}{L}\right)^{\frac{2}{3}} \left(\frac{b}{t} - 1\right)^2 \quad (19)$$

- Temos que a razão de Poisson se relaciona com E e G através da equação abaixo:

$$\nu = \left(\frac{E}{2G}\right) - 1 \quad (20)$$

Onde ν é a razão de Poisson, E é o módulo de Young e G é o módulo de cisalhamento.

Os valores de modo de cisalhamento e do módulo de Young calculados foram então substituídos na Equação 20 para a razão de Poisson. Um novo valor para a razão de Poisson (ν_x) é gerado para iniciar outra iteração.

- As etapas foram repetidas até que uma diferença não significativa (2% ou menos) foi observada entre o último valor e o valor atual computado para a razão de Poisson.

Cumprido dizer que os cálculos realizados para determinação do módulo elástico foram todos realizados através do software Sonelastic®. Foram medidos e inseridos no software apenas os dados de dimensão (comprimentos, largura e espessura) dos corpos de prova e sua massa. Obtendo-se, após estímulo mecânico, o módulo de Young do respectivo corpo de prova.

Figura 14 – Equipamento Sonelastic® utilizado para medição do módulo elástico através do método de excitação por impulso (a) e amostra posicionada sobre suporte metálico, próxima ao microfone durante a realização de medição do módulo de Young (b)

Fonte: Próprio autor.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS

Foram utilizados dois concretos refratários comerciais. O primeiro, um concreto aluminoso de baixo teor de cimento, de aluminato de cálcio como agente ligante (Supercastibar 664, IBAR) e o segundo, um concreto aluminoso sem cimento, que contém sílica coloidal como agente ligante (Andicast 565 SC AL, IBAR).

As fibras cerâmicas refratárias sintéticas (HP 8, da NUTEC IBAR), são provenientes de manta de fibra cerâmica de densidade 128 kg/m^3 , obtidas mediante o método de centrifugação de uma mistura composta majoritária de sílica e alumina. As fibras foram fornecidas em forma de flocos (Figura 15), após serem moídas em um moinho de martelos de abertura de malha com diâmetro de 19 mm, facilitando sua dispersão nos concretos durante a mistura.

Figura 15 - Flocos de FCR utilizados na adição dos concretos em estudo

Fonte: Próprio autor.

A Tabela 10 apresenta a composição química típica e a densidade das matérias-primas utilizadas, fornecidas pelas empresas IBAR e NUTEC IBAR.

Tabela 10 – Composição química dos concretos refratários e especificação da fibra cerâmica refratária

Características		Supercastibar 664	Andicast 565 SC AL	FCR
Composição Química (% massa)	SiO ₂	12.0	25.0	49.0 – 53.0
	Al ₂ O ₃	65.0	71.0	44.0 – 52.0
	Fe ₂ O ₃	0.50	0.70	0.10 – 0.20
	CaO	1.20	-	-
	SiC	15.0	-	-
	TiO ₂	-	-	0.10 – 0.20
Densidade ¹ (g/cm ³)		2,88	2,65	0,128

Fonte: IBAR e NUTEC IBAR.

4.2 METODOLOGIA EXPERIMENTAL

4.2.1 FLUXOGRAMA GERAL DO PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Para visualização simplificada das etapas gerais do procedimento experimental, foi elaborado o fluxograma apresentado na Figura 16.

¹ O valor de densidade dos concretos refere-se à massa específica aparente destes materiais após secagem em 110 °C x 24 h.

Figura 16 - Fluxograma geral do procedimento experimental

Fonte: Próprio autor.

4.2.2 PRODUÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Os refratários utilizados já vieram com as matérias-primas pré-misturadas, sendo previamente pesados e colocados em uma argamasseira planetária de laboratório com capacidade nominal de 5 litros. Os concretos foram homogeneizados a seco por três minutos e a úmido por um minuto a 60 rpm e dois minutos a 120 rpm. Foi pré-estabelecida a quantidade de água em 4,0 % em massa para o Supercastibar 664 (indicação do fabricante) e 10,0 % em massa de solução de sílica coloidal para o Andicast 565 SC AL (indicação do fabricante). Após homogeneização a úmido foram adicionados 2,5 % e 5,0 % em massa de fibra em forma de flocos (em relação a massa seca do concreto) nas amostras preparadas com FCR e misturadas por dois minutos.

Após as misturas terem sido concluídas, estas foram vertidas em moldes de aço inoxidável em mesa vibratória, pois a vibração durante a moldagem auxilia na acomodação da massa no molde e melhora as condições de liberação de ar aprisionado no interior da amostra.

4.2.3 MOLDAGEM

4.2.3.1 BARRAS PRISMÁTICAS

Foram confeccionadas duas dimensões de corpos de prova na forma de barras prismáticas.

As amostras na dimensão de 160 mm x 40 mm x 40 mm foram utilizadas para medidas de variação linear dimensional permanente, resistência à compressão na temperatura ambiente, densidade de massa aparente e porosidade aparente. A Figura 17 mostra a moldagem das amostras nessa dimensão.

Figura 17 - Fotografia da confecção das amostras em forma de barra prismática na dimensão de 160 mm x 40 mm x 40 mm

Fonte: Próprio autor.

As amostras na dimensão de 150 mm x 20 mm x 20 mm foram utilizadas para medidas de resistência ao choque térmico e posterior medida do módulo de Young por pulso. A Figura 18 mostra a moldagem das amostras nessa dimensão.

Figura 18 - Fotografia da confecção das amostras em forma de barra prismática na dimensão de 150 mm x 20 mm x 20 mm

Fonte: Próprio autor.

4.2.3.2 CUBOS

As amostras de forma cúbica (Figura 19) foram moldadas na dimensão de 51 mm x 51 mm x 51 mm, sendo utilizadas para medidas da permeabilidade dos concretos em estudo.

Figura 19 - Fotografia da confecção das amostras cúbicas de dimensão 51 mm x 51 mm x 51 mm

Fonte: Próprio autor.

4.2.4 CURA / SECAGEM

Após a moldagem as amostras permaneceram em temperatura ambiente nos moldes por 24 horas e após desmoldadas por mais 24 horas, totalizando 48 horas de cura em atmosfera ambiente.

Os corpos de prova foram primeiramente secos em estufa de laboratório na temperatura de 110 ± 5 °C por vinte e quatro (24) horas.

4.2.5 SINTERIZAÇÃO

Parte dos corpos de prova na forma de barras prismáticas de dimensão 160 mm x 40 mm x 40 mm foi sinterizada em duas temperaturas distintas: 815 °C e 1400 °C por 5 horas, com taxas de aquecimento e resfriamento do forno de 2 °C por minuto. Essas temperaturas foram escolhidas em razão da ficha técnica que indica que os produtos apresentam desempenho apropriado nessas temperaturas.

Os corpos de prova na forma de barras prismáticas de dimensão 150 mm x 20 mm x 20 mm, foram sinterizados na temperatura de 1000 °C por 5 horas, com taxas de aquecimento e resfriamento do forno de 2 °C por minuto. Essa temperatura foi escolhida em função de ser uma temperatura logo acima da temperatura de realização do ensaio de choque térmico de 950 °C.

Com a evolução do trabalho, foi observado que seria interessante analisar a permeabilidade nas temperaturas de 950 °C e 1200 °C, a fim de se obter conhecimento do comportamento da permeabilidade após sinterização. Assim, após a finalização dos ensaios de permeabilidade das amostras secas em 110 °C e 350 °C, estas foram sinterizadas nas temperaturas de 950 °C e 1200 °C por 5 horas, com taxas de aquecimento e resfriamento do forno de 2 °C por minuto.

Observação: A sinterização das amostras de Andicast 565 SC AL foram feitas em ar atmosférico, enquanto as amostras do Supercastibar 664 foram sinterizados em atmosfera redutora, isso em função do Supercastibar 664 apresentar carbetos de silício em sua composição.

4.3 AVALIAÇÃO E DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES DOS CONCRETOS COM E SEM ADIÇÃO DE FIBRA CERÂMICA REFRACTÁRIA

4.3.1 MASSA ESPECÍFICA E POROSIDADE APARENTE

As análises de densidade de massa aparente (MEA) e porosidade aparente (PA) foram realizadas de acordo com a norma ABNT NBR 16661:2017, conforme descrito no item 2.2.1 [28].

Para este ensaio foram preparadas três (3) corpos de prova para cada condição em estudo, a partir dos corpos de provas utilizados no ensaio de resistência à compressão de dimensão 160 mm x 40 mm x 40 mm.

4.3.2 RESISTÊNCIA À COMPRESSÃO À TEMPERATURA AMBIENTE

As análises de resistência à compressão à temperatura ambiente (RCTA) foram realizadas em uma máquina EMIC DL 60000, uma máquina de teste hidráulico universal, de acordo com a norma ABNT NBR 11222:2010, conforme descrito no item 2.2.2 [29].

Para este ensaio foram preparados três (3) corpos de prova para cada um dos concretos analisados:

- Corpos de prova somente secos em 110 °C por 24 horas, sem adição de FCR e com adição de 2,5 % e 5,0 % em massa de FCR.
- Corpos de prova secos em 110 °C por 24 horas e sinterizados nas temperaturas de 815 °C e 1400 °C, sem adição de FCR e com adição de 2,5 % e 5,0 % em massa de FCR.

4.3.3 VARIAÇÃO LINEAR DIMENSIONAL PERMANENTE

As análises de variação linear dimensional permanente foram realizadas de acordo com a norma ABNT NBR 8385:2013, conforme descrito no item 2.2.3 [30].

Para este ensaio foram utilizadas as mesmas amostras preparadas para o ensaio de resistência à compressão.

4.3.4 PERMEABILIDADE

As análises de permeabilidade foram realizadas em um equipamento desenvolvido pelo próprio Departamento de Engenharia Civil da USP, de acordo com a norma ASTM C577-07, conforme descrito no item 2.2.5 [36].

Para este ensaio foram preparados três (3) corpos de prova para cada condição em estudo. Inicialmente foram confeccionados corpos de prova somente secos em 110 °C, 350 °C e 600 °C por 24 horas, sem adição de FCR e com adição de 2,5 % e 5,0 % em massa de FCR. Com o decorrer do trabalho, verificou-se que seria interessante analisar o comportamento da permeabilidade dos corpos de prova após sinterização em 950 °C e 1200 °C. Para isso, os corpos de prova secos em 110 °C e 350 °C foram sinterizados nas temperaturas estabelecidas, realizando-se o ensaio de permeabilidade após a queima.

4.3.5 RESISTÊNCIA AO CHOQUE TÉRMICO

As análises de resistência ao choque térmico foram baseadas no método B da norma DIN EN 993-11, conforme descrito no item 2.2.6 [43].

Foram preparados corpos de prova em triplicata para cada condição em estudo. Assim sendo, foram confeccionados corpos de prova sem adição de FCR e com adição de 2,5 % e 5,0 % em massa de FCR. Inicialmente, todos os corpos de prova foram secos em 110 °C por 24 horas e após foram sinterizados na temperatura de 1000 °C. Na realização dos ensaios de choque térmico as amostras foram postas primeiramente em um forno pré-aquecido entre 250 °C e 300 °C, permanecendo por quatro horas. Após aquecimento, os corpos de prova foram colocados em um forno elétrico pré-aquecido na temperatura de 950 °C e permaneceram por 10 minutos. Após aquecimento os corpos de prova foram retirados do forno e postos sobre uma chapa de inox refrigerada, com ventilação de ar forçado pelo tempo de 5 minutos, completando um (1) ciclo de choque térmico.

Foi avaliada a perda de resistência ao choque térmico, realizando-se a medição do módulo de Young (através do ensaio dinâmico por pulso descrito no item 2.2.4.1) após a realização de 1, 3, 5, 10, 15, 30 e 50 ciclos de choque térmico.

4.3.6 MÓDULO DE ELASTICIDADE

Após a realização do ensaio de choque térmico e da quantidade de ciclos de choque térmico estabelecidos, foram medidos os módulos elásticos destas amostras, por meio da técnica de excitação por impulso usando um equipamento Sonelastic® de acordo com a norma ASTM C1548-02, conforme descrito no item 2.2.4.1 [46].

4.3.7 AVALIAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO

4.3.7.1 MICROSCOPIA ÓPTICA DE LUZ BRANCA REFLETIDA (MO)

Amostras dos dois concretos, sem adição de fibras, secos em 110 °C por 24 horas e sinterizados em 1000 °C por 5 horas, foram analisadas em um microscópio ótico de luz branca refletida, modelo Stemi 2000 C com câmera digital AxioCam ICc3, localizado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica, com objetivo de observar a morfologia destes materiais.

A preparação das amostras obedeceu à seguinte ordem:

- Corte dos concretos em formato de paralelepípedo reto de dimensão 20 mm x 20 mm x 10 mm.
- Impregnação das amostras com resina epóxi.
- Lixamento sem polimento das amostras com lixas de carbeto de silício (SiC) de granulometria 50, 220, 400 e 500.

4.3.7.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA, EDS

Amostras dos dois concretos, sem adição de fibras, secos em 110 °C por 24 horas e sinterizados em 1000 °C por 5 horas e da fibra cerâmica refratária, foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), em um microscópio da marca FEI, modelo INSPEC F50, localizado no Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da Escola Politécnica. O equipamento também foi utilizado devido ao fato de possuir um analisador de raios X por dispersão de energia (EDS),

utilizando o software EDAX com TEAM®. O EDS foi empregado para microanálises qualitativas de regiões selecionadas das amostras dos dois concretos.

Foram realizadas também imagens por MEV e análise qualitativa via EDS das superfícies fraturadas de amostras dos dois concretos em estudo, com adição 2,5 % e 5,0 % de FCR, antes e após a realização de 50 ciclos térmicos, com objetivo de observar a morfologia dos concretos antes e após a realização da quantidade de ciclos térmicos realizados neste trabalho.

Todas as amostras foram montadas em “stubs” sobre fita de carbono e recobertas via “sputtering” também com carbono.

4.3.7.3 TERMOGRAVIMETRIA (TG) E ANÁLISE TERMO DIFERENCIAL (ATD)

O comportamento térmico da fibra cerâmica refratária foi avaliado por termogravimetria e análise termo diferencial, fazendo uso de um equipamento de NETZSCH Thermische Analyse, STA 409.

A estabilidade térmica foi investigada por ATD com aquecimento da amostra de 25 °C a 1500 °C, sob fluxo de ar sintético com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min.

4.3.7.4 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Esta técnica foi utilizada para identificação das fases presentes nas amostras dos dois concretos, sem adição de fibras, após a realização de 50 ciclos de choque térmico. A identificação de fases pode ser observada pelos picos plotados no difratograma.

As amostras foram analisadas em um difratômetro X’Pert da Philips com radiação Cu α ($\lambda = 1,542\text{\AA}$, 2,2kW). O software utilizado para identificação das fases foi o X’Pert High Score Plus da Panalytical.

As análises foram conduzidas no Laboratório de Caracterização Tecnológica - LCT, vinculado ao Departamento de Engenharia de Minas e de Petróleo da Escola Politécnica da USP.

Para análise as amostras foram moídas e empregou-se o método do pó.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO DAS MATÉRIAS-PRIMAS UTILIZADAS

5.1.1 FIBRA CERÂMICA REFRAATÁRIA

A fibra cerâmica refratária sintética adicionada aos dois concretos em estudo foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura, termogravimetria e análise termo diferencial.

A Figura 20 mostra a micrografia das FCR sintéticas no estado “como recebido”, obtida por microscopia eletrônica de varredura no modo de elétrons retroespalhados. Mediante esta figura, foi possível determinar o diâmetro médio das fibras utilizadas de $3,3 \pm 2,5 \mu\text{m}$.

Figura 20 - Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura (imagem com elétrons retroespalhados) das fibras cerâmicas refratárias no estado “como recebido”

Fonte: Próprio autor.

A Figura 21 apresenta o comportamento térmico da fibra cerâmica refratária. A estabilidade térmica foi investigada por aquecimento da amostra de 25 °C a 1600 °C, sob atmosfera de ar sintético com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min. Observa-se que a temperatura de formação máxima de mulita é de $999 \pm 6 \text{ °C}$ e a temperatura

de pico de fusão é de $1478 \pm 6 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Este ensaio foi realizado com o intuito de se determinar a temperatura em que as fibras se fundem e comprovar a estabilidade termogravimétrica da fibra.

Figura 21 - Análise termogravimétrica e análise termo diferencial das fibras cerâmicas refratárias sob taxa de aquecimento de $10 \text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. sob atmosfera de ar sintético

Fonte: Próprio autor.

5.1.2 SUPERCATIBAR 664 SEM FIBRA

A Figura 22 apresenta a micrografia da superfície da amostra polida do concreto Supercastibar 664 obtida com o uso de microscopia óptica.

Figura 22 - Vista geral por microscópio óptico por luz branca refletida da superfície da amostra polida do concreto Supercastibar 664

Fonte: Próprio autor.

A Figura 23 mostra a micrografia da superfície do corpo de prova fraturado do concreto Supercastibar 664, onde foram realizadas as microanálises via EDS em três (3) áreas: a Área 1, de coloração azulada, foi escolhida de modo a abranger a matriz, a Área 2, de coloração vermelha, foi escolhida de modo a abranger o agregado de menor granulometria e a Área 3, de coloração azul, foi escolhida de modo a abranger um agregado de maior granulometria presente no concreto.

Figura 23 - Imagem com elétrons retroespalhados obtida por microscopia eletrônica de varredura indicando as regiões de análise por EDS do concreto Supercastibar 664

Fonte: Próprio autor.

Os espectros de dispersão de energia para as regiões selecionadas são mostrados na Figura 24.

Figura 24 - Espectros de dispersão de energia das regiões selecionadas da figura 23: (a) Área 1, (b) Área 2 e (c) Área 3 do Supercastibar 664

(a)

(b)

(c)

Fonte: Próprio autor.

A análise realizada sobre a Área 1 indica a presença de alumínio, silício, oxigênio e carbono, correspondendo à matriz sílico-aluminosa. A presença de carbono

é devido ao recobrimento realizado na amostra e pode indicar a presença de carbetos de silício que será verificado através do ensaio de difratometria de raios X.

Em relação à Área 2, observa-se um alto teor de silício e carbono com traços de alumínio e oxigênio, indicando um agregado de carbetos de silício (SiC).

Por fim, a Área 3, escolhida sobre a superfície de um agregado, apresenta elevados teores de alumínio, oxigênio e carbono, indicando um agregado de alumina (Al_2O_3). Como descrito, a presença de carbono é devido ao recobrimento da amostra com carbono.

5.1.3 ANDICAST 565 SC AL SEM FIBRA

A Figura 25 mostra a micrografia da superfície da amostra polida do concreto Andicast 565 SC AL obtida com o uso de microscopia óptica.

Figura 25 - Vista geral por microscópio óptico por luz branca refletida da superfície da amostra polida do concreto Andicast 565 SC AL

Fonte: Próprio autor.

A Figura 26 mostra a micrografia da superfície da amostra fraturada do concreto Andicast 565 SC AL, onde foi realizada a microanálise via EDS na Área 1, de coloração vermelha.

Figura 26 - Imagem com elétrons retroespalhados obtida por microscopia eletrônica de varredura indicando a região de análise por EDS do concreto Andicast 565 SC AL

Fonte: Próprio autor.

A Figura 27 mostra o espectro de dispersão de energia para a região selecionada da Figura 26. Na análise é possível notar elevados teores de alumínio, silício, oxigênio e carbono, além de traços de magnésio, cálcio e ferro. A alta presença de Al, Si e O indica uma matriz sílico-aluminosa, já a elevada presença de carbono se deve ao preparo da amostra com carbono, como descrito anteriormente.

Figura 27 - Espectro de energia obtido da região assinalada como Área 1 na figura 26, referente ao refratário Andicast 565 SC AL sem adição de fibra.

Fonte: Próprio autor.

5.1.4 ENSAIOS DE MEA, PA, RCTA E VLD

Os ensaios de massa específica aparente, porosidade aparente, resistência mecânica à compressão em temperatura ambiente e variação linear dimensional foram realizados para as amostras secas em 110 °C por 24 horas e posteriormente sinterizadas em 815 °C e 1400 °C por 5 horas. Foram realizados ensaios para os corpos de prova dos dois concretos, com adição de 2,5 % e 5,0 % em massa de fibra e sem adição de fibra.

As Tabelas 11, 12 e 13 apresentam os resultados obtidos para estes ensaios de acordo com a temperatura de tratamento das amostras.

Tabela 11 - Resultados dos ensaios de MEA, PA, RCTA e VLD dos corpos de prova dos dois concretos com e sem fibras tratados na temperatura de 110 °C

Amostras Tratadas em 110 °C						
Concreto	Supercastibar 664			Andicast 565 SC AL		
FCR (% em massa)	0,0 %	2,5 %	5,0 %	0,0 %	2,5 %	5,0 %
MEA (g/cm ³)	2,93 ± 0,01	2,84 ± 0,10	2,87 ± 0,02	2,74 ± 0,0	2,72 ± 0,01	2,68 ± 0,01
PA (%)	8,7 ± 0,4	8,5 ± 1,5	9,4 ± 0,5	15,3 ± 0,1	15,63 ± 0,06	17 ± 1
RCTA (MPa)	99 ± 6	99 ± 2	99 ± 15	16 ± 2	16 ± 2	16 ± 1
VLD (%)	0,0 ± 0,0	0,0 ± 0,0	0,0 ± 0,0	0,0 ± 0,0	0,0 ± 0,0	0,0 ± 0,0

Fonte: Próprio autor.

Tabela 12 - Resultados dos ensaios de MEA, PA, RCTA e VLD dos corpos de prova dos dois concretos com e sem fibras tratados em 815 °C

Amostras Tratadas em 815 °C						
Concreto	Supercastibar 664			Andicast 565 SC AL		
FCR (% em massa)	0,0 %	2,5 %	5,0 %	0,0 %	2,5 %	5,0 %
MEA (g/cm ³)	2,92 ± 0,01	2,90 ± 0,02	2,85 ± 0,02	2,71 ± 0,0	2,71 ± 0,02	2,67 ± 0,01
PA (%)	10,1 ± 0,2	8 ± 2	10,4 ± 0,3	14,4 ± 0,2	13 ± 1	14,5 ± 0,3
RCTA (MPa)	111 ± 6	98 ± 3	96 ± 5	68 ± 4	74 ± 5	66 ± 2
VLD (%)	-0,20 ± 0,02	-0,27 ± 0,10	-0,08 ± 0,03	0,14 ± 0,04	0,15 ± 0,05	0,10 ± 0,03

Fonte: Próprio autor.

Tabela 13 - Resultados dos ensaios de MEA, PA, RCTA e VLD dos corpos de prova dos dois concretos com e sem fibras tratados em 1400 °C

Amostras Tratadas em 1400 °C						
Concreto	Supercastibar 664			Andicast 565 SC AL		
FCR (% em massa)	0,0 %	2,5 %	5,0 %	0,0 %	2,5 %	5,0 %
MEA (g/cm ³)	2,93 ± 0,02	2,92 ± 0,01	2,91 ± 0,01	2,67 ± 0,01	2,73 ± 0,01	2,63 ± 0,0
PA (%)	13,3 ± 0,4	13,2 ± 0,2	12,3 ± 0,2	12,2 ± 0,4	15,1 ± 0,2	13,0 ± 0,6
RCTA (MPa)	35 ± 4	42 ± 2	45 ± 3	84 ± 4	114 ± 8	90 ± 7
VLD (%)	-0,05 ± 0,06	-0,31 ± 0,09	-0,13 ± 0,13	0,79 ± 0,09	0,43 ± 0,07	0,70 ± 0,05

Fonte: Próprio autor.

Comparando-se os resultados obtidos aos fornecidos pelo fabricante dos concretos refratários sem fibra, é possível dizer que os resultados estão de acordo com a ficha de dados técnicos dos produtos, ANEXO A – Ficha de Dados Técnicos do Produto Supercastibar 664 e ANEXO B - Ficha de Dados Técnicos do Produto Andicast 565 SC AL.

5.1.5 PERMEABILIDADE

As Figuras 28 e 29 ilustram a influência do tratamento térmico e da adição de fibras cerâmicas refratárias nos parâmetros k1 e k2, conhecidos respectivamente como constantes de permeabilidade Darciana e não Darciana, nos concretos refratários Supercastibar 664 (Figura 28) e Andicast 565 SC AL (Figura 29).

Figura 28 - Influência do tratamento térmico e da adição de FCR na permeabilidade do concreto Supercastibar 664: (a) Constante de permeabilidade Darciana k_1 e (b) constante de permeabilidade não Darciana k_2 (barras de desvio se referem a uma média de três amostras para cada condição em estudo)

(a)

(b)

Fonte: Próprio autor.

Figura 29 - Influência do tratamento térmico e da adição de FCR na permeabilidade do concreto Andicast 565 SC AL: (a) Constante de permeabilidade Darciana k_1 e (b) constante de permeabilidade não Darciana k_2 (barras de desvio se referem a uma média de três amostras para cada condição em estudo)

(a)

(b)

Fonte: Próprio autor.

Para uma análise mais aprofundada dos dados obtidos, também serão apresentados os resultados em forma de tabelas. Nas Tabelas 14 e 15, além de serem apresentados os valores das constantes de permeabilidade k_1 e k_2 para as amostras com adição de 2,5 % e 5,0 % de FCR e sem adição de fibra nas temperaturas de 110, 350, 600, 950 e 1200 °C, apresenta-se a variação (%) das constantes de

permeabilidade k_1 e k_2 em relação as amostras tratadas na mesma temperatura sem adição de FCR.

Tabela 14 - Influência da adição de FCR e do tratamento térmico nas constantes de permeabilidade k_1 (a) e k_2 (b) do concreto Supercastibar 664

Temperatura (°C)	k1 (10 ⁻¹⁵ m²)			
	FCR (% em massa)			
	0,0	2,5	5,0	
110	0,035 ± 0,06	0,036 ± 0,03	0,038 ± 0,08	
	-	4,63	11,47	Variação (%)
350	0,039 ± 0,05	0,038 ± 0,03	0,039 ± 0,09	
	-	-1,45	2,38	Variação (%)
600	0,053 ± 0,06	0,056 ± 0,03	0,061 ± 0,06	
	-	5,92	16,89	Variação (%)
950	0,40 ± 0,05	0,36 ± 0,07	0,56 ± 0,07	
	-	-9,28	42,21	Variação (%)
1200	1,5 ± 0,4	1,5 ± 0,2	1,7 ± 0,4	
	-	2,72	11,73	Variação (%)

Obs.: O cálculo da variação (%) foi calculado em relação a materiais sem fibra.

(a)

Temperatura (°C)	k2 (10 ⁻¹³ m)			
	FCR (% em massa)			
	0,0	2,5	5,0	
110	0,052 ± 0,01	0,06 ± 0,02	0,070 ± 0,07	
	-	22,07	34,36	Variação (%)
350	0,052 ± 0,02	0,067 ± 0,04	0,075 ± 0,01	
	-	27,22	42,60	Variação (%)
600	0,123 ± 0,02	0,125 ± 0,04	0,124 ± 0,05	
	-	1,46	0,41	Variação (%)
950	0,64 ± 0,02	0,625 ± 0,03	1,0 ± 0,1	
	-	-1,58	55,43	Variação (%)
1200	6,1 ± 0,8	6 ± 2	6 ± 2	
	-	2,21	3,68	Variação (%)

Obs.: O cálculo da variação (%) foi calculado em relação a materiais sem fibra.

(b)

Fonte: Próprio autor.

Tabela 15 - Influência da adição de FCR e do tratamento térmico nas constantes de permeabilidade k1 (a) e k2 (b) do concreto Andicast 565 SC AL

Temperatura (°C)	k1 (10 ⁻¹⁵ m²)			
	FCR (% em massa)			
	0,0	2,5	5,0	
110	166 ± 4	163 ± 4	186 ± 5	
	-	-1,39	12,14	Variação (%)
350	202 ± 55	210 ± 30	255 ± 36	
	-	3,96	26,24	Variação (%)
600	309 ± 57	313 ± 50	309 ± 43	
	-	1,29	0,0	Variação (%)
950	656 ± 42	688 ± 64	715 ± 68	
	-	4,88	8,99	Variação (%)
1200	1355 ± 215	1565 ± 255	1590 ± 265	
	-	15,50	17,34	Variação (%)

Obs.: O cálculo da variação (%) foi calculado em relação a materiais sem fibra.

(a)

Temperatura (°C)	k2 (10 ⁻¹³ m)			
	FCR (% em massa)			
	0,0	2,5	5,0	
110	369 ± 14	375 ± 15	392 ± 22	
	-	1,63	6,37	Variação (%)
350	405 ± 29	415 ± 32	436 ± 25	
	-	2,48	7,44	Variação (%)
600	562 ± 39	590 ± 32	605 ± 25	
	-	4,87	7,55	Variação (%)
950	845 ± 53	855 ± 65	878 ± 48	
	-	1,11	3,87	Variação (%)
1200	1961 ± 124	2277 ± 155	2346 ± 158	
	-	16,12	19,62	Variação (%)

Obs.: O cálculo da variação (%) foi calculado em relação a materiais sem fibra.

(b)

Fonte: Próprio autor.

A análise dos resultados e da variação das constantes de permeabilidade k1 e k2, quanto à adição de FCR (2,5 % e 5,0 % em massa) mostram que houve aumento nos valores das constantes na maioria das condições analisadas em relação aos concretos sem fibras, para as mesmas temperaturas em estudo. Há algumas exceções como a constante de permeabilidade das amostras com adição de 2,5% de FCR do Supercastibar 664 tratadas em 350 e 950 °C (-1,45 % e -9,28 %, respectivamente) e da amostra do Andicast 565 SC AL tratada em 110°C (-1,39 %).

Houve também redução da constante de permeabilidade k_2 do Supercastibar 664 da amostra com adição de 2,5% de FCR das amostras tratadas em 950 °C (-1,5748 %).

A análise dos resultados das contastes de permeabilidade k_1 e k_2 , dos dois concretos, sem adição de fibras, tratados em 1200 °C, apresentam diferentes resultados quanto ao tipo de agente ligante utilizado em cada um destes. Conforme Tabelas 14 e 15, para o concreto Andicast 565 SC AL (sem cimento), os valores de k_1 e k_2 apresentaram resultados superiores [k_1 (10^{-15} m^2) = 1355 ± 215 e k_2 (10^{-13} m) = 1961 ± 124] aos encontrados para o concreto Supercastibar 664 (concreto com cimento) [k_1 (10^{-15} m^2) = $1,5 \pm 0,4$ e k_2 (10^{-13} m) = $6,1 \pm 0,8$]. Esta observação pode ser explicada através do mecanismo de consolidação destes materiais. A superior permeabilidade dos concretos sem cimento, contendo sílica coloidal, está associada à estrutura de elevada porosidade gerada em razão do mecanismo de gelificação e sua posterior desidratação durante a cura e secagem [18]. Já a menor permeabilidade apresentada pelo concreto contendo cimento se deve à estrutura formada através da desidratação das fases mineralógicas hidratadas durante a produção do concreto com adição de água [34].

5.1.6 RESISTÊNCIA AO CHOQUE TÉRMICO

As Figuras 30 e 31, também indicadas como ANEXOS C e D, respectivamente, apresentam os valores do módulo de Young em função da quantidade de ciclos de choque térmico executados (temperatura de imersão de 950°C) para amostras do Supercastibar 664 (Figura 30) e do Andicast 565 SC AL (Figura 31). Usualmente, é esperado, uma rápida formação de uma rede de trincas durante os primeiros choques térmicos (1 a 5 ciclos). A continuidade da realização de choques térmicos promove um crescimento mais lento (quase-estático) das trincas, este comportamento pode ser observado pelo decaimento do módulo de elasticidade após os choques térmicos. Para adição de FCR (2,5 % e/ou 5,0 % em massa) no Supercastibar 664, um comportamento distinto de choque térmico pode ser observado: as amostras sem adição de FCR e com adição de até 2,5 % em massa apresentam comportamento similar, com uma pequena melhora do comportamento mecânico ($14,5 \pm 0,2 \text{ GPa}$ para amostras sem FCR para $15,4 \pm 0,3 \text{ GPa}$ para amostras com adição de 2,5 % de FCR em massa). Neste caso, uma pequena quantidade de fibra em uma matriz de SiC de baixa porosidade e alta resistência não alterou o comportamento ao choque térmico,

enquanto a adição de 5,0 % em massa de FCR introduz muitos defeitos. Tais defeitos interagem com a microestrutura do material, diminuindo o módulo elástico após 5 ciclos térmicos para $11,7 \pm 0,4$ GPa, causando o esgotamento da propriedade elástica, onde R''' é o principal mecanismo de controle de nucleação e crescimento de trincas.

Para amostras do concreto Andicast 565 SC AL, a adição de até 5,0 % de FCR em massa não alterou o comportamento mecânico geral, durante os experimentos de choque térmico, indicando que a introdução de fibras poderia produzir um material com melhor isolamento térmico sem diminuir o seu desempenho mecânico. Tal fato pode ser explicado por uma melhor interação entre as fibras e a matriz do concreto (uso de sílica coloidal como agente ligante).

Figura 30 - Evolução do módulo de Young do Supercastibar 664 com adição de diferentes quantidades de fibra cerâmica refrataria (0,0%, 2,5 % e 5,0 % em massa)

Fonte: Próprio autor.

Figura 31 - Evolução do módulo de Young do Andicast 565 SC AL com adição de diferentes quantidades de fibra cerâmica refrataria (0,0%, 2,5 % e 5,0 % em massa)

Fonte: Próprio autor.

5.1.6.1 MICROESTRUTURAS DAS AMOSTRAS ANTES E APÓS CHOQUE TÉRMICO

Nas Figuras 32 e 33 são apresentadas as imagens obtidas por MEV das amostras com adição de 2,5 % e 5,0 % em massa de FCR no concreto Supercastibar 664 e Andicast 565 SC AL antes e após cinquenta ciclos de choque térmico na temperatura de 950 °C.

A análise das superfícies das amostras fraturadas antes e após choque térmico revela diferentes modos de falha dos concretos com e sem cimento. As formulações sem cimento (Andicast 565 SC AL) apresentaram fratura por esfoliação tipo escama nas amostras não submetidas ao choque térmico e fissuração com trincas bem distribuídas na estrutura após choque térmico. A diferença de condutividade térmica, a adição de SiC na matéria-prima do concreto e a transformação de $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ (por exemplo, cristais de mulita tipo I) - é outro ponto que poderia explicar a diferença do comportamento térmico do Supercastibar 664 comparável ao Andicast 565 SC AL [48].

5.1.6.1.1 SUPERCASIBAR 664

As Figuras 32 e 33 apresentam, respectivamente, as imagens obtidas por MEV das superfícies das amostras do material Supercastibar 664 com adição de 2,5 % e 5,0 % em massa. As imagens foram obtidas antes e após a realização dos ensaios de choque térmico.

Figura 32 – Imagens obtidas por MEV no modo elétrons retroespalhados da superfície fraturada do concreto Supercastibar 664 com adição de 2,5 % em massa de FCR: (a) antes do ensaio de choque térmico e (b) após realizados 50 ciclos de choque térmico

(a) Amostra com 2,5 % em massa de FCR antes do ensaio de choque térmico.

(b) Amostra com 2,5 % em massa de FCR após realizados 50 ciclos de choque térmico.

Fonte: Próprio autor.

Figura 33 - Imagens obtidas por MEV no modo elétrons retroespalhados da superfície fraturada do concreto Supercastibar 664 com adição de 5,0 % em massa de FCR: (a) antes do ensaio de choque térmico e (b) após realizados 50 ciclos de choque térmico

(a) Amostra com 5,0 % em massa de FCR antes do ensaio de choque térmico.

(b) Amostra com 5,0 % em massa de FCR após realizados 50 ciclos de choque térmico.

A Figura 34 mostra a micrografia da superfície da amostra fraturada do concreto Supercastibar 664 com adição de 5,0 % em massa de FCR após realizados 50 ciclos de choque térmico. Realizou-se análise, via EDS, na região demarcada como Área 1. Esta região foi escolhida por aparentar morfologia semelhante a uma FCR adicionada ao concreto.

Figura 34 - Imagem obtida por MEV no modo elétrons retroespalhados indicando a região de análise por EDS do concreto Supercastibar 664 com adição de 5,0 % em massa de FCR após realizados 50 ciclos de choque térmico

Fonte: Próprio autor.

A Figura 35 mostra o espectro de dispersão de energia para a região selecionada da Figura 34. Na análise, é possível notar a presença dos elementos contidos na formulação das fibras e do concreto: oxigênio, alumínio, silício, titânio e cálcio, conforme análise química fornecida pelos fabricantes (Tabela 10).

Figura 35 - Espectro de energia obtido da região assinalada como Área 1 na figura 34

Fonte: Próprio autor.

5.1.6.1.2 ANDICAST 565 SC AL

As Figuras 36 e 37 apresentam respectivamente as imagens obtidas por MEV das superfícies das amostras do material Andicast 565 SC AL antes e após a realização dos ensaios de choque térmico para as amostras com adição de 2,5 % e 5,0 % em massa.

Figura 36 - Imagens obtidas por MEV no modo elétrons retroespalhados da superfície fraturada do concreto Andicast 565 SC AL com adição de 2,5 % em massa de FCR: (a) antes do ensaio de choque térmico e (b) após realizados 50 ciclos de choque térmico

(a) Amostra com 2,5 % em massa de FCR antes do ensaio de choque térmico.

(b) Amostra com 2,5 % em massa de FCR após realizados 50 ciclos de choque térmico.

Fonte: Próprio autor.

Figura 37 - Imagens obtidas por MEV no modo elétrons retroespalhados da superfície fraturada do concreto Andicast 565 SC AL com adição de 5,0 % em massa de FCR: (a) antes do ensaio de choque térmico e (b) após realizados 50 ciclos de choque térmico

(a) Amostra com 5,0 % em massa de FCR antes do ensaio de choque térmico.

(b) Amostra com 5,0 % em massa de FCR após realizados 50 ciclos de choque térmico.

Fonte: Próprio autor.

A Figura 38 mostra a micrografia da superfície da amostra fraturada do concreto Andicast 565 SC AL com adição de 5,0 % em massa de FCR após realizados 50 ciclos de choque térmico. Realizou-se análise, via EDS, na região demarcada como Área 1. Esta região foi escolhida por aparentar ser um cristal de mulita formado.

Figura 38 - Imagem obtida por MEV no modo elétrons retroespalhados indicando a região de análise por EDS do concreto Andicast 565 SC AL com adição de 5,0 % em massa de FCR após realizados 50 ciclos de choque térmico

Fonte: Próprio autor.

A Figura 39 mostra o espectro de dispersão de energia para a região selecionada da Figura 38. Pela análise, é possível notar sinais de elevada intensidade dos elementos alumínio, silício, carbono e oxigênio. A presença dos elementos alumínio, oxigênio e silício comprovam ser um concreto sílico-aluminoso, confirmando a formação de cristal de mulita observada na Figura 38. Observa-se também que os cristais de mulita apresentam razão de aspecto em torno de 3:1, indicando a formação de cristais de mulita em forma de agulha do tipo I² [47]. A presença de carbono é em função do recobrimento realizado na amostra ser realizado com carbono.

² Mulita Tipo I: Cristais de Aspecto 1-3:1; Mulita Tipo II: Cristais de Aspecto 3-10:1; Mulita Tipo III: Cristais de Aspecto 30-40:1 [47].

Figura 39 - Espectro de energia obtido da região assinalada como Área 1 na figura 38

Fonte: Próprio autor.

5.1.6.2 DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Amostras dos dois concretos, sem adição de fibras, após 50 ciclos de choque térmico, foram analisadas por difração de raios X (DRX). A Figura 40 apresenta o difratograma do concreto Supercastibar 664 e a Figura 41 apresenta o difratograma do concreto Andicast 565 SC AL.

Figura 40 - Difratograma do concreto Supercastibar 664, sem adição de fibras, após 50 ciclos de choque térmico. Radiação utilizada Cu α

Fonte: Próprio autor.

Figura 41 - Difratoograma do concreto Andicast 565 SC AL, sem adição de fibras, após 50 ciclos de choque térmico. Radiação utilizada Cu α

Fonte: Próprio autor.

Para o concreto Supercastibar 664 (Figura 40) foi observado as fases: óxido de alumínio (98-003-2989, JCPDS), mulita (98-004-5761, JCPDS) e carbeto de silício (98-004-7464, JCPDS).

Para o concreto Andicast 565 SC AL (Figura 41), foi observado as fases: óxido de alumínio - alfa (98-003-3039, JCPDS), mulita (98-001-2098, JCPDS), andalusita (96-900-3991, JCPDS) e quartzo baixo (98-007-1691, JCPDS). A presença de mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) confirma a sua formação *in situ*, conforme evidenciado pela análise de microscopia eletrônica de varredura (Figura 39) e diagrama de fase binário $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$, conforme Figura 42.

Figura 42 – Diagrama de fase binário $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$

Fonte: Adaptado de [50].

6 CONCLUSÕES

As fibras cerâmicas refratárias (FCR) sintéticas, no estado “como recebido”, foram analisadas por MEV, apresentando diâmetro de $3,3 \pm 2,5 \mu\text{m}$. A análise por TG comprovou a não variação de massa, já a análise por ATD identificou que a temperatura máxima de formação de mulita é de $999 \pm 6^\circ\text{C}$ e que a temperatura de pico de fusão é de $1478 \pm 6^\circ\text{C}$.

Os concretos Supercastibar 664 e Andicast 565 SC AL, sem adição de FCR e tratados em 1000°C , foram caracterizados por MEV, realizando-se microanálise química semiquantitativa de regiões selecionadas via EDS e por DRX das amostras que sofreram 50 ciclos de choque térmico. O Supercastibar 664 apresentou uma matriz sílico-aluminosa, a formação *in situ* de mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$) e a presença de óxido de alumínio (Al_2O_3) e carbetos de silício (SiC). Já para o Andicast 565 SC AL foi possível identificar uma matriz sílico-aluminosa, a formação *in situ* de mulita ($3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$) e a presença de óxido de alumínio alfa (Al_2O_3), quartzo baixo (SiO_2) e andalusita (Al_2SiO_5).

A análise da permeabilidade, por meio da determinação das constantes de permeabilidade k_1 e k_2 , mostrou que a adição de FCR nos concretos com e sem cimento apresentou aumento na permeabilidade destes materiais em quase todas as condições em estudo, conforme Tabelas 14 e 15.

Quanto à diferença do agente ligante utilizado nos concretos deste trabalho, com cimento e sem cimento, das amostras sem adição de FCR, tratadas em 1200°C , verificou-se que os resultados das constantes de permeabilidade k_1 e k_2 apresentaram valores superiores para o concreto sem cimento Andicast 565 SC AL [$k_1 (10^{-15} \text{ m}^2) = 1355 \pm 215$ e $k_2 (10^{-13} \text{ m}) = 1961 \pm 124$] em relação aos valores encontrados para o concreto com cimento Supercastibar 664 [$k_1 (10^{-15} \text{ m}^2) = 1,5 \pm 0,4$ e $k_2 (10^{-13} \text{ m}) = 6,1 \pm 0,8$]. A maior permeabilidade apresentada pelo concreto sem cimento, que utiliza a sílica coloidal como agente ligante, deve-se à formação da estrutura nanoporosa formada através das ligações silanol [18]. Já a maior permeabilidade apresentada pelo concreto com cimento, utilizando CAC como agente ligante, deve-se à estrutura porosa decorrente da desidratação das fases hidratadas [34].

Quanto ao desempenho dos concretos nos ensaios de choque térmico, pode-se destacar que a evolução do módulo de Young em relação ao número de ciclos de choque térmico (figuras 30 e 31) apresenta resultados distintos. A adição de 2,5 % em massa de fibras cerâmicas refratária sintética produz uma pequena melhora nas propriedades mecânicas e termomecânicas das formulações Supercastibar 664 (EM de 14,5 para 15,4 GPa). A adição de até 5,0% de FCR sintéticas em massa nos concretos sem cimento (Andicast 565 SC AL), os quais utilizam a sílica coloidal como agente ligante, não alterou o comportamento mecânico geral durante os experimentos de choque térmico, indicando que as fibras possivelmente interagiram com a sílica da matriz de forma íntima, não nucleando trincas.

A avaliação microestrutural por MEV das amostras após 50 ciclos de choque térmico indicou um modo de falha diferente entre os dois tipos de formulações dos concretos. A análise por MEV do Andicast 565 SC AL confirmou a formação de cristais de mulita Tipo I, com razão de aspecto em torno de 3:1.

Conclui-se que, quanto ao comportamento mecânico ao choque térmico, a adição de até 5,0 % de FCR sintéticas ao concreto Supercastibar 664 (com cimento) não se mostrou eficaz, uma vez que o módulo de Young (GPa) decaiu de $14,5 \pm 0,2$ (concreto sem fibra) para $11,7 \pm 0,4$ (concreto com adição de 5,0 % de fibra), após a realização de 50 ciclos de choque térmico. Já para o concreto Andicast 565 SC AL, a adição de até 5,0 % de FCR sintética, praticamente não alterou o módulo de Young dos materiais sem adição de fibras, comparado aos dos materiais com adição de até 5,0 % de fibra, após a realização de 50 ciclos de choque térmico [$18,5 \pm 0,1$ GPa (concreto sem fibra) e $18,3 \pm 0,3$ GPa (concreto com 5,0% de fibra)].

Outro aspecto, além do comportamento mecânico, que deve ser observado, refere-se às questões laborais decorrentes do uso de FCR sintética nos concretos refratários e à dificuldade de processamento / mistura das FCR sintéticas aos concretos refratários, decorrente da baixa densidade das fibras ($0,128 \text{ kg/m}^3$) em relação à matriz refratária (segregação e menor homogeneidade). Sendo assim, a adição de fibras sintéticas aos concretos refratários deve ser minimizada.

Finalmente, este estudo revelou que os concretos refratários sem cimento, que utilizam a sílica coloidal como agente, para adições de até 5,0 % em massa de FCR sintéticas, apresentam potencial de serem desenvolvidos em substituição aos revestimentos refratários formados por camadas (refratário denso e isolante), por um

único material, em condições de aplicação que o material isolante possa vir a se degradar.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 SCHACHT, C. **Refractories handbook**. CRC Press, 2004.
- 2 BANERJEE, S. **Monolithic refractories: a comprehensive handbook**. World Scientific, 1998.
- 3 MAGLIANO, M. V.; PANDOLFELLI, V. C. Binding systems for multilized castables. **Cerâmica**, v. 56, n. 338, p. 112-117, 2010.
- 4 SILVA, D. G. M.; VASCONCELOS, W. L. Fibrous thermal insulation: reasons of its use as a wear lining in industrial equipment which work at high temperatures-a review-part I. **Cerâmica**, v. 63, n. 367, p. 281-294, 2017.
- 5 SURENDRANATHAN, A. O. **An introduction to ceramics and refractories**. CRC Press, 2014.
- 6 MOURÃO, M. B. et al. **Introdução à Siderurgia**. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2007.
- 7 VIVALDINI, D. O. et al. Fundamentals and materials for the microstructure design of high performance refractory thermal insulating. **Cerâmica**, v. 60, n. 354, p. 297-309, 2014.
- 8 RAAD, H. J. **Influência das condições de mistura e moldagem na permeabilidade de concretos refratários aluminosos**. Dissertação de Mestrado apresentada ao curso de Pós-Graduação em Construção Civil pela Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte, 2008.
- 9 AFS, **Refractories Manual**, 2nd ed., American Foundrymen's Society, Des Plaines, IL, 1989.
- 10 LEE, W. E. et al. Castable refractory concretes. **International Materials Reviews**, v. 46, n. 3, p. 145-167, 2001.
- 11 HARMUTH, H. et al. Investigation of the nonlinear fracture behaviour of ordinary ceramic refractory materials. **Materials Science and Engineering: A**, v. 214, n. 1-2, p. 53-61, 1996.
- 12 GARCIA, Giseli Cristina Ribeiro. **Estudo do comportamento ao dano por choque térmico de um concreto refratário, contendo agregados de andaluzita, sinterizado em diferentes temperaturas**. Tese de Doutorado apresentada a Universidade de Engenharia de Lorena. Lorena. 2010.
- 13 FERNANDES, N. G. **Desenvolvimento de concreto refratário multifuncional utilizando sílica coloidal como ligante para aplicações na indústria cimenteira**.

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado no curso de Engenharia de Materiais do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais. Belo Horizonte. 2015.

14 JOLIFF, Y. et al. Experimental and numerical study of the elastic modulus vs temperature of debonded model materials. **Computational Materials Science**, v. 44, n. 2, p. 826-831, 2008.

15 MAGLIANO, M. V. M. **Sílica coloidal como agente ligante e fonte multilizadora em concretos refratários**. Dissertação de Mestrado apresentada ao programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos. São Carlos. 2009.

16 INNOCENTINI, M. D. M.; RIBEIRO, C.; YAMAMOTO, J. Drying behavior of refractory castables. **American Ceramic Society Bulletin**, v. 80, n. 11, p. 47-56, 2001.

17 FREITAS, C. M. M. **Caracterização e desenvolvimento de microestrutura de matrizes de concretos refratários de baixo teor de cimento**. Dissertação de Mestrado apresentada ao Curso de Pós-graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte. 1993.

18 ISMAEL, M. R. et al. Colloidal silica and hydratable alumina as refractory binder agents. **Cerâmica**, v. 53, n. 326, p. 142-146, 2007.

19 MAGLIANO, M. V.; PANDOLFELLI, V. C. Characteristics of colloidal sílica and its effects on refractory castables. **Cerâmica**, v. 56, n. 338, p. 141-147, 2010.

20 REFRACTORIES, Harbison-Walker. **HW Handbook of Refractory Practice**. 1980.

21 AFS, **Refractories Manual**, 2nd ed., American Foundrymen's Society, Des Plaines, IL, 1989.

22 SILVA, D. G. M.; VASCONCELOS, W. L. Isolante térmico fibroso: motivos de sua utilização como revestimentos de trabalho em equipamentos industriais que operam em altas temperaturas-revisão da literatura-parte I. **Cerâmica**, v. 63, n. 367, p. 281-294, 2018.

23 HORIE, Eiji. **Ceramic Fiber Insulation Theory and Practice**. The Energy Conservation Center, Tokyo, Japan, 1987.

24 Nippon Steel Tech. Report **98** (1998) 110-115.

25 SILVA, D. G. M. **Fibras isolantes para altas temperaturas: avaliação e impactos relevantes nos cenários econômicos (eficiência energética), ambiental (redução de CO₂) e ocupacional (grau de patogenicidade)**. Tese de Doutorado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica, Materiais e de Minas da Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte. 2016.

26 IARC WORKING GROUP ON THE EVALUATION OF CARCINOGENIC RISKS TO HUMANS; INTERNATIONAL AGENCY FOR RESEARCH ON CANCER; WORLD HEALTH ORGANIZATION. **Man-made vitreous fibres**. World Health Organization, 2002.

27 ACT, Recovery. Report on Carcinogens, For Table of Contents, 2011. Disponível em: <<https://ntp.niehs.nih.gov/pubhealth/roc/handbook/index.html>>. Acesso em: 20 jan. 2019.

28 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 16661**: Materiais refratários densos conformados – Determinação do volume aparente, volume aparente da parte sólida, densidade de massa aparente, densidade aparente da parte sólida, porosidade aparente e absorção. Rio de Janeiro, v.1, 2017.

29 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 11222**: Materiais refratários densos não-conformados – Determinação das resistências à flexão e à compressão à temperatura ambiente. Rio de Janeiro, v.2, 2010.

30 ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 8385**: Materiais refratários não-conformados – Determinação da variação linear dimensional permanente. Rio de Janeiro, v.2, 2013.

31 INNOCENTINI, M. D. M. et al. PSD effect on the permeability of refractory castables. **Am. Ceram. Soc. Bull**, v. 80, n. 5, p. 31-36, 2001.

32 INNOCENTINI, M. D. M.; PARDO, A. R. F.; PANDOLFELLI, V. C. Influence of air compressibility on the permeability evaluation of refractory castables. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 83, n. 6, p. 1536-1538, 2000.

33 INNOCENTINI, M. D. M. et al. How accurate is Darcy's law for refractories. **Am. Ceram. Soc. Bull**, v. 78, n. 11, p. 64-68, 1999.

34 INNOCENTINI, M. D. M. et al. Permeability of high-alumina refractory castables based on various hydraulic binders. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 85, n. 6, p. 1517-1521, 2002.

35 INNOCENTINI, Murilo DM et al. Assessment of Forchheimer's equation to predict the permeability of ceramic foams. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 82, n. 7, p. 1945-1948, 1999.

36 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **C577-07**: Standard test method for permeability of refractories. West Conshohocken, v.2, 2009.

37 CUNHA-DUNCAN, F. N.; BRADT, R. C. Fracture of refractories. **Cerâmica**, v. 49, n. 312, p. 199-215, 2003.

38 ALMEIDA, B. V. **Refratários magnesianos de panela de aciaria: redução da oxidação inicial, formação da fase espinélio $MgAl_2O_4$ e resistência ao dano por choque térmico**. Tese de Doutorado apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo. Lorena. 2016.

- 39 CINTRA, G. B. et al. In-situ spinelization and thermal shock performance of refractory castables. **Cerâmica**, v. 54, n. 331, p. 287-295, 2008.
- 40 LUZ, A. P. et al. Thermal shock damage evaluation of refractory castables via hot elastic modulus measurements. **Ceramics International**, v. 39, n. 6, p. 6189-6197, 2013.
- 41 UHLMANN, D. R.; BOWEN, H. Kent; KINGERY, W. D. **Introduction to Ceramics**. 1976.
- 42 HOMENY, J.; BRADT, R. C. Thermal shock of refractories. In: **Thermal Stresses in Severe Environments**. Springer, Boston, MA, 1980. p. 343-363.
- 43 DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG. **EN 993-11**: Methods of test for dense shaped refractory products – part 11: determination of resistance to thermal shock. Berlin, 2008.
- 44 COSSOLINO, L. C.; PEREIRA, A. H. A. Módulos elásticos: visão geral e métodos de caracterização. **Informativo Técnico Científico**. Disponível em: <http://www.atcp.com.br/imagens/produtos/sonelastic/artigos/RT03-ATCP.pdf>, 2010. Acesso em 08 jul. 2018.
- 45 PEREIRA, A. H. et al. Development of equipment for non-destructive characterization of elastic moduli of ceramic materials. **Cerâmica**, v. 56, n. 338, p. 118-122, 2010.
- 46 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **C1548-02**: Standard test method for dynamic Young's modulus, shear modulus, and Poisson's Ratio of refractory materials by impulse excitation of vibration. West Conshohocken, v.2, 2012.
- 47 MARTÍN-MÁRQUEZ, J.; RINCÓN, J. M.; ROMERO, M.. Mullite development on firing in porcelain stoneware bodies. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 30, n. 7, p. 1599-1607, 2010.
- 48 BAITALIK, S. et al. Effect of SiC particle size on the material and mechanical properties of mullite bonded SiC ceramics processed by infiltration technique. **Ceram.-Silik**, v. 58, p. 326-332, 2014.
- 49 PERRY, John H. Chemical engineers' handbook. 1950.
- 50 ARAMAKI, Shigeo; ROY, Rustum. Revised phase diagram for the system Al₂O₃—SiO₂. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 45, n. 5, p. 229-242, 1962.

8 ANEXOS

ANEXO A – Ficha de Dados Técnicos do Produto Supercastibar 664

Indústrias Brasileiras de Artigos Refratários IBAR Ltda.

FOLHA DE DADOS TÉCNICOS

NOME PRODUTO	SUPERCASITIBAR 664 - 1825/Rev.01
DESCRIÇÃO DO PRODUTO	Concreto refratário aluminoso de baixo teor de cimento, contendo carbeto de silício.
INÍCIO VIGÊNCIA	01/12/2015
PRINCIPAL APLICAÇÃO	Formos de alumínio e uso geral.
MÉTODO DE APLICAÇÃO	Vibrado.
EMBALAGEM	Saco de papel multifoldado contendo 25 Kg.
IDENTIFICAÇÃO	Romão Contendo: nome do produto/ cliente, quantidade, peso (bruto/liquido), n° do lote, data de fabricação e prazo de estocagem.
ARMAZENAMENTO	Mantém em local coberto, arejado e protegido da umidade.
PRAZO DE ESTOCAGEM	6 Meses (armazenado em condições adequadas).
TEMPERATURA MÁXIMA DE USO	1550 °C.

COMPOSIÇÃO QUÍMICA	Unidade	Valor Típico	Faixa
SiO ₂	(%)	12,0	
Al ₂ O ₃	(%)	65,0	61,0/69,0
Fe ₂ O ₃	(%)	0,5	≤ 1,5
CaO	(%)	1,2	≤ 1,5
SiC	(%)	15,0	

PROPRIEDADES	Unidade	Valor Típico	Faixa
Qda. de Água p/ Mistura	(%)	4,0	
Tempo de Pega	(min)	210	
Densidade Aparente (110°Cx24h)	(g/cm³)	2,88	≥ 2,80
Densidade Aparente (1000°Cx5h)	(g/cm³)	2,86	
Variação Linear Dimensional (110°Cx24h)	(%)	-0,1	-0,3/0,0
Variação Linear Dimensional (1000°Cx5h)	(%)	-0,3	
Resistência a Compressão (110°Cx24h)	(MPa)	125,0	≥ 70,0
Resistência a Compressão (1000°Cx5h)	(MPa)	72,0	
Perda de Material por Erosão (815°Cx 5h)	(cm³)	4,2	
Quantidade de Material Requerido	(Kg/m²)	2820	

1. Os ensaios são executados conforme Método Interno da IBAR, que são baseados nas normas ABNT, ASTM, DIN e/ou Normas da Clienta.
2. Para aplicação e manutenção, consultar a Folha de Instrução de Aplicação e a Ficha de Informação de Segurança de Produto Químico (FISPQ).
3. A Folha de Dados Técnicos reflete os dados obtidos em laboratório.
4. A IBAR se reserva ao direito de alterar alterações na Folha de Dados Técnicos sem prévia comunicação.
5. A Temperatura Máxima de Uso é um valor de referência obtido através de ensaio de variação linear dimensional (ABNT NBR 581). Ela depende das condições físicas, químicas e técnicas de aplicação desse produto, portanto, não deve ser utilizada como especificação.

ANEXO B – Ficha de Dados Técnicos do Produto Andicast 565 SC AL

Indústrias Brasileiras de Artigos Refratários IBAR Ltda.

FOLHA DE DADOS TÉCNICOS

NOME PRODUTO	ANDICAST 565 SC AL - 2327/Rev.03
DESCRIÇÃO DO PRODUTO	Concreto refratário aluminoso sem cimento, a base de Andalusita.
INÍCIO VIGÊNCIA	04/02/2019
PRINCIPAL APLICAÇÃO	Indústria de alumínio.
MÉTODO DE APLICAÇÃO	Auto escoante, bombeado.
EMBALAGEM	Saco de papel (parte sólida), Aditivo 109 acondicionado em bombona plástica.
IDENTIFICAÇÃO	Rótulo Contendo: nome do produto/ cliente, quantidade, peso (bruto/liquido), nº do lote, data de fabricação e prazo de estocagem.
ARMAZENAMENTO	Manter em local coberto, arejado e protegido da umidade.
PRAZO DE ESTOCAGEM	12 Meses (armazenado em condições adequadas).
TEMPERATURA MÁXIMA DE USO	1600 °C.

COMPOSIÇÃO QUÍMICA	Unidade	Valor Típico	Faixa
SiO ₂	(%)	25,0	21,0/29,0
Al ₂ O ₃	(%)	71,0	67,0/75,0
Fe ₂ O ₃	(%)	0,7	≤ 1,0

PROPRIEDADES	Unidade	Valor Típico	Faixa
Qde. de Aditivo p/ Mistura (em peso)	(%)	10,0	
Qde de aditivo para 100 kg (Volume)	(l)	8,3	
Tempo de Pega	(min)	180	
Densidade Aparente (110°Cx24h)	(g/cm³)	2,65	≥ 2,60
Densidade Aparente (815°Cx5h)	(g/cm³)	2,65	
Densidade Aparente (1400°Cx5h)	(g/cm³)	2,62	
Variacao Linear Dimensional (110°Cx24h)	(%)	-0,1	-0,3/0,0
Variacao Linear Dimensional (815°Cx5h)	(%)	0,2	
Variacao Linear Dimensional (1400°Cx5h)	(%)	0,7	
Resistencia a Compressão (110°Cx24h)	(MPa)	20,0	≥ 14,0
Resistência a Compressão (815°Cx5h)	(MPa)	73,0	
Resistência a Compressão (1400°Cx5h)	(MPa)	99,0	
Quantidade de Material Requerido	(Kg/m³)	2815	

- Os dados são apresentados conforme métodos internos da IBAR, que são baseados nas normas ABNT, ASTM, DIN e/ou Normas do Cliente.
- Para aplicação e manuseio, consultar a Folha de Instrução de Aplicação e a Folha de Informações de Segurança de Produtos Químicos (FISPQ).
- A Folha de Dados Técnicos refere-se a dados obtidos em laboratório.
- A IBAR se reserva no direito de realizar alterações na Folha de Dados Técnicos sem prévia comunicação.
- A Temperatura Máxima de Uso é um valor de referência obtido através do ensaio de variação linear dimensional (ABNT NBR 9.005). Ela depende das condições físicas, químicas e técnicas de aplicação desse produto, portanto, não deve ser utilizada como especificação.

ANEXO C – EVOLUÇÃO DO MÓDULO DE YOUNG DO SUPERCASITIBAR 664 COM ADIÇÃO DE DIFERENTES QUANTIDADES DE FIBRA CERÂMICA REFRATÁRIA (0,0 %, 2,5 % E 5,0 % EM MASSA)

ANEXO D – EVOLUÇÃO DO MÓDULO DE YOUNG DO ANDICAST 565 SC AL COM ADIÇÃO DE DIFERENTES QUANTIDADES DE FIBRA CERÂMICA REFRATÁRIA (0,0 %, 2,5 % E 5,0 % EM MASSA)