UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

JORGE JUÁREZ TRUJILLO

Contribuições para a determinação de curvas de secagem de refratários monolíticos com
auxílio experimental e de simulação numérica

Lorena
2020

JORGE JUÁREZ TRUJILLO

Contribuições para a determinação de curvas de secagem de refratários monolíticos com auxílio experimental e de simulação numérica

Tese apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Ciências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais na área de concentração de Materiais Convencionais e Avançados.

Orientador: Prof. Dr. Fernando Vernilli Junior.

Co-orientador: Prof. Dr. José Adilson de Castro.

Versão corrigida

Lorena
2020

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

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Automatizado
da Escola de Engenharia de Lorena,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Juárez Trujillo, Jorge

Contribuições para a determinação de curvas de secagem de refratários monolíticos com auxílio experimental e de simulação numérica / Jorge Juárez Trujillo; orientador Fernando Vernilli Junior; co orientador José Adilson de Castro - Versão Corrigida. - Lorena, 2020.
375 p.

Tese (Doutorado em Ciências - Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais na Área de Materiais Convencionais e Avançados) - Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo.
2020

1. Concreto refratário. 2. Secagem meio poroso. 3. Medição de pressão de vapor nos poros. 4. Modelo matemático. método dos volumes finitos. 5. Transporte de calor e massa. I. Título. II. Vernilli Junior, Fernando, orient. III. de Castro, José Adilson, co-orient.

À honra dos seres que me deram a vida e o exemplo diário de responsabilidade e dedicação, à memória do meu pai J. Jesús Juárez García, à devoção da minha mãe Reina Trujillo González e à glória dos meus antepassados; tudo que eu atingir e até onde eu chegar é continuidade da sua obra.

Ao amor da minha vida, minha esposa Flávia Faria Aguiar Trujillo, que graças à sua determinação e lealdade isto foi possível. Pelas tuas atenções e longas horas de paciente espera, toda recompensa te pertence.

Aos meus amados irmãos Gustavo e Joel, aos meus primos, familiares, amigos e nossas descendências, na esperança de que sirva de motivação para superiores conquistas.

Aos alunos, futuros engenheiros e cientistas; trabalhei e escrevi pensando em vocês, com a vontade de que seja da maior utilidade para continuar até dominar este tópico e para o desenvolvimento sustentável da nossa civilização.

AGRADECIMENTOS

Ao Dr. Fernando Vernilli Junior, a quem pertence o crédito da ideia original; por acreditar em mim para desenvolver o projeto, pelo apoio entusiasmado e incansável; um exemplo a seguir como professor, como consultor em cerâmicos refratários, como orientador e como amigo para a vida toda. Da mesma forma, conte comigo sempre.

Ao Dr. José Adilson de Castro, que merece o reconhecimento de tornar possível o que parecia impossível, por sua participação indispensável e orientações oportunas; é uma honra ter por perto um professor que é uma referência em modelagem computacional. Igualmente, quando precisar, eu também estarei perto.

Ao CNPq, CAPES e FACTE, pela sua função de vital importância na educação e no desenvolvimento da ciência neste país através da administração e valorização do investimento da população brasileira oriundo do esforço dos seus impostos, para convertê-lo no imprescindível suporte financeiro que permite a realização deste tipo de projetos.

À empresa TOGNI S.A. pelo valioso patrocínio que fez possível desenvolver o primeiro dispositivo de análise termo-hidro-mecânico de concreto no Brasil, pelas matérias primas fornecidas para testes e fóruns para troca de conhecimentos. A missão do projeto será cumprida até obter a melhor curva de secagem para todos seus concretos refratários.

À empresa CSN pela disponibilização de recursos, materiais, informação e acesso às áreas de aplicação que permitiram observar os pormenores da realidade prática; e pelos fóruns para o intercâmbio de conhecimentos. Contribuir para o aumento da produtividade e segurança dos seus processos é a premissa de todos os participantes deste projeto.

Ao Leandro Kellermann de Oliveira, pelas contribuições para criar os âmagos eletrônicos do dispositivo experimental e pela companhia no intenso labor até fazê-lo funcionar; na sua iniciação científica, mostrou um surpreendente potencial técnico que foi de valor incomparável para o projeto. Onde estiver, desejo-lhe muito sucesso sempre.

Ao corpo docente e técnico da EEL-USP pelas importantes contribuições e trabalho investido no projeto, ao Dr. Sebastião Ribeiro pelas suas atenções, observações e disponibilização de laboratórios e equipamentos para preparar corpos de prova; ao Dr. Carlos Shigue pelas suas contribuições e recomendações na parte eletrônica do dispositivo; ao Dr. Carlos Ângelo Nunes pelas ideias, apoio e observações; à Dra. Kátia Candioto pela sua disposição e ajuda; ao Sr. Bento Ferreira quem tornou possível construir um forno com as nossas mãos; ao Sr. Rodolfo Lopes pelas contribuições para montar e armar os sensores *piezo* resistivos; ao Sr. Carlos Dainesi pela sua constante ajuda na fabricação das sondas de

pressão-temperatura; ao Sr. Alberto Amador Vieira quem construiu toda a estrutura metálica do forno e pela constante ajuda; ao Sr. Valdir Marcolino quem maquinou as sondas e pela constante ajuda; ao Sr. Sebastião de Souza pelos ajustes às sondas e pela constante ajuda; ao Sr. Valdir Pereira pela tintagem do forno; ao Sr. Carlos Bernardo pelos desenhos das sondas; ao Sr. João Ferreira e Sra. Juliana Angelo pela busca e compra de componentes; ao Sr. Tiago Domingos pela orientação e busca de livros e artigos; ao Sr. Bruno Maron pelo suporte técnico computacional para a formatação do trabalho escrito; à Sra. Regina de Amorim e Sra. Ludmila Osuna pelas revisões do trabalho escrito e à Sra. Tavânia Cavasso pelo acompanhamento em todos os processos administrativos.

Aos companheiros e amigos do grupo de pesquisa de cerâmicos refratários da EEL-USP que apoiaram com trabalho e tempo neste projeto, Felipe Souza, Marco Viviani, Michel Mendes, Eduardo Moraes, Geovani Diccini, Gustavo Gomes, Robersio de Faria, Julia Miguel, Isaias de Oliveira, Marco Schmitt, Brendon Barbosa e Thayná de Castro, e também para aqueles que contribuíram com camaradagem, momentos de alegria e na torcida; nessa jornada nós viramos família.

Aos professores integrantes da banca, pelo seu tempo, pela revisão do trabalho e pelos conhecimentos compartilhados, ao Dr. João Baptista Baldo, que é referência na área de materiais refratários e cimento; ao Dr. Alexandre Santos Francisco, experto em modelagem do escoamento em meios porosos e ao Dr. Murilo Daniel de Melo Innocentini, especialista em permeabilidade de materiais cerâmicos em altas temperaturas, que, além disso, apoiou com a caracterização fluidodinâmica do concreto estudado. Todas suas valiosas observações foram consideradas na versão corrigida desta tese.

Aos profissionais que contribuíram com valiosa ajuda; ao M. Eng. Leonardo Sacramento, pela configuração dos gráficos 3-D; ao Sr. Vilmar Alvarenga pela correção da língua portuguesa escrita e ao monitor Thiago Santos do laboratório de letramento da USP.

Aos cientistas doutores e professores que trabalham na pesquisa deste tópico em diferentes países e que fizeram valiosas contribuições para este projeto através de esclarecimentos e/ou seu generoso compartilhamento de informações, artigos, livros, e dados; Zdeněk Bažant, Milan Jirásek, Stefano Dal Pont, Karl-Georg Fey, Robert Jansson, Jean-Christophe Mindeguia, Victor Pandolfelli, Dorjan Dauti, Bernhard Schrefler, Dariusz Gawin, Roberto Felicetti, Andrew Zabolotsky, Bruno Huet, M. Yehya, Leo Pel, e Guy Bonnet. É uma honra ter comunicação com vocês e espero ter, num futuro próximo, a oportunidade de colaborar em projetos comuns.

RESUMO

JUÁREZ TRUJILLO, Jorge. **Contribuições para a determinação de curvas de secagem de refratários monolíticos com auxílio experimental e de simulação numérica.** 2020. 375 p. Tese (Doutorado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2020.

A tecnologia dos concretos refratários tem gerado produtos com maior densidade e menor porosidade para aumentar sua resistência a altas temperaturas e abrasão, no entanto, sua permeabilidade também foi reduzida, apresentando um problema na operação de secagem, uma vez que aumentou o risco de trincas ou explosões que teoricamente é função da combinação das tensões dos gradientes de expansão térmica e da pressão de vapor nos poros. Por segurança, são utilizadas curvas de aquecimento conservadoras e demoradas com determinação de taxas de aquecimento e isothermas baseadas em conhecimentos empíricos. No presente trabalho foi pesquisado experimental e numericamente o transporte de calor e massa dentro do concreto refratário durante a secagem até 350°C e analisado o comportamento do material para a eliminação da água livre. Foram revisadas detalhadamente as metodologias e arranjos experimentais disponíveis na literatura focada na medição de pressão de vapor nos poros. Desenvolveu-se um dispositivo e um sensor para medir, simultaneamente, as variações de temperatura e pressão de vapor em blocos de concreto submetidos a estresse térmico, simulando as condições de contorno de um revestimento de concreto de algum forno hipotético. Revisaram-se os modelos matemáticos disponíveis na literatura. Por praticidade foi aplicado um modelo clássico para simular o fenômeno de secagem; as equações diferenciais foram manipuladas e resolvidas, discretizando-se um domínio tridimensional e utilizando-se o Método dos Volumes Finitos; já que por ser conservador, representa a opção mais apropriada para a solução deste tipo de problema, ao invés do tradicionalmente utilizado Método dos Elementos Finitos. Os resultados experimentais obtidos foram úteis para comparar com dados de modelos matemáticos e de outros dispositivos experimentais da literatura, mostrando a falta de unificação nas metodologias. Os resultados numéricos mostraram coerências e divergências com o comportamento teoricamente esperado nos resultados experimentais, confirmando a conveniência do uso da formulação de isothermas de dessorção específicas para concretos refratários, o uso de métodos adequados para a caracterização dos parâmetros que se tornam função da temperatura, como a permeabilidade e a condutividade térmica e a necessidade de maior desenvolvimento e padronização dos instrumentos para medir a pressão de vapor. A integração dos resultados foi útil para a análise das curvas de secagem atualmente utilizadas na indústria e para discutir possíveis atualizações que poderiam aumentar a competitividade em termos de tempo e segurança.

Palavras-chave: Concreto refratário. Secagem. Meio poroso. Medição de pressão de vapor nos poros. Modelo matemático. Método dos volumes finitos. Transporte de calor e massa.

ABSTRACT

JUÁREZ TRUJILLO, Jorge. **Contributions for the determination of monolithic refractories drying schedules aided by experiments and numerical simulation.** 2020. 375 p. Thesis (Doctoral of Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2020.

The technology of refractory castables has generated products with higher density and less porosity to increase their resistance to high temperatures and abrasion; however, its permeability has also been reduced presenting a problem in the drying operation since it increased the risk of spalling and explosions that are theoretically a function of the combination of tensile stresses generated by thermal expansion gradients and pore vapour pressures. For safety, the use of conservative and time-consuming heating schedules determined by empirical knowledge is a common practice. In this work, it was investigated experimentally and numerically the transport of heat and mass inside refractory concrete during drying up to 350°C and analyzed the behaviour of the material in the elimination of free water. The methodologies and experimental arrangements available in the literature focused on pore vapour pressure measurement were reviewed in detail. It was developed a device and a sensor for simultaneous measurement of variations in temperature and internal vapour pressures in concrete blocks subjected to controlled thermal stress with isothermal plateaus, simulating the specific boundary conditions of a hypothetical furnace concrete coating. The mathematical models available in the literature were reviewed, for convenience, a classic model was applied to develop simulations of the phenomenon; the differential equations were manipulated and solved by discretizing a three-dimensional domain using the Finite Volume Method; since it is conservative, it represents the most appropriate option for solving this type of problem; instead of the traditionally used Finite Element Method. The experimental results obtained were useful to compare with data from mathematical models and experimental arrangements in the literature, showing the lack of unification in the methodologies. The numerical results showed congruences and divergences with the theoretically expected behaviour in the experimental results, confirming the convenience of using the formulations of specific desorption isotherms for refractory concretes, the use of appropriate characterization methods for determining the parameters that become a function of temperature, such as permeability and thermal conductivity and the need for further development and standardization of instruments to measure vapour pressure. The integration of the results was useful for the analysis of drying curves currently used in the industry and to discuss possible updates that could increase competitiveness in terms of time and safety.

Keywords: Refractory concrete. Drying. Porous media. Pore vapour pressure measurement. Mathematical model. Finite volume method. Heat and mass transport.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASC	<i>Aluminum Silicate Carbide Concrete</i>
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CAC	<i>Calcium Aluminate Cement</i> . Cimento de aluminato de cálcio
CC	<i>Conventional Castable</i> . Concreto refratário convencional ($\text{CaO} > 2,5\%$)
CNTP	Condições Normais de Temperatura e Pressão
CP	Cimento Portland
CPV	Conjunto Porta Vento do alto forno
CSH	<i>Calcium silicate hydrate</i> (C-S-H); nomenclatura química do cimento
CSN	Companhia Siderúrgica Nacional
D	Diâmetro maior
d	diâmetro menor
DAPA	Densidade Aparente Porosidade Aparente
DEMAR	Departamento de materiais da EEL
DSC	<i>Differential Scanning Calorimetry</i> Análise diferencial de calorimetria
EDP	Equações Diferenciais Parciais
EEIMVR	Escola de Engenharia Industrial e Metalúrgica de Volta Redonda
EEL	Escola de Engenharia de Lorena
FDT	Folha de Dados Técnicos
GPR	<i>Ground-Penetrating Radar</i> . Radar de penetração no solo
<i>h</i>	Umidade (do Inglês <i>humidity</i>)
hr	Horas. Tempo em horas
HAC	<i>High-alumina cement</i> . Cimento de alto conteúdo de alumina
HPC	<i>High Performance Concrete</i> . Concreto civil de alto desempenho
HSC	<i>High Strenght Concretre</i> . Concreto civil de alta resistência
IPS	<i>Interparticle Separation distance</i> Distância média entre as partículas da matriz
ISO	International Standards Organization
ITZ	<i>Interfacial Transition Zone</i> . Região de transição interfacial
IUPAC	<i>International Union of Pure and Applied Chemistry</i>
LCC	<i>Low Cement Castable</i> . Concreto refratário com baixo teor de cimento ($2,5\% > \text{CaO} > 1,0\%$)
MCC	<i>Medium Cement Castable</i> . Concreto com conteúdo meio de cimento
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
min	Minuto. Tempo em minuto(s)
MEF	Método dos Elementos Finitos
MVF	Método dos Volumes Finitos

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

NBR	Norma Brasileira
NIST	<i>National Institute of Standards and Technology</i>
NSC	<i>Normal-Strength Concrete</i> . Concreto civil comum
PCPF	<i>Pre-Cast Pre-Fired</i> . Blocos pré-moldados e pré-queimados
PI	Proporcional Integral (controlador elétrico)
PID	Proporcional Integral Derivativo (Controlador elétrico)
PSD	<i>Particle-size distribution</i> . Distribuição do tamanho de partículas
PTM	Pressão, Temperatura, Massa
RABT	<i>Richtlinien für die Ausstattung und den Betrieb von Straßentunneln</i> . Diretrizes para o equipamento e operação de túneis rodoviários; tipo de curva de aquecimento com padrão alemão
RH	<i>Relative humidity</i> . Umidade relativa
RILEM	<i>Réunion Internationale des Laboratoires et Experts des Matériau</i> . União de laboratórios e expertos em materiais, sistemas e estruturas
RWS	<i>Rijkswaterstaat</i> . Curva de aquecimento com padrão do ministério de transportes de Holanda
SCC	<i>Self Compacting Concrete</i> . Concreto auto-compactante
SFC	<i>Self Flowing Castable</i> . Concreto auto-fluente
SI	<i>International System of Metric Units</i> . Sistema Internacional unidades
SPE	Society of Petroleum Engineers (U.S.A.)
TGA	<i>ThermoGravimetric Analysis</i> . Análise Termogravimétrica
UFF	Universidade Federal Fluminense
ULCC	<i>Ultra Low Cement Castable</i> . Concreto de ultra baixo teor de cimento (1,0% > CaO > 0,2%)
UHPC	<i>Ultra High Performance Concrete</i> . Concreto civil de ultra alto desempenho
UPE	Ultrasonic Pulse-Echo
UR	Umidade Relativa
USP	Universidade de São Paulo

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado	Unidades
$a(h,T)$	Permeabilidade relativa do concreto em função da h e da T	m/s
a_0	Permeabilidade inicial do concreto relativa à água, em 25°C	m/s
α	Coefficiente de expansão linear do concreto	/ °C
C	Calor específico isobárico do concreto	J/kg K
C_a	Calor latente de vaporização da água livre	J/kg K
C_d	Calor de desidratação (liberação) da água quimicamente ligada	J/kg K
C_w	Calor específico da água	J/kg K
$C(h)$	Difusividade da umidade	m ² /s
δ_a	Espessura da camada adsorvida livre	Å
E	Modulo de elasticidade	Pa
ϵ_c	Emissividade de calor da superfície de concreto	-
ϵ_V	Mudança relativa de volume ou deformação volumétrica	mm ³
g	Aceleração da gravidade	m/s ²
γ_f	Peso específico de algum fluido	N/m ³
γ	Tensão superficial da água	N/m
Γ_a	Concentração superficial de água adsorvida	g/cm ²
h	Umidade relativa do poro	%
h_{env}	Umidade relativa do meio ambiente	%
J_f	Fluxo mássico de algum fluido f	kg/m ² s
κ	Permeabilidade intrínseca	m ²
K_f	Permeabilidade relativa de um meio poroso específico em relação ao fluido f	m/s
K_h	Condutividade hidráulica ou permeabilidade relativa de um meio poroso específico em relação à água líquida	m/s
l_d	Espessura da camada de água adsorvida presa dentro do poro	Å
λ	Condutividade térmica	W/m K
$\lambda(T)$	Condutividade térmica em função da T	W/m K
$\lambda(h,T)$	Condutividade térmica em função da h e da T	W/m K
$\lambda_T^{(seco)}$	Condutividade térmica efetiva do concreto seco	W/m K
$m(T)$	Coefficiente exponencial para modelar o conteúdo de água em função da T e h	-
m_{ar}	Massa de ar	g
m_{H_2O}	Massa de água	g
η	Viscosidade Dinâmica	Pa s
n	Porosidade. Porosidade total	%
n_0	Porosidade capilar inicial a 25°C	%
n_c	Porosidade capilar	%
n_p	Porosidade disponível para a água	%
P	Pressão. Pressão do poro	Pa
P_{amb}	Pressão atmosférica ambiental	Pa

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado	Unidades
P_c	Pressão da água capilar (líquida)	Pa
P_d	Pressão de separação transversa à camada de água adsorvida	Pa
P_f	Pressão quando o nano poro é preenchido com água	Pa
P_l	Pressão da água líquida	Pa
P_s	Pressão de saturação do vapor	Pa
P_v	Pressão de vapor	Pa
Q	Vazão volumétrica de algum fluido	m ³ /s
q	Velocidade de fluxo de algum fluido	m/s
$\vec{q}$	Fluxo de calor	W
π'_a	Pressão total de espalhamento da camada de livre adsorção	Pa
π'_d	Pressão total de espalhamento da camada de água adsorvida que se encontra presa	Pa
r	Raio do menisco capilar	Å
ρ	Massa específica (Densidade)	kg/m ³
ρ_l	Massa específica da água líquida	kg/m ³
ρ_s	Massa específica do esqueleto sólido	kg/m ³
S	Grau de saturação de água (Saturação de umidade)	-
S_l	Grau de saturação de água líquida	-
S_{sp}	Ponto máximo de saturação do sólido	-
σ	Resistência mecânica à flexão do concreto	Pa
σ_{SB}	Constante de Stefan-Boltzmann	W/m ² K ⁴
σ_v	Tensão resultante pela pressão no poro	Pa
t	Tempo	hr
T	Temperatura	°C
T_{amb}	Temperatura atmosférica ambiental	°C
T_0	Temperatura inicial ou ambiental	°C
$\hat{T}$	Temperatura absoluta	K
$\hat{T}_c$	Temperatura ou ponto crítico de água em Kelvin	K
T_{cr}	Temperatura crítica da água	°C
T_{tr}	Temperatura de transição à alta permeabilidade	°C
ν	Viscosidade Cinemática	m ² /s
W	Conteúdo de água livre por unidade de volume de concreto	kg/m ³
W_c	Massa de concreto anídrico por unidade de volume	kg/m ³
W_d	Água de desidratação ou água quimicamente ligada	kg/m ³
W_e	Conteúdo de água evaporável	kg/m ³
W_0	Conteúdo de água inicial por m ³ de concreto em 25°C	kg/m ³
W_s	Conteúdo de água na saturação do poro	kg/m ³
W_T	Conteúdo inicial de água utilizada na preparação da mistura	kg/m ³
w/c	Fração da massa de água em relação à massa de cimento	-

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
1.1	Definição do problema e perguntas da pesquisa	29
1.2	Justificativa econômica	32
1.3	Objetivos do trabalho de pesquisa	33
1.3.1	Objetivo geral	33
1.3.2	Objetivos específicos	34
1.4	Estrutura do trabalho de tese.....	35
2	REVISÃO DA LITERATURA SOBRE LASCADO EM CONCRETO.....	36
2.1	História da relação entre a rocha sintética e o fogo	36
2.2	Mecanismos de lascado em monólitos refratários	44
2.2.1	Processo termo hídrico	45
2.2.2	Processo termomecânico	47
2.2.3	Combinação de processos	49
3	FUNDAMENTOS TEÓRICOS	50
3.1	Conteúdo de água na mistura	50
3.2	Tipos de água no concreto	51
3.3	Pressão de saturação do vapor	55
3.3.1	Pressão do vapor.....	55
3.3.2	Umidade do ar	56
3.3.3	Umidade relativa no meio poroso	58
3.3.4	Modelo para cálculo de $P_s(T)$	58
3.4	Isotermas de sorção	60
3.4.1	Histerese da sorção por falta de unicidade dos meniscos.....	64
3.4.2	Equação do estado da água nos poros	67
3.4.2.1	<i>Concreto não saturado de água</i>	67
3.5	Isotermas em altas temperaturas.....	71
3.5.1	Transição da saturação	72
3.5.2	Região de saturação.....	73
3.6	Água de desidratação	77
3.6.1	Fonte de água distribuída	77
3.7	Permeabilidade	79
3.7.1	Escoamento no meio poroso	79

3.7.1.1	<i>Permeabilidade e estrutura do concreto</i>	79
3.7.2	Transporte de umidade no concreto	80
3.7.3	Lei de Darcy	85
3.7.4	Permeabilidade relativa	87
3.7.5	Permeabilidade intrínseca.....	89
3.7.6	Unidades da permeabilidade.....	90
3.8	Permeabilidade em altas temperaturas	95
3.8.1	Modelo da permeabilidade em altas temperaturas	103
3.9	Condutividade térmica	107
3.10	Calor específico do concreto	109
3.11	Calor de vaporização da água	110
4	AQUECIMENTO EXPERIMENTAL DO CONCRETO	112
4.1	Classificação das metodologias experimentais	112
4.1.1	Experimentos de pequena escala	113
4.1.2	Experimentos de média escala.....	114
4.1.3	Experimentos de grande escala	115
4.1.4	Experimentos em escala real	116
4.2	Medição direta de pressão de fluidos nos poros	118
5	DISPOSITIVO PARA O ESTUDO EXPERIMENTAL DE SECAGEM.	122
5.1	Especificações do forno para secagem do concreto	123
5.2	Estrutura do forno	124
5.2.1	Suporte do molde destacável integrado	125
5.2.2	Fonte térmica: elementos resistivos radiantes	127
5.2.3	Conexões elétricas dos elementos térmicos	128
5.2.4	Isolamento exterior	128
5.2.5	Controlador digital microprocessado	129
5.2.6	Termo controlador	130
5.2.7	Componentes para captura e arquivo dos dados.....	131
5.3	Sondas para medição de temperatura e pressão	131
5.4	Molde para conformação do corpo de prova	135
6	MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS	137
6.1	Programa experimental	137
6.2	Experimentos de escala média	137

6.2.1	Materiais utilizados para experimentos nº 5 e nº 6.....	138
6.2.2	Método de preparo da pré mistura do concreto.....	139
6.2.3	Método de mistura mecânica da massa de concreto.....	140
6.2.4	Método de moldagem do corpo de prova.....	141
6.2.5	Cura do corpo de prova	142
6.2.6	Método de registro de perda de massa do corpo de prova	143
7	RESULTADOS EXPERIMENTAIS	144
7.1	Resultados do experimento nº 5	144
7.1.1	Curva de aquecimento experimento nº 5.....	144
7.1.2	Comportamento das temperaturas experimento nº 5.....	145
7.1.3	Comportamento das pressões experimento nº 5.....	148
7.1.4	Análise da variação de massa experimento nº 5.....	150
7.1.5	Medição dimensional após secagem	151
7.1.6	Inspeção visual após secagem experimento nº 5.....	151
7.2	Resultados do experimento nº 6	152
7.2.1	Curva de aquecimento experimento nº 6.....	153
7.2.2	Comportamento das temperaturas do experimento nº 6.....	153
7.2.3	Comportamento das pressões experimento nº 6.....	156
7.2.4	Análise da variação de massa experimento nº 6.....	159
7.2.5	Inspeção visual durante a secagem experimento nº 6	160
7.2.6	Inspeção visual após a secagem experimento nº 6	160
8	DISCUSSÃO EXPERIMENTAL	161
8.1	Medição de pressão nos poros	161
8.2	Hipótese da esfera de medição de pressão	161
8.3	Expansão pela vaporização	164
8.4	Precisão nas medições de pressão de vapor	165
8.5	Complicações na medição da pressão	166
8.5.1	Fluido Transmissor de Pressão.....	169
8.5.2	Preenchimento das sondas.....	170
8.5.3	Tubos para sondas	171
8.5.4	Filtros de material sinterizado	172
8.5.5	Fonte do regime térmico	174
8.5.6	Risco de explosão.....	175

8.6	Comparações dos resultados experimentais	176
8.6.1	Gong e Mujumdar.....	177
8.6.2	Kalifa, Quenard, Menneteau e Mindeguia	181
8.6.3	Stefano Dal Pont.....	184
8.6.4	Jansson.....	185
8.6.5	Long T. Phan	186
8.6.6	Palmer <i>et al.</i>	190
8.6.7	Zhanmim <i>et al.</i>	192
8.6.8	H Peng	193
8.6.9	Meunier.....	195
8.6.10	Fey	197
8.7	Comentários sobre as medições de pressão.....	208
9	MÉTODOS MATEMÁTICOS E NUMÉRICOS	209
9.1	Estabelecimento das equações diferenciais	209
9.1.1	Balanço de massa	210
9.1.2	Balanço de energia	211
9.2	Simplificações.....	213
9.3	Manipulação das equações.....	214
9.3.1	Equação da conservação da massa	214
9.3.2	Equação de conservação da energia	215
9.4	Método de discretização.....	217
9.4.1	Criação da malha	217
9.4.2	Discretização no espaço	220
9.4.3	Discretização no tempo	222
9.5	Condições de contorno	224
9.5.1	Condições de contorno para o transporte de vapor d'água.....	224
9.5.2	Condições de contorno para a transferência de calor	226
9.6	Modelagem computacional da secagem.....	227
9.6.1	Programa de simulações numéricas.....	227
10	RESULTADOS NUMÉRICOS E DISCUSSÃO.....	229
10.1	Temperaturas simuladas a diferentes profundidades.....	231
10.2	Pressões simuladas a diferentes profundidades.....	236
10.3	Perda de massa simulada	240

10.4	Liberação simulada da água quimicamente ligada	241
10.5	Comportamento da secagem dentro de um bloco refratário	243
10.5.1	Campo de temperaturas	243
10.5.2	Campo de pressões	244
10.5.3	Campo do conteúdo da água	247
11	DETERMINAÇÃO DE CURVAS DE SECAGEM	252
11.1	Curvas de secagem reais na indústria	252
11.2	Curva de secagem otimizada	259
12	CONCLUSÕES	263
	REFERÊNCIAS.....	272
	APÊNDICE A – Fenômeno termo-hidro-químico-mecânico.....	292
	APÊNDICE B – Tipos de sensores e montagens experimentais	293
	APÊNDICE C – Experimentos nº1, 2, 3 e 4 em pequena escala	336
	APÊNDICE D – Modelos para calcular a porosidade.....	356
	APÊNDICE E – Determinação das propriedades físicas	357
	ANEXO A – Instalação concreto sem cimento.....	374
	ANEXO B – Instalação concreto com sílica coloidal	375

1 INTRODUÇÃO

Os materiais refratários são produtos estratégicos que facilitam o desenvolvimento tecnológico, uma vez que permitem a produção de outros materiais, tais como metais, vidros, petroquímicos, cerâmicos e cimentos. Eles têm permitido à humanidade o uso de altas temperaturas desde a era de bronze, sendo indispensáveis para atingir todos os desenvolvimentos tecnológicos de nossa civilização.

Historicamente, a força motriz da evolução dos refratários tem sido as melhorias na tecnologia dos processos produtivos ou a necessidade de maior produtividade através da extensão do tempo de vida dos fornos ou instalações, normalmente envolvendo maiores temperaturas de processo que têm sido possíveis pelas melhorias nas propriedades termomecânicas e resistência à corrosão dos materiais refratários (LEE; MOORE, 1998).

O desempenho dos diferentes tipos de indústrias que impulsionam o crescimento dos países encontra-se numa feroz competitividade global em termos de mercado, produtividade e rendimento. Uma amostra específica desse cenário são as indústrias siderúrgica e cerâmica, duas das principais protagonistas que se desenvolvem conjuntamente.

A indústria dos refratários desenvolve-se respondendo aos avanços dos diferentes processos que os requerem, em particular a produção de ferro e aço que atualmente utiliza mais de 70% de todos os refratários produzidos. Por exemplo, o incremento no rendimento dos altos-fornos durante décadas recentes provocou grande impacto nas solicitações físico-químicas dos materiais refratários do revestimento dos sistemas de vazamento e corrida.

Na operação do alto-forno, a sala de corrida, como a mostrada na Figura 1, é a área de maior intensidade laboral e uma das áreas com o maior consumo de concreto refratário. Suas funções são: recepção do ferro gusa, separação da escória e transporte aos carros torpedo através de canais de corrida, num sistema interdependente revestido em sua totalidade com refratários, como pode se observar na Figura 2, para posterior deslocamento às subsequentes etapas do processo de fabricação de aço.

A funcionalidade dos sistemas de vazamento e corrida deve empatar com a taxa de produção de metal fundido esperada, minimizando o tempo das operações de manutenção necessárias à interrupção do vazamento de gusa. O objetivo principal é que a recepção e condução do metal fundido sejam determinadas pela capacidade de fundição e o volume efetivo do cadinho, e não por limitações de disponibilidade dos canais de corrida.

Figura 1 – Sala de corrida de um alto forno.

Fonte: Fotografia de Viktor Mácha¹.

Os parâmetros econômicos e de operação dos altos-fornos necessitam programas estritamente eficientes na manutenção dos materiais refratários. Como exemplo de um caso prático, um alto-forno que conta com dois canais de corrida e cuja sincronia de vazamento consiste em trabalhar com eles intermitentemente; quando é interrompida a operação de um dos canais para manutenção, o alto-forno opera com apenas um canal restante, ou seja, 50% da sua capacidade de vazamento. Neste período, o revestimento refratário do cadinho fica exposto a um maior desgaste localizado, comprometendo o tempo de vida do forno.

¹ MACHA, Victor. **MMK, blast furnace no.9 tapping**. Disponível em: <https://www.viktormacha.com/galerie/mmk-magnitogorsk/mmk-blast-furnace-no9-tapping-765.html>. Acesso em: 20 mai. 2018. Uso autorizado para objetivos acadêmicos.

Figura 2 - Arranjos de canais de corrida em altos-fornos.

Fonte: (a) Adaptado de REFRATECHNIK²; (b) Original de (FRENCH; JAMES, 1968).

² REFRATECHNIK. **Iron & steel applications:** concepts for blast furnaces. Disponível em: <<https://www.refra.com/en/Blast-furnaces/>>. Acesso em: 1º jul. 2015.

A disposição atual do revestimento refratário dos canais de corrida normalmente consiste em duas camadas; sendo uma camada inferior de tijolos ou blocos refratários de segurança normalmente da classe sílico-aluminoso e acima dela uma camada de refratário monolítico de alta alumina, carboneto de silício e grafite, como mostrado na Figura 3.

Figura 3 – Diferentes arranjos e tipos de refratários para canais de corrida.

Fonte: Adaptado de (KUMAR *et al.*, 2010).

Analisando os desenvolvimentos tecnológicos na manufatura dos materiais refratários dos passados 30 anos, uma das mudanças principais envolve os procedimentos de instalação dos monólitos, peças unitárias de concreto refratário de formas complexas e de grandes dimensões que são moldadas e acondicionadas nas áreas de trabalho.

De acordo com Lee e Moore (1998), dentre as propostas de manutenção disponíveis pela indústria de refratários, a utilização de monólitos desponta como um recurso que possibilita realizar os reparos de forma rápida e localizada nos tempos de parada. Os monólitos são preparados com concreto refratário composto de misturas de nano e micro partículas e agregados cerâmicos onde o controle da distribuição granulométrica e da morfologia das partículas é fundamental para conferir as propriedades reológicas das misturas durante a aplicação.

Sucedem que os materiais refratários monolíticos não geram custos de sinterização para o fabricante do refratário, porém, as complicações aparecem durante a instalação na fábrica do cliente e devem ser consideradas precauções extremas, começando com o uso exato de água ou ligantes especiais na mistura do concreto, que precisa fluir para ser vertido e/ou projetado como cobertura ou preenchimento de moldes com a forma final da peça, como mostra a Figura 4.

Figura 4 – Instalação de monólítico moldado por vertimento.

Fonte: Adaptado de (LEE; MOORE, 1998).

Depois da aplicação e cura, o concreto tem que ser seco o mais rápido possível antes de entrar em operação para retomar a produção, minorando o dano no outro furo de corrida e disponibilizando a capacidade total do forno. Atualmente, dependendo da extensão da reparação e do tamanho do canal de corrida, a secagem pode demorar até 72 h. A Figura 5 mostra a posição do queimador de aquecimento convectivo utilizado para secagem dentro do canal de corrida. A operação é completamente coberta para manter uma pressão uniforme dos gases quentes ao longo de toda a superfície superior do monólito; os pontos de medição das temperaturas de controle encontram-se em contato com o fluxo de ar e gás quente do meio ambiente acima do piso do canal de corrida.

Figura 5 - Aquecimento convectivo para a secagem do canal de corrida de alto-forno.

Fonte: Adaptado de (ALMEIDA *et al.*, 2013).

Quando os concretos refratários de pega hidráulica são instalados e curados, irá coexistir em sua microestrutura água aprisionada dentro dos poros que é formada pelas partículas dos componentes hidratados, como os mostrados na Figura 6. Para poder secar um monólito após a sua instalação há necessidade de aumentar sua temperatura para que a água em excesso evapore e flua através da porosidade para fora da massa, de forma gradativa para evitar danos microestruturais causados pela pressão interna e pelas tensões termomecânicas. A velocidade do aquecimento deve ser controlada e tem-se que manter temperaturas constantes durante determinados tempos, que vão depender da quantidade de água que vai evaporar e da permeabilidade do meio pelo qual vai escoar e sair.

Figura 6 – Microestrutura durante a hidratação; após (a) 18 hr e (b) 11 dias.

Fonte: Adaptado de (SEGADAES; FUMO, 1999).

Na indústria, é preciso acelerar esse processo para que a água possa fluir pelos poros e sair no menor tempo possível, entretanto, as técnicas atuais de secagem de concretos refratários em prática na indústria ainda utilizam métodos empíricos de operação, acarretando tempos longos de secagem (PALMER *et al.*, 2014).

Neste contexto, a secagem tem ganhado significativa importância como etapa crítica nas operações, pelo que é necessário decodificar os fenômenos físico-químicos relacionados em suas variáveis críticas e desenvolver uma metodologia científica que auxilie na obtenção de dados que sirvam para sua otimização.

Devido à contínua evolução, demanda e necessidade de alto desempenho dos materiais e pela complexidade das variáveis envolvidas, a secagem de concretos refratários tem sido objeto de pesquisa nas últimas décadas, impulsionando o desenvolvimento de modelos de simulação e dispositivos experimentais para seu estudo.

Por outra parte, o comportamento de concretos da construção civil sob estresse térmico é um fenômeno bastante explorado, com diversas ferramentas de modelamento

matemático e computacional direcionadas ao seu estudo (BAZANT; THONGUTHAI, 1978; GAWIN; PESAVENTO; SCHREFLER, 2006).

No mundo, há vários grupos de pesquisa que trabalham com projetos relacionados ao comportamento do concreto civil diante do estresse térmico. A quantidade e variedade de trabalhos publicados nas quatro décadas passadas são extensas, abrangendo diferentes hipóteses e propostas de dispositivos experimentais e modelos matemáticos que tentam explicar e replicar os complexos fenômenos simultâneos que envolvem a solidificação do concreto, o transporte de umidade dentro dele, seu aquecimento e os possíveis mecanismos que geram trincas ou explosões, em função das condições específicas onde acontecem.

O interesse envolve grandes corporações do setor dos materiais e da construção onde são utilizados diferentes tipos de concretos para estudar seu comportamento diante de casos de incêndio em prédios de alta envergadura, túneis e pontes, ou daquelas obras desenvolvidas com o intuito de resistir a possíveis impactos, como pode acontecer nas usinas nucleares. Casos como incêndios no túnel do canal da mancha e a tragédia de 11/09 intensificaram projetos relacionados ao tema.

No caso específico dos concretos refratários, embora alguns trabalhos laboratoriais e teóricos com peças pequenas e geometria simples tenham alcançado algum sucesso, os modelos gerados e aplicados, como os de Gong e Mujumdar (1991), ainda precisam evoluir para soluções utilizáveis na indústria, conforme os comentários de Fey *et al.* (2016) pela complexidade do controle preciso e pelas variáveis envolvidas. Consequentemente, os esforços, avanços e descobertas dos grupos de pesquisa que trabalham com os dois diferentes tipos de concreto, civil e refratário, podem ser utilizados para a aplicação específica na construção e/ou manutenção de instalações industriais, como fornos ou reatores especializados na produção e confinamento de materiais e produtos que precisam de altas temperaturas, entre outras solicitações; nas indústrias cerâmicas, metalúrgicas e petroquímicas.

Os concretos refratários são um caso especial de secagem difícil que têm sido objeto de intensa pesquisa nas últimas décadas devido à magnitude de risco que representa e a complexidade das variáveis envolvidas desde a aplicação até a disposição final (PANDOLFELLI; INNOCENTINI; ARNOSTI JR., 1999). Contudo, os grupos de pesquisa de concreto civil, assim como os de concreto refratário, ainda reclamam da falta de consenso e da aplicação real na prevenção ou prognóstico do comportamento dos diferentes tipos de concreto diante o fogo.

O comportamento reológico dos concretos refratários LCC, ULCC ou sem conteúdo de CaO utilizados nas instalações industriais é tixotrópico, tem alto conteúdo de micro partículas e precisam de água para seu transporte e aplicação. Na moldagem, às vezes estes concretos são bombeados e devem ser vibrados para eliminar bolhas de ar presas, e depois da desmoldagem são aquecidos cuidadosamente até eliminar toda a água e atingir a temperatura de trabalho. É necessário conhecer e determinar as variáveis para montar com êxito um monólito, desde a qualidade e quantidade exata da água utilizada, a temperatura e umidade ambiente, as técnicas de mistura, a intensidade da vibração e a curva de aquecimento para a secagem, com o fim de atingir a temperatura de trabalho final.

Nos concretos refratários pretende-se reduzir a quantidade de água e a presença de CaO pela sua reatividade com escórias de baixa basicidade; os concretos LCC e ULCC normalmente precisam de 3 a 7% de água para sua instalação. Os baixos conteúdos de CAC e de água são conseguidos otimizando a distribuição do tamanho de partículas e seu empacotamento e com adições de nanopartículas coloidais de sílica e alumina na matriz (LEE *et al.*, 2001). Este tipo de concreto contém agregados que podem consistir de fases de alumina, bauxita, Mulita, MgO ou Grafite com dimensões de até aproximadamente 15 mm ligados a fases microscópicas, que podem ser formadas de HAC, de fases vítreas ou gel; embora assim, confirmam um tipo de microestrutura porosa como a ilustrada na Figura 7.

Figura 7 - Microestrutura de refratário com partículas processadas.

Fonte: Adaptado de (LEE; MOORE, 1998).

As fases de gel desenvolvidas com baixas temperaturas de cura são impermeáveis e incrementam o risco de lascado explosivo durante a secagem pelo aumento da pressão de vapor. Sua porosidade e efeito na resistência mecânica são influenciados pelo conteúdo de água ou pela relação água/cimento (w/c).

A redução do conteúdo de cimento sem perda da resistência mecânica é atingida com a adição de defloculantes³ e de partículas de minérios argilosos com dimensões $<1\mu\text{m}^3$ formadas de fosfatos de metais alcalinos e carbonatos. Procura-se utilizar o mínimo conteúdo de água para facilitar sua secagem e aumentar sua resistência através da distribuição homogênea das partículas para que a liga hidráulica seja completamente aproveitada (LEE *et al.*, 2001).

Embora os concretos LCC, ULCC e sem CaO tenham baixa porosidade e melhor resistência à corrosão, são sensíveis ao aquecimento rápido, principalmente porque a água ligada quimicamente é liberada numa faixa curta de temperaturas (KRONERT, 1984).

Os concretos sem CaO têm uma ampla gama de aplicações de contato na indústria de aço e ferro, por exemplo, nos canais de corrida dos altos-fornos, onde a ausência de CaO na matriz permite a exposição as temperaturas de trabalho acima de 1500°C , possuindo boa resistência à corrosão constante dos metais e escórias. Utilizam diferentes tipos de liga como minérios de argila, gel de sílica, fosfatos e aluminas hidratáveis que durante o aquecimento perdem sua água quimicamente ligada, gerando a forma estável de alumina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), que em altas temperaturas desenvolverá ligas cerâmicas altamente resistentes.

Quando substituem o cimento, as aluminas hidratáveis são combinadas com micro sílica para promover a formação de mulita “in situ”. No entanto, tem-se encontrado a necessidade de pequenas adições de CAC, na faixa de 0,5%, para controlar o tempo de aplicação, equilibrar sua capacidade reológica e a porosidade resultante; porém trazendo o problema do uso de água em excesso.

Como todos os sistemas ligantes, as aluminas hidratáveis também têm seus problemas e desvantagens, especificamente o alto risco de lascado explosivo no aquecimento desde baixas temperaturas, usualmente entre 200 e 300°C pela estrutura impermeável. Além disso, a cura desses cimentos com conteúdo de α -alumina deve iniciar com temperaturas acima de 18°C ou a sua resistência mecânica não será desenvolvida (LEE *et al.*, 2001).

O desafio na indústria é conciliar a qualidade e reduzir custos do tempo necessário para manutenção dos equipamentos revestidos por concretos refratários. Embora existam concretos LCC, ULCC e sem CaO, a presença de água em excesso continua sendo um

³ Substâncias que preveem a floculação (coagulação, adesão) incrementando o potencial z (grau de repulsão eletrostática), logo, as forças repulsivas entre as partículas.

fator crítico devido a seu efeito na metodologia da secagem que estabelece que os aumentos de temperatura, normalmente realizados no ambiente externo de uma face do monólito, devem acompanhar uma curva de aquecimento prescrito, que pode consistir em vários períodos de aquecimento com taxas (velocidades) definidas e vários patamares ou períodos de espera em temperatura constante (isotermas), como mostrados na Figura 8.

Neste trabalho foi realizada uma análise científica baseada em experimentação física e numérica para adquirir maior conhecimento do fenômeno com um concreto refratário, visando contribuir na otimização da operação de secagem de forma segura.

Figura 8 – Períodos das curvas de secagem típicas.

Fonte: Produção do próprio autor.

Acredita-se possível desenvolver simulações computacionais onde seja replicado o efeito dos parâmetros e variáveis envolvidas, para realizar experimentos virtuais, sem incorrer em riscos e nem altos gastos com experimentos destrutivos; testando diferentes taxas de aquecimento, tempos de espera para obter pressões internas resultantes de diferentes tipos de concreto, considerando as diferentes propriedades intrínsecas, prognosticando seu comportamento e definindo a melhor curva de aquecimento.

Academicamente, o desenvolvimento de ferramentas acuradas de engenharia para o estudo deste tipo de fenômeno é importante não só para aumentar a eficiência dos processos produtivos que dependam dele, mas também porque ainda se necessita de um maior entendimento do fenômeno do ponto de vista científico. Desta maneira pretende-se decodificar o fenômeno em suas variáveis críticas, entender os princípios ou leis que as relacionam, testar e validar experimentalmente os modelos matemáticos propostos na literatura para o aquecimento de concreto e aportar ou adequar um modelo que auxilie na obtenção de dados e seja útil para desenvolver simulações com as propriedades e aplicações específicas dos concretos refratários.

1.1 Definição do problema e perguntas da pesquisa

Com o contínuo desenvolvimento tecnológico, os concretos refratários monolíticos aplicados em locais com presença de materiais fundidos em altas temperaturas, tornaram-se cada vez mais densos e menos permeáveis, condição fundamental para o bom desempenho termomecânico e resistência à corrosão (LEE; MOORE, 1998).

Essa evolução levou ao aumento em seu desempenho e vida útil, no entanto, observou-se o efeito colateral da sensibilidade ao aquecimento brusco; já que, de acordo com Gong e Mujumdar (2007), as curvas de secagem com temperaturas como a Figura 9 que funcionaram adequadamente por várias décadas começaram a se tornar inadequadas pelo incremento de danos no material ou pelo acontecimento de graves explosões, que, segundo Davies (1966) se o monólito é fraco, a explosão é menor; mas, se o monólito é forte, a explosão será violenta e perigosa. O problema é: como definir essas curvas de secagem ou aquecimento inicial dos concretos refratários de forma segura e econômica?

Figura 9 – Curva de secagem com temperaturas típicas.

Fonte: Adaptado de (GONG; MUJUMDAR, 2007).

Normalmente um revestimento refratário possui grandes dimensões e somente uma superfície exposta para que ocorra o processo de secagem, desta forma a razão de aquecimento deve ser conduzida com extrema cautela para que a água presente possa percolar pelos poros, sem que as tensões internas geradas pela sua expansão superem o limite de resistência do material, evitando o aparecimento de trincas ou o enfraquecimento do monólito, como mostra a Figura 10 (a) onde se observa o caso que Schmitt *et al.* (2004) reportam sobre degradação acelerada do revestimento de uma panela de aço com a consequente diminuição dos seus ciclos de operação; ou quando as elevadas tensões

geradas ocasionam o desprendimento de lascas, como mostra a Figura 10 (b) que é o caso comentado por Palmer *et al.* (2014) sobre o ciclone de um calcinador de alumina. Também narraram o caso de um duto de gás numa usina de redução de aço, mostrado na Figura 10 (c); ou em casos extremos como aquele reportado por Cobane (2005) na explosão do monólito de um forno de alumínio destruído, mostrado na Figura 10 (d).

Figura 10 – Exemplos de casos de trincas e explosões.

Fonte: (a) (SCHMITT *et al.*, 2004); (b) (PALMER *et al.*, 2014); (c) e (d) (COBANE, 2005).

Atualmente, as curvas de secagem determinadas pelas empresas fabricantes de refratários são controversas, uma vez que baseadas em diferentes critérios e experiências próprias, apresentam diferenças nas taxas de aquecimento e tempos de espera. A maioria dos fabricantes ainda utiliza métodos tradicionais baseados em conhecimentos empíricos (FEY *et al.*, 2016) com receio de mudanças pelo risco, os custos envolvidos e a garantia do produto que está relacionada ao seguimento dessas curvas (PALMER *et al.*, 2014).

São poucos os fabricantes que consideram, por exemplo, a permeabilidade, que segundo Velez e Moore (1998) é o parâmetro de maior influência. A indústria prefere um fator de segurança elevado neste processo, aquecendo lentamente e com vários e longos patamares (isotermas), como mostra a Figura 11, para evitar o risco de o material trincar ou estourar e provocar danos no equipamento e nas pessoas próximas, acarretando tempos prolongados nas interrupções da produção por manutenção. No entanto, é necessário saber:

até que ponto as baixas taxas de aquecimento são efetivas? Até que momento os longos tempos de espera estão sendo realmente eficientes? Quantos patamares de espera deveriam ser utilizados? A partir de que momento se geram perdas de tempo e recursos?

Figura 11 - Curva de secagem real do canal de corrida de um alto-forno.

Fonte: Adaptado de (ALMEIDA *et al.*, 2013).

Dados os benefícios das novas gerações de concretos de alta densidade, a proposta deste trabalho é desenvolver experimentos físicos e simulações numéricas da secagem de concretos refratários para estudar os fenômenos termo-hidro-químico-mecânicos⁴ relacionados; compreender a fundo o comportamento das variáveis envolvidas em função dos parâmetros ou propriedades intrínsecas do material e os detalhes relativos às metodologias de aplicação para contribuir com a determinação das curvas de secagem.

O problema é que até a data atual não há um consenso geral que aceite um modelo matemático definido como confiável para representar com acurácia a secagem de concretos (MINDEGUIA *et al.*, 2010) e “esses modelos de transferência de calor e massa acopladas, com a circulação de dois fluidos em um material poroso e reativo, são bastante complicados” (MEUNIER; MINDEGUIA; PIMIENTA, 2008, p. 95). Tampouco está definida alguma metodologia padrão para a realização deste tipo de ensaio e não existe no mercado um dispositivo que possa ser adquirido comercialmente. A metodologia mais próxima poderia ser a norma ASTM C-1792-14 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2014), porém está limitada à perda de massa.

⁴ A grafia e ordem da palavra composta foram adotadas do recente reporte do estado da arte da RILEM (MILLARD; PIMIENTA, 2019).

Para a realização desta tese foi necessário testar e eleger dentre os modelos matemáticos disponíveis na literatura e desenvolver um dispositivo e metodologia próprios para realizar experimentos. Com este trabalho procura-se abrir uma nova linha de pesquisa e cooperação entre a Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo, a Escola de Engenharia Industrial e Metalúrgica de Volta Redonda da Universidade Federal Fluminense e o Centro de Ciências Exatas e Tecnologia da Universidade de Ribeirão Preto, para colaborar com empresas fabricantes e usuárias de concretos refratários e contribuir com maior conhecimento ao desenvolvimento desta área da ciência dos materiais.

1.2 Justificativa econômica

O fator de rendimento econômico é mandatório na indústria, então, quanto mais tempo é mantido um equipamento em operação melhor será para seu retorno financeiro. A operação de secagem faz parte de toda instalação com materiais refratários em todo tipo de indústria que utiliza processos térmicos.

Por exemplo, no caso da produção de ferro gusa, que é uma das indústrias que mais consomem material refratário, a quantidade de furos de corrida e o efeito da operação de secagem nas reparações vão depender da capacidade do alto-forno. Existem diferentes arranjos nos canais de corrida: para altos-fornos com um furo de vazamento, a manutenção do canal de corrida representa a interrupção total da produção do alto-forno e para altos-fornos com dois furos de vazamento, programa-se manutenção intermitente dos canais de corrida e durante o tempo em que a produção de um furo sofre interrupção é necessário diminuir a taxa de produção do forno para evitar desgaste excessivo no outro furo que continua trabalhando. Estes arranjos são para altos-fornos com capacidade de aproximadamente 3.000 ton/dia. O impacto econômico da manutenção está relacionado, entre vários fatores, com o custo que implica a necessidade de trabalhar com baixa produção.

Altos-fornos com capacidades maiores, de aproximadamente 11.000 ton/dia, que normalmente contam com quatro canais de corrida, também passam por manutenção intermitente. E mesmo que não ocasionem diminuição importante na taxa de produção do forno, nestes casos, a importância da diminuição do tempo de manutenção é para preservar ou aumentar o tempo de vida do cadinho. Além disso, este tipo de instalações não está livre de emergências e complicações operacionais que comprometam a continuidade de fluxo nos furos atuantes. Nessas situações a urgência de reduzir o tempo de manutenção no canal

de corrida torna-se crítica. A seguir, denota-se a dimensão econômica do tópico em termos do lucro cessante.

Por exemplo, se um alto-forno produz 11.000 ton de gusa por dia e cada tonelada tem um valor em torno dos \$500,00 US DL então, cada hora que seja possível prolongar o tempo de vida do cadinho equivale a \$230.000,00 US DL/hr; e cada hora que for possível reduzir o tempo da secagem também terá o importante impacto econômico em relação ao custo em \$ US DL/hr, incorrido na utilização de combustível e de energia elétrica ao longo do aquecimento, além dos benefícios que podem ser obtidos no aumento da segurança do pessoal, nos equipamentos envolvidos e na diminuição da poluição ambiental. Neste tipo de instalações de grande envergadura, nada é pequeno e as melhorias podem representar grandes vantagens (YATSENKO *et al.*, 1990).

Por outra parte, nos casos de acidentes e perdas que lamentavelmente acontecem na indústria é de suprema necessidade o estudo das causas de origem para evitar a repetição desses eventos de alto custo, através do seu claro entendimento e divulgação. As empresas e profissionais que realizam perícia industrial necessitam deste tipo de conhecimento e ferramentas a realização do serviço.

Com relação às empresas fabricantes de produtos refratários, além da necessidade de definição das curvas de secagem dos seus concretos, seu mercado exige contínua atualização de produtos, técnicas e conhecimentos que consiga mantê-los competitivos diante da concorrência. Para esse tipo de negócio, a pesquisa e desenvolvimento faz parte de seus principais ativos e atrativos. Este trabalho de tese pretende trazer alguma contribuição diante de todas essas solicitações.

1.3 Objetivos do trabalho de pesquisa

1.3.1 Objetivo geral

O objetivo geral deste trabalho é desenvolver recursos experimentais e numéricos que formem parte de um método baseado em conhecimentos científicos para a determinação de curvas de secagem competitivas de monólitos refratários, evitando riscos de trincas e explosões; através do estudo do conhecimento atual e da análise dos processos simultâneos termo-hidro-químico-mecânicos envolvidos no aquecimento do concreto.

1.3.2 Objetivos específicos

- a) apresentar o estado da arte resultante da análise da literatura científica disponível;
- b) fabricar um dispositivo de baixo custo composto de forno e instrumentos para a medição e registro de dados simultâneos de temperaturas interiores, pressão de vapor nos poros e perda de massa durante o primeiro aquecimento de corpos de prova preparados e moldados com concreto refratário recentemente curado;
- c) realizar experimentos termo-hidro-mecânicos de concreto em laboratório; utilizando o dispositivo fabricado para estudar o comportamento das variáveis com diferentes curvas de secagem controladas e dispor de dados para validar simulações numéricas;
- d) estruturar um modelo matemático e algoritmos de cálculo para desenvolver um código computacional próprio, sem gerar custos de licenças comerciais, para simular a secagem de concreto refratário; desenvolver sub-rotinas que possam testar diferentes curvas de secagem e aceitar mudanças nas propriedades do material (parâmetros) para entender seu efeito nas variáveis resultantes do processo (Temperatura, Pressão e Massa);
- e) realizar ensaios de caracterização das propriedades do concreto para obter valores dos parâmetros críticos (propriedades) que serão fornecidos como entrada para o modelo. As propriedades que não forem possíveis mensurar com ensaios experimentais serão obtidas da literatura científica especializada;
- f) desenvolver simulações numéricas computadorizadas do escoamento de água em fase líquida e gasosa dentro de um meio poroso, baseadas num modelo matemático dos fenômenos acoplados de transporte de energia e massa que acontecem durante o aquecimento do concreto. Posteriormente, validar os resultados com dados obtidos no dispositivo experimental;
- g) comparar resultados experimentais e numéricos de diferentes curvas e velocidades de aquecimento, utilizando dados disponíveis na literatura e na indústria referente às curvas de secagem;
- h) aportar comentários e recomendações através da discussão de exemplos de curvas de secagem reais utilizadas na indústria, com base nas descobertas e os novos conhecimentos adquiridos com as ferramentas e método propostos neste trabalho.

1.4 Estrutura do trabalho de tese

No presente trabalho estan involucradas atividades tanto experimentais como de modelage computacional, segue uma breve descrição do conteúdo para uma rápida identificação dos capítulos que poderiam ser de interesse particular do leitor.

O capítulo 2 traz uma revisão histórica do lascado térmico em concreto e da literatura referente à teoria da obstrução de umidade e os mecanismos que explicam o fenômeno; no APÊNDICE A é apresentada uma imagem que resume os processos simultâneos envolvidos.

No capítulo 3 são revisados os fundamentos teóricos em relação às leis e equações representativas das propriedades do meio poroso variável (o concreto recentemente curado) e do fluido bifásico (água em estado líquido e vapor) que posteriormente são consideradas no modelo matemático como parâmetros para as equações de balanço de massa e energia.

No capítulo 4 é realizada uma revisão da literatura em relação aos diferentes tipos de experimentos, dispositivos e sensores para medição das variaves de interesse durante a secagem. Nesse capítulo é proposta uma classificação para os experimentos de secagem em concreto refratário e é indicada a leitura do APÊNDICE B para obter maiores detalhes sobre os experimentos deste tipo.

O capítulo 5 foi dedicado à descrição do dispositivo e sensores desenvolvidos para a realização dos experimentos desta tese. No APÊNDICE C encontram-se maiores detalhes dos primeiros experimentos e e algumas das complicações superadas.

No capítulo 6 são descritos os materiais e métodos experimentais e no capítulo 7 os resultados dos experimentos que serviram para a validação das simulações numéricas. No capítulo 8 foram discutidos os resultados experimentais fazendo comparações com resultados e métodos de outros trabalhos disponíveis na literatura.

No capítulo 9 é descrito o modelo matemático e o método numérico de solução que foi convertido em código de computador para as simulações com diferentes curvas de secagem e diferentes valores dos parâmetros considerados. No capítulo 10 são apresentados os resultados numéricos comparando-os com os resultados experimentais e discutindo o comportamento das variáveis de interesse.

Em base às observações e resultados, no capítulo 11 discutiram-se curvas de secagem utilizadas na indústria e foram propostas possíveis atualizações para a curva correspondente a um monólito com espessura e composição semelhante à que foi utilizada nos experimentos e simulações desta tese.

2 REVISÃO DA LITERATURA SOBRE LASCADO EM CONCRETO

Na procura das mais remotas origens do fenômeno termo-hidro-mecânico relacionado com a secagem de concretos refratários e os riscos de fragmentação explosiva, neste capítulo foram revisados os acontecimentos e pesquisas relacionadas com a evolução do cimento comum e seu comportamento diante o fogo.

2.1 História da relação entre a rocha sintética e o fogo

Na pré-história, as primeiras observações humanas do fenômeno da fragmentação térmica em rochas naturais provavelmente aconteceram em áreas de acampamentos onde eram acesas fortes fogueiras próximas a alguma grande pedra úmida, que posteriormente fragmentava-se⁵.

Acredita-se que os materiais naturais do tipo cimentício existem no planeta terra desde a era Paleozóica, (COOGAN, 1996). Provavelmente foram inicialmente aproveitados de alguma forma pelas civilizações egípcia e chinesa há mais de 3.000 anos. Foi a civilização romana que reportou registros do descobrimento de um material composto de uma mistura de materiais pozolânicos, ou seja, pós obtidos de depósitos de cinzas vulcânicas abundantes na Itália, principalmente na região da Campânia, que ao serem misturados com água, formavam uma massa pastosa que podia ser moldada e que ao secar, endurecia, ficando como pedra. Assim, foi apresentada a primeira “rocha artificial” à humanidade; o primeiro cimento sintético hidráulico.

Provavelmente aprenderam a utilizar esse material por algum acidente resultante de testes na fabricação de antigos artesanatos cerâmicos que normalmente utilizavam misturas de argila e diferentes terras, e até cinza vulcânica, que podia ser encontrada já moída e queimada de forma natural. Estas afirmações podem ser conferidas ao analisar os materiais utilizados na construção dos aquedutos, do Coliseu e do maior domo da antiguidade, o Panteão (VITRUVIUS, 1999). O domínio dessa técnica foi perdido com a queda do Império Romano e o advento da Idade Média.

Só após o período do renascimento foi retomado o conceito desse material. Na época da Revolução Industrial, Joseph Aspdin foi um dos principais precursores. No ano 1824, com a patente intitulada “Uma melhoria na forma de produzir pedra artificial”,

⁵ Para exemplos ilustrativos, recomenda-se o documento audiovisual do canal *TheBackyardScientist*, disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=-v-III1FPFSU>.

inventou um novo procedimento que consistia na queima de giz e argila, finamente moídos, para a preparação do cimento Portland. Foi chamado assim pela semelhança em cor com as pedras extraídas de uma região que possui esse nome na Inglaterra. Resulta interessante que desde essa primeira patente foi destacada a importância da etapa de secagem, onde “tem que acontecer a evaporação e eliminação de toda a água utilizada na preparação” (ASPDIN, 1824).

Os cimentos do tipo Portland são uma mistura de minérios portadores dos óxidos de cálcio, silício, alumínio e ferro, calcinados e moídos até um tamanho de partícula de máximo 50 μ m; que ao serem misturados com água, formam um material pastoso e aglutinante que no início da sua preparação, pelas suas propriedades reológicas, adquirem a forma do molde onde são colocados; posteriormente se solidificam por reações exotérmicas de hidratação que geram um processo de endurecimento progressivo pela formação de microcristais dendríticos que os ligam a outros materiais.

O giz é composto principalmente de calcário, a principal matéria prima para a obtenção do clinker que é o subproduto obtido pela sua calcinação, que quando moído, torna-se cimento. Sua fórmula química, por peso é 50–70% 3CS (alita, $3\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$), 15–30% 2CS (belita, $2\text{CaO}\cdot\text{SiO}_2$), 5–10% 3CA ($3\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$), e 5–15% 4CAF (ferrita, $4\text{CaO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3\cdot\text{Fe}_2\text{O}_3$).

O concreto é uma mistura de pasta de cimento e materiais não orgânicos granulares chamados de agregados, como a areia sílica e a pedra brita que são ligados pelo cimento para formar um material composto com aparência de pedra (SHACKELFORD; DOREMUS, 2008).

Os primeiros registros documentais para entender o fenômeno termomecânico de lascado ou fragmentação em pedras artificiais (concretos) remontam ao século XIX, após a expansão da produção e uso do cimento Portland. Acredita-se que a primeira publicação específica sobre o comportamento do lascado termomecânico em concretos foi a de Barret (1854), onde é discutido que o uso de Síllex, um tipo de pedra sedimentar a base de silicatos como agregado para a preparação de concreto, embora possua alta dureza e densidade, caso experimente a ação do fogo, irá se quebrar. Atualmente é conhecido que efetivamente as rochas de sílex puro são instáveis quando submetidas ao efeito do aquecimento, como mostra a Figura 12. Então, se o sílex é utilizado como agregado no concreto e for submetido ao fogo, irá fragmentar-se violentamente.

Figura 12 - Pedras de sílex puro, antes e após aquecimento.

Fonte: (MINDEGUIA, 2009).

No mesmo século foi reportado que o rápido esfriamento de elementos feitos de concreto em prédios que sofreram fogo pode ocasionar fragmentação e precipitação. Algumas construções feitas de concreto, que eram consideradas resistentes a incêndios, sofreram demolições ocasionadas pelo fogo. Essas fragmentações deveram-se provavelmente a utilização de água no momento de sufocar o incêndio (INGLE, 1866). Na Figura 13 pode ser visto o combate contra incêndio em altos prédios antigos.

Figura 13 - Exemplo de combate contra incêndio em altos prédios antigos.

Fonte: (CASTELLS, 2009)

A partir dessa época e durante o século XX, em diferentes partes do mundo, foram realizados e apresentados diversos trabalhos de pesquisa relacionados ao tópico, principalmente para determinar as melhores práticas em caso de incêndio. Dentre os primeiros experimentos sobre lascado publicados, foram efetuados testes com estruturas completas de concreto, blocos, paredes e colunas para diferentes composições, detectando

o efeito dos agregados no fenômeno de lascado (GARY, 1916). Concluindo que o risco de lascado térmico podia ser reduzido simplesmente colocando água suficiente e obtendo boa permeabilidade, através da seleção dos agregados ou de algum tratamento na superfície do concreto.

Uma área importante é a perícia das causas de acidentes e situações de grandes riscos e perdas como, por exemplo, os casos dos túneis da Mancha em 1996 e 1998 (COATES, 1996; ULM; COUSSY; BAZANT, 1999), Mont Blanc em 1999 e Fréjus em 2005 na França, Storebealt em 1994 na Dinamarca, Tauren em 1999 na Áustria, Gotthard na Suíça (MINDEGUIA, 2009) e os acontecimentos dramáticos e controversos do dia 11 de Setembro de 2001 nos Estados Unidos, onde estudos baseados na ciência dos materiais e modelos matemáticos concluíram que as torres gêmeas falharam devido ao colapso progressivo dos andares provocado pelos efeitos do fogo (BAZANT, 2001; BAZANT *et al.*, 2008).

Existe um grande interesse em conhecer o que acontece com esse material exposto ao fogo pelo tipo de tragédia, pois são cada vez mais altas as obras da construção civil. A quantidade de casos e o grau de dramatismo são alarmantes, como o caso acontecido em 3 de Novembro 2003 na cidade de Hengyang, na província de Hunan, China, onde um prédio de concreto reforçado de 8 andares colapsou catastroficamente durante os trabalhos de luta contra incêndio e lamentavelmente vinte e cinco bombeiros perderam a vida pela queda da construção resultante do efeito dos regimes de esfriamento aplicado nas propriedades mecânicas do concreto (CASTELLS, 2009).

No ano 1903 foi emitido o primeiro padrão para teste de concreto em relação à resistência ao fogo, determinando métodos de avaliação e taxas de aquecimento que posteriormente, ao final do século XX e inícios do século XXI culminaram nos padrões de avaliação de elementos estruturais em situação de incêndio e na determinação das curvas de incêndio padrão como a ISO 834-1 (INTERNATIONAL STANDARDS ORGANIZATION, 1999), a ASTM E-119 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2000) e a ABNT NBR 5628 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2001).

Um dos primeiros postulados para definir o possível mecanismo de trincas ou fraturas ocasionadas por fogo no cimento foi proposto por (PRESTON; WHITE, 1934) onde afirmaram que a fragmentação ou lascado térmico se inicia com trincas finas na direção perpendicular à face original. Eles propuseram um mecanismo para explicar o fenômeno após observações de fraturas em lascas durante o aquecimento de argila. A

Figura 14 mostra o ponto inicial da fragmentação térmica onde é hipotetizada uma primeira falha, laminação ou fraqueza no material que é estendida e depois separada. As linhas pontilhadas são as ondas de calor e o ponto P é a falha, laminação ou fraqueza inicial do material que posteriormente é estendida e separada. O comportamento em d_2 parece mais provável do que em d . Essa descrição é similar à descrição de lascado térmico do concreto de (BAZANT, 2005) como “uma fratura do tipo frágil, com curvatura de delaminação causada por estresse de compressão térmico biaxial paralelo à face aquecida”.

Figura 14 - Mecanismo da fragmentação térmica durante o aquecimento súbito da argila.

Fonte: (PRESTON; WHITE, 1934).

Uma descrição dos principais fatores que levam à fragmentação térmica foi apresentada na tese de doutorado de Hassenjager (1935) e sumarizada nas seguintes etapas:

- a) aquecimento rápido do concreto que gera alto estresse termomecânico unilateral;
- b) presença de estresse unilateral que supera a resistência mecânica do material;
- c) mudanças rápidas de estrutura e volume nos agregados;
- d) pressão interna gerada pela liberação de vapores de água e gases do agregado e da massa de cimento.

Nessa tese, Hasenjäger (1935) identificou dois tipos de mecanismos principais que geram o fenômeno da fragmentação: o estresse térmico e a pressão de vapor. O efeito destes dois fatores tem sido desde então, objeto de intensa discussão pela comunidade científica (JANSSON, 2013).

As recomendações de Hassenjäger (1935) para minimizar o risco de lascado são a seleção de agregados com menor dilatação térmica, uso de juntas de expansão e melhoras nos formatos estruturais, as quais são utilizadas até a atualidade (KLINGSCH, 2014).

Com as melhorias nos métodos de aplicação do cimento e o desenvolvimento de concretos mais modernos na procura de um maior desempenho, outro fator foi considerado. Com relação à compactação do material pelo uso de vibração mecânica na moldagem, Sönnnerberg (1952) advertiu que o concreto moderno, de maior dureza e densidade tinha menor resistência quando exposto ao fogo, já que diferentes tipos de água, que estão sempre presentes, seja livre ou ligada quimicamente à estrutura, irão evaporar e procurar saída na superfície, sendo transportadas através das cavidades internas do material. Se o concreto é muito denso, esse transporte de umidade será de alguma forma impedido, ficando preso, pelo que podem apresentar grandes pressões internas de vapor que poderiam acarretar explosões das camadas superficiais da peça estrutural (ou seja, o lascado violento). E que este fato pode ocorrer com exposição ao fogo em pequenos incêndios.

A hipótese do vapor preso virou uma abordagem clássica do efeito da umidade, após Shorter e Hamarthy (1961) apresentarem sua teoria da obstrução da umidade (*Moisture Clog*). O mecanismo proposto é que quando uma amostra de concreto é aquecida, a água é dessorvida numa fina camada próxima à superfície aquecida; e que a gradiente de pressão dirige a umidade não somente para fora do corpo, mas também em direção as partes internas com menor temperatura (SHORTER; HARMATHY, 1961). De acordo com essa teoria, quando o vapor encontra uma camada próxima com menor temperatura, ele condensa; esse processo continua se movimentando mais para o centro do corpo, até formar uma região completamente saturada de considerável espessura (HARMATHY, 1965). Essa é a região que recebe o nome de obstrução da umidade (*Moisture Clog*), que continua em estudo até a atualidade, como é mostrado nos esquemas da Figura 15. Quando é formada a obstrução de umidade, o movimento do vapor para o interior de regiões mais profundas do concreto é restringido, o que levará ao aumento da pressão na região de evaporação, como mostrado na Figura 15 direita.

O aspecto principal da teoria é que a pressão maior será gerada na borda da obstrução da umidade e que se atingirem valores que superem a resistência à tração do concreto, irá gerar sua separação de forma explosiva.

Figura 15 - Ilustração da teoria de obstrução da umidade clássica e até a atualidade.

Fonte: Esquerda: Adaptação do original (HARMATHY, 1965). Direita: Adaptação (DAUTI, 2018).

A Figura 16 mostra uma fotografia da forma que se apresenta a obstrução de umidade num concreto de alto desempenho visualizada pelo corte de um bloco de concreto comum de 600x500x200 mm numa prova de incêndio.

Figura 16 - A obstrução de umidade frente à zona de lascado.

Fonte: Adaptado de (JANSSON, 2013).

Não é necessário assumir que a liberação explosiva de energia na fragmentação, seja exclusivamente gerada pela expansão dos vapores de água, uma vez que a camada seca próxima à superfície aquecida já deverá estar, nesse momento, submetida a um alto estresse de outro tipo, aquele gerado pelos efeitos da expansão térmica. Então, podem ser considerados dois fatores: um acentuado gradiente de temperatura e a força da pressão do vapor (SHORTER; HARMATHY, 1961).

No Congresso da Federação Internacional de Concreto Estrutural do ano 1965, realizado em Braunschweig, Alemanha, no tópico sobre a resistência do concreto ao fogo foram sumarizadas as possíveis causas do lascado, afirmando que não é possível nomear uma causa específica, mas a combinação dos seguintes fatores pode levar ao lascado perigoso (JANSSON, 2013):

- a) estresse residual devido ao aquecimento não uniforme;
- b) alto conteúdo de umidade;
- c) restrição longitudinal excessiva;
- d) ciclos rápidos de carregamento e alívio de carga;
- e) caráter mineralógico dos agregados.

Nos resumos do congresso, Saito (1965) apresentou uma teoria da causa do lascado explosivo, onde se acreditava que é iniciado por tensão térmica que leva à falha compressiva.

Questionamentos sobre a teoria de Saito foram apresentados, discutindo-se que o concreto não é um material elástico linear, pelo que a falha não irá acontecer necessariamente quando as tensões compressivas atingirem um valor máximo em algum ponto. A teoria de Saito não consegue explicar o comportamento explosivo que às vezes apresenta este tipo de falha (DOUGILL, 1972).

Na década de 1970 apareceram outros autores, como Meyers-Ottens (1972), que concordaram com Sertmehmetoglu (1977), que apresentou um modelo analítico, e afirmaram que o lascado explosivo somente acontece se existir uma suficiente quantidade de umidade. Nessa época, os recursos de cálculo computacional começaram a ser disponíveis, o que permitiu Bazant e Najjar (1971) proporem um modelo matemático para prever a pressão dos poros, resolvendo com métodos numéricos. Também nessa época, destacaram-se vários pesquisadores da antiga URSS, por exemplo, (ALEKSANDROVSKII, 1959, 1966), cujos trabalhos foram citados por vários autores do ocidente.

2.2 Mecanismos de lascado em monólitos refratários

A definição de lascado (ou fragmentação) em concreto é a quebra violenta ou não violenta em camadas ou pedaços de concreto (lascas) da superfície de um elemento estrutural quando submetido a estresse térmico intenso e rápido (KHOURY; ANDERBERG, 2000). O lascado ocasiona uma grave perda da resistência do material pela redução da seção geométrica e pela possível exposição ao fogo da carcaça ou da estrutura metálica de reforço (FELICETTI *et al.*, 2015)⁶.

Os elementos estruturais fabricados com concretos refratários estarão constantemente submetidos a estresse térmico. Nestes casos o problema de lascado é presente nos períodos de mudança de temperatura, especialmente no seu primeiro aquecimento que é efetuado logo após a cura, quando o material se encontra com uma importante saturação de umidade.

São detectados quatro tipos de lascado: 1) Explosivo; 2) de superfície; 3) de agregados; e 4) dos cantos (esquinas) (GARY, 1916). Na aplicação dos concretos refratários, qualquer tipo de lascado representaria um sério problema, sendo o mais crítico o lascado explosivo que coloca em risco pessoas e equipamentos próximos, além do material que está sendo acondicionado.

Como já foi dito, a explicação exata dos mecanismos por trás do fenômeno de lascado e as medidas contrárias ainda estão sendo pesquisadas, porém, como ponto de partida, será considerada a hipótese de que os principais mecanismos ou processos geradores para os diferentes tipos de lascado são:

- a) termo-hídrico. Relacionado aos gradientes de pressão interna que ocorrem pela expansão da água na vaporização que gera a transferência de massa (vapor, água líquida e ar) num meio poroso com permeabilidade muito baixa, o que resulta em esforços de tensão na microestrutura pelo aumento da pressão nos poros que desenvolve o fenômeno conhecido como a teoria de obstrução da umidade (HARMATHY, 1965; SULLIVAN; AKHTARUZZAMAN, 1970; MEYER-OTTENS, 1972; KHOYLOU; ENGLAND, 1996);
- b) termomecânico. Relacionado exclusivamente aos gradientes de dilatação térmica que ocorrem no elemento estrutural, gerando esforços de compressão paralelos à

⁶ Para mais ilustrações recomenda-se o documento audiovisual do *Tyler Ley Channel*, disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=xbFzMnSBp1o>.

superfície aquecida, que subsequentemente geram esforços de tensão em direção ortogonal à superfície (SAITO, 1965; DOUGILL, 1972; BAZANT, 1997);

- c) combinação dos mecanismos Termo-hídrico e Termomecânico. (ZHUKOV; SHEVCHENKO, 1974; SERTMEHMETOGLU, 1977; CONNOLLY, 1995).

Adicionalmente a esses mecanismos há as cargas externas submetidas à estrutura. A supremacia de um mecanismo sobre o outro dependerá de vários fatores, principalmente do conteúdo de água, da permeabilidade e do regime térmico aplicado. Então, entende-se que o lascado é um fenômeno termo-hidro-mecânico fortemente acoplado.

2.2.1 Processo termo hídrico

O processo termo-hídrico está relacionado à dinâmica da expansão e variação do teor de água no concreto associado ao transporte de massa (água nas fases líquida e de vapor e ar), conforme ilustrado na Figura 17. À medida que a temperatura aumenta, a água livre é evaporada e a água ligada quimicamente é liberada na forma de vapor. Esse vapor gera uma pressão interna na rede porosa. A gradiente de pressão é a principal força motriz para a transferência de massa. O vapor e o ar são parcialmente evacuados para a superfície aquecida, mas também migram em direção à parte mais fria no centro do corpo, onde o vapor se condensa novamente, assim que as condições termodinâmicas são satisfeitas.

Figura 17 - Mecanismo de transporte de massa dentro do concreto.

Fonte: (CASTELLS, 2009) com adaptações feitas por Brendon William Guedes Barbosa.

Esse processo é continuado até formar na superfície aquecida, uma zona seca e desidratada e uma camada quase saturada conhecida como obstrução da umidade (*moisture clog*), que atua como uma parede impermeável que restringe o transporte de vapor, dando origem ao acúmulo de alta pressão. O restante dos elementos permanece inalterado. O pico de pressão de vapor nos poros que se observa na parte superior do gráfico da Figura 18 está localizado na camada saturada.

Quanto menor a permeabilidade do material, mais cedo (e mais próximo da superfície aquecida) será gerado esse entupimento de umidade e maior será o gradiente de pressão. Esse mecanismo é difícil de quantificar experimentalmente e é um dos objetivos da parte experimental deste trabalho de tese.

Figura 18 - Efeito do gradiente de pressão.

Fonte: (CASTELLS, 2009) e (KHOURY; ANDERBERG, 2000) do original de (ZHUKOV, 1975) com adaptações feitas por Brendon William Guedes Barbosa.

O vapor na zona próxima à face aquecida é transportado para o exterior (lei de Darcy), mas também para o interior onde há uma temperatura mais baixa, pelo que condensa novamente e progressivamente forma uma camada quase saturada, que posteriormente obstrui o transporte de massa.

Com base na teoria da fratura de Griffith para os materiais frágeis, Zhanmin *et al.* (2015) propuseram um mecanismo de lascado para os concretos refratários causados por essa pressão de vapor nos poros, afirmando que os concretos explodem devido à divisão dos poros e à expansão da fissura, identificando a resistência à tração dos concretos como a tensão crítica para a divisão dos poros. Porém, concluíram reconhecendo um grau de aleatoriedade no fenômeno. A Figura 19 mostra o diagrama esquemático da divisão dos poros causada pela pressão do vapor, resultando em lascas explosivas.

Figura 19 - Lascado explosivo por tensões de tração nos poros.

Fonte: (ZHANMIN *et al.*, 2015).

2.2.2 Processo termomecânico

A energia térmica dentro do concreto é transportada por condução através da estrutura do corpo poroso e também por convecção através do movimento do vapor e ar quente dentro dos poros, como mostra a Figura 20. O processo termomecânico é devido à exposição de uma ou várias faces de um membro de concreto ao aquecimento, dando origem a um gradiente de temperatura considerável, que é função da condutividade térmica do concreto específico que provoca tensões de compressão nas camadas mais quentes pela tendência à dilatação térmica, que por sua vez é função do coeficiente de expansão térmica

do concreto específico, gerando tensões de tração nas camadas mais profundas porque estão mais frias e se opõem à dilatação. Na Figura 21 pode-se observar a geração de tensões internas pelas diferenças de dilatação térmica entre as camadas frias e quentes e entre a matriz e agregados. Com maiores gradientes de temperatura, as tensões de tração aumentam até superar a resistência do material. Conforme esta teoria, a liberação repentina e instável da energia potencial de tensões térmicas acumuladas na estrutura poderia causar a fratura explosiva. Também se deve considerar que existam diferenças de expansão entre a matriz de cimento e dos agregados. Em todos os casos, se as tensões excedem a resistência à tração de algum dos materiais misturados na preparação do concreto, vai acontecer algum tipo de lascado.

Figura 20 – Mecanismo de transporte de energia térmica dentro do concreto.

Fonte: original de (CASTELLS, 2009) com adaptações feitas por Brendon William Guedes Barbosa.

Após 10 minutos de aquecimento e de acordo com a curva ISO 834, uma superfície de concreto preparado com cimento Portland irá atingir uma temperatura de 500°C, enquanto uma camada interior, a 20 mm da superfície, estará apenas em 115°C (MRÓZ, 2016). Para efeitos de deformação, essa diferença de mais de 300°C a 20 mm de distância pode representar uma diferença significativa na expansão térmica do concreto. Porém, ainda são necessários maiores estudos e confirmações para as diferentes composições de concreto, especialmente os refratários.

Segundo Bazant e Jirásek (2018) a alta pressão dos poros só pode ser assumida como um "gatilho" para o lascado, mas ela sozinha não poderia conduzir a explosão; eles afirmam que o lascado explosivo é predominantemente gerado por estresses térmicos compressivos paralelos à superfície aquecida.

Figura 21 - Efeito do gradiente de temperatura.

Fonte: (CASTELLS, 2009) e (KHOURY; ANDERBERG, 2000) do original de (ZHUKOV, 1975) com adaptações feitas por Brendon William Guedes Barbosa.

2.2.3 Combinação de processos

O mais provável é que o lascado explosivo seja gerado pela ação combinada de pressões de poros e de tensões térmicas na zona exposta ao fogo. Para acontecer uma explosão deve haver uma acumulação de energia que é liberada rápida e violentamente após uma forte resistência do material. Considerando que a resistência à tração do concreto é de apenas 7 a 12% da sua resistência à compressão, tem-se observado que quando a soma das tensões excede a resistência à tração do material, as trincas se desenvolvem paralelas à superfície, levando muitas vezes à falha violenta na região exposta ao fogo. No APÊNDICE A é apresentada uma imagem geral onde podem ser apreciados os fenômenos simultâneos que em teoria geram a fragmentação explosiva.

3 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

A adição de água aos constituintes anidros do concreto refratário é inevitável. O uso de água é indispensável para criar as reações de hidratação com os agentes cimentícios dos concretos refratários. Os cimentos a base de aluminatos são os agentes aglutinantes mais utilizados e precisam da água para desenvolver a configuração hidráulica. Apesar de ter um efeito adverso na resistência do material refratário a temperaturas elevadas, o uso de cimentos a base de aluminatos é necessário para fornecer resistência durante a instalação (RICHMOND; CHAILLE, 1984), neste capítulo são estudadas as propriedades envolvidas.

3.1 Conteúdo de água na mistura

Os efeitos do conteúdo de água na permeabilidade, resistência mecânica e porosidade dos concretos estão relacionados diretamente com o IPS (distância média entre as partículas da matriz), como mostra a Figura 22, (FUNK; DINGER, 1994). Valores mais altos de IPS indicam que as partículas estão mais afastadas e as forças interpartículas são reduzidas. Foi comprovado por Ramal, Salomão e Pandolfelli (2005) que após a secagem, os concretos com maior teor de água têm uma estrutura mais permeável e porosa.

Figura 22- Efeito do conteúdo de água no IPS.

Fonte: Adaptado de (RAMAL; SALOMÃO; PANDOLFELLI, 2005).

Investigações feitas por Massaro (2006) confirmaram esse comportamento, reportando propriedades adversas nos concretos refratários em função do incremento do conteúdo de água, concluindo que alguns materiais provaram ser mais suscetíveis ao lascado com qualquer aumento na água de mistura e que cada um exibiu respostas únicas às propriedades mecânicas investigadas.

3.2 Tipos de água no concreto

Os concretos comuns, assim como os refratários, contêm compostos que são quimicamente muito reagentes diante da presença da água. Quando entram em contato com a água é iniciado de forma imediata o processo de hidratação; quando atinge o limite da solubilidade inicia-se o processo de “pega”, gerando a cristalização de dendritos em forma de agulhas que cruzam umas com outras, formando uma estrutura porosa, que por sua vez fornecerá espaço para conter água livre. Pela sua afinidade com a água, os cimentos podem ser chamados de materiais hidrofílicos.

Na hidratação dos cimentos é importante diferenciar os processos de sorção envolvidos: a absorção e a adsorção. Em ambos os processos, o soluto, neste caso a água, é introduzido ou mantido no interior do solvente, só que de forma diferente para cada processo.

Na química dos concretos, entende-se a absorção como o processo de assimilação das moléculas de água, que são inteiramente difundidas através de toda a massa do solvente, no caso de concretos a base de cimento Portland, dissolvendo as micropartículas dos silicatos e aluminatos de cálcio (C_2S ; C_3S ; C_3A) ou do ligante específico; posteriormente, iniciando espontaneamente uma reação química exotérmica que gera o fenômeno de cristalização.

A água absorvida no concreto fica quimicamente ligada na formação dos cristais de hidróxido de cálcio (CH) chamados portlandita, hidrato de silicato de cálcio (C-S-H) e hidrato de aluminato de cálcio (C-Al-H). Uma vez cristalizadas, essas moléculas de água não podem ser tão facilmente separadas; dependendo da composição e do tipo de concreto, assume-se que essa água de cristalização só poderá ser liberada com temperaturas na faixa dos 600°C (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

Por outro lado, a adsorção é a adesão de camadas de moléculas de água com espessuras nanométricas, sobre a superfície do composto adsorvente com que entra em contato. Entenda-se a adsorção como a acumulação de moléculas de água que não reagiram quimicamente e que estão localizadas na parte superficial. A água adsorvida é fisicamente ligada à superfície das paredes dos poros por forças de ligação do tipo eletrostático ou forças de Vander Waals ou ligas covalentes. Assume-se que a água adsorvida pode ser removida com temperaturas de até 250°C.

Então, os concretos contêm água adsorvida nas paredes dos poros, mas, além disso, podem conter grandes quantidades de água livre que não reagiu de nenhuma forma e ficou presa dentro do espaço dos poros, teoricamente evaporável e removível a partir de 100°C.

Para maior entendimento, a Figura 23 mostra uma seção de um meio poroso saturado onde as cores mostram os diferentes tipos de água: verde, água absorvida ou quimicamente ligada; vermelho, água adsorvida ou fisicamente ligada; azul, água livre ou capilar; branco, mistura de vapor de água e ar; cinza, estrutura cristalina dos hidratos que formam o esqueleto sólido do concreto.

A adsorção das moléculas de água pode acontecer em monocamadas ou em multicamadas, como mostra a Figura 23. Um incremento de temperatura, assim como também uma redução na umidade relativa h do meio ambiente em que o material está localizado, pode provocar a dessorção ou retirada dessas moléculas de água.

Figura 23 - Ilustração do fenômeno hidrofílico dentro do meio poroso dos concretos.

Fonte: Adaptação do original de (FEY, 2015).

A água que se encontra na forma de água livre, cor azul que se observa na parte de baixo da Figura 23 é evaporável, porém, não necessariamente evapora a temperaturas correspondentes à curva de saturação. Se esta água se encontra dentro de poros com pequeno raio na sua geometria, a superfície da água é curvada formando um menisco onde a tensão superficial ocasiona uma redução da pressão de vapor ou um incremento na temperatura de saturação da água nesse poro. Por consequência, a evaporação poderia acontecer com pressões de vapor abaixo da pressão de saturação (FEY, 2015). A Figura 23, Figura 24 e Figura 25 mostram as três fases da água evaporável que podem ser distinguidas, resumindo da seguinte forma:

- a) vapor de água nos poros capilares, com pressão parcial $P_v > 0$;
- b) água líquida livre (também chamada água capilar). É encontrada nos poros capilares de dimensões micrométricas e delimitada por meniscos capilares (a pressão P_l nesta água frequentemente é negativa,⁷ o que significa que a água se encontra sobre tensão). A água livre não está combinada de nenhuma forma com as partículas do material cimentício do refratário ou outros concretos e é resultante da água em excesso adicionada durante a preparação. Assume-se que para retirar esse tipo de água é necessário o aquecimento acima de 100°C;
- c) água adsorvida, que é associada com as ligas hidráulicas dos materiais refratários incluindo os cimentos e é encontrada de duas formas:
 - camadas de água adsorvida livremente, que podem ter uma espessura de até 5 moléculas de água ($\approx 5 \times 0.27 \text{ nm}$) e são seguradas nas paredes dos poros e têm contato com o vapor de água. Assume-se que para retirar esse tipo de água é necessário o aquecimento acima de 250°C, e;
 - camadas de água adsorvida que se encontram presas nos poros nanométricos do gel de cimento, com espessuras menores que 10 moléculas de água (2.7 nm) onde a máxima espessura de camadas de água adsorvida não pode ser desenvolvida, criando pressão de separação P_d transversa à camada, veja Figura 25. A água adsorvida que está presa tem contato com o vapor de água e a água capilar unicamente por difusão através dos nanoporos (BAZANT; JIRÁSEK, 2018). Assume-se que para retirar esse tipo de água é necessário o aquecimento acima de 400°C.

Então, a água no concreto pode ser considerada como um fluido multifásico num meio poroso, onde os poros podem estar preenchidos com várias combinações de fases líquida, gasosa e gel como mostra a representação esquemática do concreto úmido da Figura 24. Em termos de fase, os fluidos que preenchem o espaço dos poros são: na fase gasosa, uma mistura de vapor e ar seco (ar úmido); na fase líquida, água livre (água capilar) e água adsorvida (fisicamente ligada). No concreto curado, a água absorvida (ou combinada), ou água quimicamente ligada, já forma parte da estrutura molecular dos materiais, ou seja, forma parte da rede dos cristais da estrutura sólida e é a que se assume que poderia ser liberada somente sendo aquecida acima de 600°C.

⁷ As pressões que caracterizam estados de estresse hidrostáticos têm sinal de convenção oposto, ou seja, a pressão positiva corresponde a estresse hidrostático compressivo (negativo).

Figura 24 - Concreto úmido, um material poroso multifásico.

Fonte: Adaptação do original de (GAWIN; PESAVENTO; SCHREFLER, 2014).

A temperatura crítica da água, T_{cr} , pode ser tomada como referência para estimar o tipo de água existente num sistema. Abaixo dela, a fase líquida irá consistir na água fisicamente adsorvida, que existirá em toda a faixa do conteúdo de umidade, e na água capilar, que vai aparecer quando o grau de saturação de água, S , excede o limite superior da região hidrocópica que é o ponto máximo de saturação do sólido, S_{sp} , (ou seja, abaixo do S_{sp} apenas vai existir água fisicamente adsorvida) (GAWIN; PESAVENTO; SCHREFLER, 2014). Por outro lado, acima da T_{cr} , a fase líquida consistirá apenas em água adsorvida. Em toda a faixa de temperatura, a fase gasosa será uma mistura de ar seco e vapor de água (constituente condensável quando $T < T_{cr}$) (GAWIN; PESAVENTO; SCHREFLER, 2002). Uma forma prática de chamar o conjunto que forma a água líquida livre e o vapor livre é simplesmente de umidade.

A Figura 25 mostra o detalhe de uma camada hipotética de água adsorvida que no lado direito encontra-se presa e com transição para o poro capilar do lado esquerdo; aqui, π'_a é a pressão total de espalhamento da camada de livre adsorção, π'_d é a pressão total de espalhamento da camada de água adsorvida que se encontra presa, P_d é a pressão de separação, P_f é a pressão do momento quando o nano poro é preenchido com água, r é o raio do menisco capilar, δ_a é a espessura da camada adsorvida livre e l_d é a espessura da camada adsorvida que se encontra presa.

Figura 25 - Esboço idealizado de uma camada de água adsorvida.

Fonte: Adaptação do original de (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

3.3 Pressão de saturação do vapor

Acima do ponto triplo do diagrama de equilíbrio de fase da água, veja Figura 28, a água encontra-se constantemente intercambiando moléculas com diferente concentração de energia, liberando em forma de vapor as moléculas com maior vibração e mantendo na agrupação líquida as com menor energia. Quando a água (ou qualquer outra substância em estado líquido) é aquecida, incrementa a liberação dessas moléculas, ou seja, aumenta sua evaporação. Por outro lado, ao esfriar a massa do vapor, as moléculas perdem energia, condensam e voltam para o estado líquido. Essas transições entre as duas fases, condensação e evaporação são acompanhadas pela evolução/consumo da entalpia de transição e por uma alteração na entropia do material.

3.3.1 Pressão do vapor

É a pressão de um vapor em contato com a fase líquida de qualquer substância. Sempre existe alguma quantidade de vapor acima da superfície da água líquida. E esse vapor sempre exerce uma pressão sobre essa superfície. Quando um recipiente está aberto, haverá uma fuga de moléculas de vapor, veja Figura 26 (1), o número de moléculas que escapam é maior que o número de moléculas que retornam à fase líquida. Nessa situação, a pressão do vapor é baixa e longe da saturação. Por outro lado, quando o recipiente é fechado (ou semifechado como num meio poroso), não há vazamento e a pressão do vapor acima da superfície pode aumentar (a concentração de moléculas aumenta) e, portanto, o

número de moléculas que retornam também aumenta; como mostra a Figura 26 (2). Em algum momento no tempo, com uma temperatura constante, a quantidade de moléculas que escapam do líquido e que voltam se torna igual; como mostra a Figura 26 (3), tal situação é nomeada de equilíbrio dinâmico. Neste momento, afirma-se que a pressão do vapor de água sobre a água líquida está saturada.

A Figura 26 ilustra que em um recipiente aberto (1) quando o gás está subsaturado, o número de moléculas em evaporação (seta maior) é maior que o número de moléculas que retornam da fase gasosa (seta menor), neste caso, o vapor de água é insaturado. Quando o recipiente está fechado (2), o número de moléculas retornadas aumenta. Após algum tempo, quando é atingido o equilíbrio dinâmico entre as moléculas de escape e de retorno, a pressão do vapor de água fica saturada (3). A pressão do vapor de água saturada é função da temperatura somente e é independente da presença de outros gases.

Figura 26 - Evaporação e condensação de água em recipiente aberto e fechado.

Fonte: (HELSINKI UNIVERSITY, 2006).

3.3.2 Umidade do ar

A quantidade de vapor que é contida no ar pode ser expressa de várias formas:

- a) umidade específica: Massa de vapor de água na unidade de massa de ar úmido, representada pela Equação (1):

$$\frac{m_{H_2O}}{m_{air}} \quad (1)$$

- b) umidade absoluta: Massa de vapor de água por unidade de volume de ar úmido kg/m^3 .

- c) umidade relativa (h): razão entre a pressão do vapor P_v e a pressão do vapor de água saturada nessa temperatura $P_s(T)$ multiplicada por 100%, Equação (2).

$$h = \frac{P_v}{P_s(T)} \times 100\% \quad (2)$$

Onde $P_s(T)$ é a pressão de saturação do vapor numa temperatura específica.

d) relação de saturação, S , que é a relação, mostrada na Equação (3):

$$S = \frac{P_v}{P_s(T)} \quad (3)$$

Nas definições 3 e 4, vê-se que $h = S \times 100\%$, ou seja, seus significados físicos são praticamente os mesmos.

e) supersaturação, ocorre quando $S - 1 > 0$.

f) ponto de condensação da água (*Dew Point*): é a temperatura na qual a umidade relativa do ar de refrigeração se torna 100%.

Quando um volume de ar quente e úmido é misturado com um volume de ar frio e seco, a pressão de vapor P_v e a temperatura do volume resultante da mistura podem ser representados como uma combinação linear de seus valores iniciais. Como a pressão de vapor de água de saturação $P_s(T)$ varia exponencialmente com a temperatura, o ar misturado pode ter umidade acima de 100%, embora as parcelas iniciais estejam subsaturadas. Veja a Figura 27 que mostra quando duas parcelas de ar, N (úmido e quente) e S (seco e frio), são misturadas, a chamada nuvem de mistura é formada na região NL, onde a pressão do vapor de água está acima da curva de saturação. Quando duas parcelas de ar S e N' são misturadas, não há nuvens de mistura, como resultado, uma nuvem de mistura é formada. Isso explica a nuvem de neblina que é formada quando se respira ar frio. O ar expirado pelo corpo pode atingir valores de h de até 200%.

Figura 27 – Comportamento da sobressaturação.

Fonte: Adaptado de (HELSINKI UNIVERSITY, 2006).

3.3.3 Umidade relativa no meio poroso

No espaço do poro, o conteúdo de água evaporável está intimamente relacionado à umidade relativa do vapor de água h que é definida como a pressão parcial do vapor de água no poro, P_v , dividida pela pressão de saturação do vapor $P_s(T)$, veja a Equação (2).

De forma geral, h varia ao longo da estrutura de um corpo de prova e será utilizada para determinar a pressão no poro $P = P_v$ que é a incógnita primária no sistema de equações que descreve o transporte de umidade e energia do modelo matemático.

Não se deve confundir com a umidade relativa do meio ambiente, h_{env} , que é derivada da pressão parcial do vapor de água no ar próximo à superfície do corpo de prova em estudo e que é utilizada somente para definir valores nas condições de contorno para a solução do modelo. Acredita-se que o conteúdo de água capilar (líquida) é dominante quando $h > 0,85$ e quase desaparece com $h = 0,50$ (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

Considera-se que após a preparação do concreto, ele fica completamente saturado, com uma umidade relativa do poro de $h = 100\%$ ($S = 1$). Se a superfície do corpo de prova de concreto é exposta ao ambiente, que normalmente se encontra com menor umidade (a não ser que o concreto esteja mergulhado em água), a umidade migra dos poros do concreto em direção ao meio ambiente e o conteúdo total de água no concreto diminui.

Na temperatura ambiente, o processo de secagem do concreto é muito devagar, devido à extremamente baixa permeabilidade do concreto. Por exemplo, um bloco como o corpo de prova utilizado nos ensaios de secagem com 120 mm de espessura, exposto a um ambiente com umidade relativa de 50% poderia levar até 10 anos para secar ou atingir o equilíbrio com a umidade do meio ambiente.

3.3.4 Modelo para cálculo de $P_s(T)$

O cálculo acurado da pressão de vapor é importante. É necessário gerar uma boa curva de pressão de vapor que seja útil para a estimativa de propriedades termofísicas do sistema como a pressão de vapor no poro P .

A função utilizada para a determinação da curva de pressão de vapor deve ser monotonicamente crescente, de forma estrita. A curva existe entre o ponto triplo e o ponto crítico da água, onde é possível um equilíbrio vapor-líquido. A Figura 28 mostra o diagrama termodinâmico P - T das fases da água, onde se pode observar a curva de vaporização-condensação entre o ponto triplo, e o ponto crítico da água.

Figura 28 - Diagrama de fases da água.

Fonte: Adaptado de BC Open Textbooks⁸.

Os valores da pressão de saturação de vapor, em função da temperatura $P_s(T)$, podem ser encontrados em tabelas de vapor ou em documentos técnicos como o Heat Atlas (VDI-GVC, 2010). Porém, existem vários modelos para representar a relação P - T da água e seu comportamento, como a equação de Clapeyron que considera as mudanças de entropia e entalpia, ou ajustes polinomiais como propostos por (FLATAU; WALKO; COTTON, 1992). Para finalidades práticas de cálculo, a fórmula de Antoine, mostrada na Equação (4) fornece uma boa aproximação:

$$P_s(T) = P_{amb} e^{\left(\frac{11,9515(T-373,15)}{T-39,724}\right)} \quad (4)$$

Onde, P_s é a pressão de saturação do vapor kPa, que é função da temperatura T em Kelvin, K; a pressão atmosférica P_{amb} é o padrão ao nível do mar com valor de 101,33 kPa (ANTOINE, 1888).

Neste trabalho de tese, a Equação (4) foi muito exata na faixa entre 0 e 100°C. Para obter boa exatidão em cálculos com temperaturas acima desse ponto, os coeficientes foram substituídos conforme a Equação (5):

$$P_s(T) = P_{amb} e^{\left(\frac{12,1074(T-373,15)}{T-28,665}\right)} \quad (5)$$

⁸ BCAMPUS. **Chemistry**: 10.4 Phase diagrams. Disponível em:

<https://opentextbc.ca/chemistry/chapter/10-4-phase-diagrams>. Acesso em: 20 out. 2017.

Nota: Os eixos não estão em escala para poder mostrar a trajetória entre o ponto triplo e o ponto crítico.

A Figura 29 mostra a curva de equilíbrio da pressão de saturação de vapor na água, calculada com a Equação (4) para temperaturas de 0 a 99°C e a Equação (5) para temperaturas de 100 a 374°C. Na temperatura ambiente $T = 20^\circ\text{C}$ (293,15 K), a pressão de saturação de vapor têm um valor $P_s(293,15) = 2,33 \text{ kPa}$ que é somente o 2,3% da pressão atmosférica. Porém, para temperaturas acima de $T = 300^\circ\text{C}$ (573,15 K), a pressão de saturação da água excede os $P_s(573,15) = 8 \text{ MPa}$. Observe-se que na temperatura de ebulição $T = 100^\circ\text{C}$, se cumpre em $P_s(373,15) = 101,33 \text{ kPa}$. Para temperaturas acima do ponto crítico $T_{cr} = 374^\circ\text{C}$ (647 K) a substância passa a ser um gás.

O gráfico da Figura 29 mostra que acima de $T = 250^\circ\text{C}$ são atingidos valores de pressão maiores de 40 bar, começando a superar valores típicos de resistência à ruptura sob tração para diferentes tipos de concreto.

Figura 29 - Curva de pressão de saturação e região de resistência à tração do concreto.

Fonte: Adaptado de (HEIJDEN, 2011).

3.4 Isotermas de sorção

O concreto refratário é um sólido higroscópico poroso, seu conteúdo de umidade livre é a massa de água evaporável por unidade de volume de concreto, nomeada como W em kg/m^3 ; por outro lado, o conteúdo de água não evaporável é a água ligada quimicamente que se encontra entre as camadas dos hidratos de CSH cristalizados, nomeado como W_d . Ambos os tipos de água variam no tempo.

Inicialmente seus valores são: $W(0) = W_T$, e $W_d(0) = 0$, onde W_T é o conteúdo inicial de água utilizada na preparação da mistura. A soma $W_T = W + W_d$ é o conteúdo total

de água, que diminui quando acontece a secagem. Se o corpo de prova for selado, W_t permaneceria constante. Assume-se que todas as fases da água que se encontram dentro de um poro de concreto estão em equilíbrio termodinâmico em todo momento (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

A existência de água evaporável nos poros, que no caso do concreto é a água livre e a água adsorvida, é função da umidade relativa do ambiente numa temperatura determinada. Essa função é uma característica geral dos materiais úmidos. A relação entre o conteúdo de água evaporável W , e a umidade relativa h em equilíbrio, em uma temperatura constante é conhecida como a isoterma de dessorção (quando o material está se secando) ou isoterma de adsorção (quando o material está se umedecendo).

Após a vaporização da umidade superficial de um sólido higroscópico poroso, o estado funicular e o estado pendular serão compostos por água não ligada (PACHECO, 1995). Uma vez removida a água livre ainda existe água quimicamente ligada que será removida pela difusão das moléculas de vapor através do sólido durante a desidratação e decomposição do C_3AH_6 em $250^\circ C$, do CH em $400^\circ C$, e do $C_3AH_{1,5}$ em $550^\circ C$.

Como exemplo para análise, a Figura 30 mostra um gráfico da trajetória de uma isoterma de adsorção de um concreto refratário, obtida de dados experimentais (FEY, 2015). Neste gráfico, o teor de água é expresso como saturação S . Quando $S = 0$, não haverá água no interior dos poros. Com $S = 1$, os poros estão completamente cheios de água. A curva mostra a relação de equilíbrio entre a saturação de água S (conteúdo de água ou umidade dentro do material) e a umidade relativa h do meio ambiente onde se encontra.

Figura 30 - Trajetória medida de uma isoterma de sorção de um concreto refratário.

Fonte: Adaptado de (FEY, 2015).

Na curva pode ser reconhecida uma função escalonada, encontrando primeiro uma região logarítmica na faixa de umidade relativa entre $h = 0$ a 20%, que no poro pode representar a região de sorção onde se encontra uma simples camada molecular de água; posteriormente uma região linear na faixa com $h = 20$ a 60% que representa a ocupação multi molecular de água nas paredes do poro; depois uma região exponencial com $h = 60$ a 95% que representa a condensação da água capilar e a última região que é uma interpolação linear entre a umidade $h = 95\%$ até a saturação completa $S = 1$ (FEY, 2015).

Por outro lado, a isoterma de dessorção irá descrever o conteúdo de água W como função da umidade relativa h na condição específica de perda de água ou de secagem. As isotermas de adsorção e de dessorção exibem histerese pronunciada, como pode ser observado no gráfico da Figura 31 para um concreto com $w/c=0,43$. Se forem realizados diferentes ciclos, o espaço de separação entre as curvas que formam a histerese continuará se apresentando com pouca diferença nas trajetórias das curvas. As curvas de dessorção normalmente aparecem acima das curvas de adsorção.

Figura 31 - Isotermas de dessorção e adsorção de vapor de água; medidos a 23°C.

Fonte: Adaptado de (BOUNY, 2007).

A Figura 31 mostra as isotermas de vários ciclos de dessorção e adsorção a 23°C, conforme os dados reportados de um concreto após um ano de cura isolada, a partir da umidade relativa $h = 100\%$ e com diferentes condições de umidade relativa baixa como mostram as linhas com diferentes cores no gráfico (BOUNY, 2007). A isoterma de adsorção

nº 1 com h de 3% a 100% mostra uma curva com comportamento similar ao da Figura 30. Nesses gráficos pode se observar que as isotermas de dessorção se aproximam ao comportamento de uma linha reta, com exceção dos extremos (BAZANT; JIRÁSEK, 2018); veja no gráfico da Figura 32 a dessorção nº 1 isolada, na faixa entre $h=30$ e $h=100\%$.

Figura 32 - Aproximação linear de uma isoterma de dessorção.

Fonte: Adaptado de (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

Diferentes composições de concretos irão apresentar diferentes curvas de isotermas. Na determinação de um modelo para a secagem do concreto, o conteúdo de água W está diretamente relacionado à umidade h na função que descreve a isoterma de dessorção.

Na literatura há diferentes modelos matemáticos propostos para determinar uma função que consiga prognosticar as isotermas de sorção. Uma lista pode ser consultada em Bazant e Jirásek (2018, p. 817). Os modelos normalmente contêm vários parâmetros que precisam ser determinados com testes ou ensaio experimentais.

Dentre diferentes exemplos de isotermas, as curvas de dessorção com baixa temperatura normalmente mostram uma relação linear e, para aplicações práticas, consideram essa aproximação aceitável para concretos maduros com baixo conteúdo de água e baixa porosidade (BAZANT; JIRÁSEK, 2018). Deve-se esclarecer que o ideal seria prognosticar o comportamento do concreto e avaliar as propriedades de transporte com dados de experimentos das isotermas de sorção do concreto específico, considerando sua composição, porosidade e permeabilidade (BOUNY, 2007).

3.4.1 Histerese da sorção por falta de unicidade dos meniscos

Para tentar explicar a dificuldade para obter leituras experimentais de pressão de vapor dos poros na massa interna do concreto e a histerese nas isotermas de sorção, Bazant e Jirásek (2018) apresentam no seu trabalho uma série de conceitos explicados a seguir.

Para umidade relativa dos poros $h \geq 0,5$, os poros contêm: 1) o vapor (de massa desprezível), 2) a água líquida (ou capilar) e 3) a água adsorvida (livre ou presa). Com $h < 0,75$ domina a água adsorvida. Para $h < 0,5$, os poros praticamente não contêm água líquida, porque a tensão capilar seria próxima da resistência à tração em nanoescala da água e também porque o raio dos meniscos capilares não seria muito maior que o tamanho de algumas moléculas de água; (THOMSON, 1871).

Foi mencionado previamente e mostrado na Figura 31, agora também na Figura 33. que as isotermas de dessorção ficam significativamente acima das isotermas de adsorção.

Figura 33 - Irreversibilidade das isotermas de dessorção e adsorção.

Fonte Original de (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

Para umidades dos poros $h > 0,75$, onde a água capilar domina, essa histerese pode ser explicada pelas geometrias dos poros, como mostram os esquemas hipotéticos das Figura 34 e Figura 35 onde podem ser observadas diferentes formas de equilíbrio em meniscos capilares entre água líquida (tracejada) e vapor (pontilhado) (BAZANT; JIRÁSEK, 2018). Por exemplo, as configurações A (vazia) e B (preenchida) da Figura 34 (a) que mostra meniscos convexos para $h < 1$, podem existir numa mesma condição de umidade h . A Figura 35 (a) e (b) com vários graus de preenchimento de poro (em 2-D) para a mesma pressão de vapor, mostra o chamado efeito gargalo de garrafa que permite que um poro grande fique cheio ou vazio com uma mesma h (BRUNAUER; EMMETT; TELLER, 1938; COHAN, 1938).

A Figura 34 (b) menisco anticlástico com $r > 0$ em $h < 1$, (c) com $r = 0$ em $h = 1$ e (d) com $r < 0$ em $h > 1$, mostra a evolução de uma superfície anticlástica (superfície com formato de sela de cavalo) de um menisco capilar entre duas partículas esféricas. Para o menisco mostrado na Figura 34 (b), a curvatura côncava $1/r_1$ é menor em magnitude do que a curvatura convexa $1/r_2$ (o raio da curvatura é considerado positivo e o arco convexo, se o centro da curvatura estiver no vapor).

Num estudo experimental, foram observadas formas de ciclohexano do menisco na periferia de pontes líquidas, presas entre duas superfícies de mica cilíndricas cruzadas, confirmando a validade da Equação de Kelvin para raios médios de curvatura entre 4 e 19 nm (FISHER; ISRAELACHVILI, 1979).

Com o desaparecimento da pressão capilar, o menisco deve ter uma curvatura média zero, $1/r = 0$ (BAZANT; JIRÁSEK, 2018). Porém, essa condição não significa que a interface vapor-líquido seja plana. Como mostra a Figura 34 (c) com $r = 0$ em $h = 1$, o menisco pode ser uma superfície anticlástica, onde os principais raios de curvatura, r_1 e r_2 , têm a mesma magnitude, mas com sinais opostos. Outra geometria anticlástica do menisco, representada na Figura 34 (d) com $r < 0$ em $h > 1$, mostra que o vapor supersaturado pode estar presente quando a curvatura côncava $1/r_1$ do menisco entre duas partículas esféricas é maior em magnitude do que sua curvatura convexa $1/r_2$.

Figura 34 - Diferentes formas de equilíbrio em meniscos capilares.

Fonte: (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

Um comportamento semelhante ao efeito do gargalo da garrafa da Figura 35 (a) e Figura 35 (b), pode explicar a não singularidade e a histerese observadas com baixas umidades nos poros, nas quais apenas as camadas de água adsorvida estão presentes. Tais fenômenos estão incluídos no conceito de condensação molecular proposto por Bazant e Jirásek (2018) na sua explicação da histerese devida à instabilidade de encaixe no

preenchimento de nanoporos. Esse conceito também descreve outros fenômenos que desempenham um papel na histerese nos nanoporos. As Figura 35 (c) e (d) mostram um poro (em 2-D) onde seu preenchimento com líquido aumenta o diminui independentemente do incremento da umidade h .

Figura 35 - Exemplos hipotéticos de vários graus de preenchimento de poros (em 2-D).

Fonte: (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

À medida que h diminui, o sistema de água nos poros tenta se acomodar para que a perda de água seja minimizada. Assim, a isoterma de dessorção corresponde ao volume máximo possível de água dos poros para uma dada curvatura média $1/r$ do menisco, conforme Figura 33 (BAZANT; JIRÁSEK, 2018). Por outro lado, à medida que h é aumentada, o sistema de água porosa tenta se acomodar de modo a alcançar a entrada mínima de água e, portanto, a isoterma de sorção corresponde ao volume mínimo possível de água porosa para uma dada curvatura média $1/r$ do menisco.

Quando a dessorção é revertida para reabsorção, caminho A – B na Figura 33, novamente é seguida a ingestão mínima de água possível para uma determinada diminuição da curvatura média $1/r$, e o inverso ocorre quando a absorção é revertida em dessorção, C – D na Figura 33. Com diferentes temperaturas acontecem fenômenos semelhantes, porque as mudanças de temperatura também causam alterações na curvatura do menisco.

A possibilidade de poros não preenchidos na supersaturação, $P_v > P_s(T)$, indica que:

- a) a primeira isoterma de sorção para P_v , aumentando acima de $P_s(T)$ deve ter uma inclinação muito maior do que a inclinação teórica para poros completamente cheios;
- b) as isotermas não podem ser únicas, mesmo na supersaturação, e deve existir a histerese como representado no caminho E – F na Figura 33;
- c) a inclinação da isoterma deve ser contínua através de $h = 1$.

A grande dificuldade para a medição de pressão interna dos poros em amostras de concreto aquecidas ou submetidas à tensão hidráulica são exemplos evidentes destes conceitos.

3.4.2 Equação do estado da água nos poros

Em qualquer coordenada, dentro de um volume de massa de qualquer concreto recentemente curado, sem secar, existirá umidade dentro dos microporos na fase líquida e vapor, podendo assumir que estão em equilíbrio termodinâmico. Abaixo do ponto crítico da água (374,15°C) é possível detectar quando o concreto se encontra saturado ou não saturado; acima dessa temperatura não é possível, pois a fase líquida já não existirá mais para nenhuma pressão. É necessário estudar por separado o comportamento teórico da água dentro do concreto não saturado, diferentemente do concreto saturado.

3.4.2.1 Concreto não saturado de água

Quando o concreto não está saturado de água, temos que a umidade relativa do poro $h < 1$, ou seja, que a pressão parcial do vapor de água no poro é menor que o valor da pressão de saturação de vapor na temperatura específica, ou seja, $P_v \leq P_s(T)$.

Para obter uma equação simplificada de pressão em função do conteúdo de água $P_v(W)$, Bazant e Thonguthai (1978) assumiram como invariável a geometria dos poros e como insignificante a quantidade de água adsorvida.

Para calcular a pressão da água capilar (líquida) P_c , consideraram um processo de diminuição da pressão de vapor no poro P_v a uma temperatura constante T . Para manter o equilíbrio termodinâmico durante esse processo é necessário que os incrementos da energia livre de Gibbs $d\mu$ por unidade de massa (ou potencial químico) da água capilar (líquida) e do vapor sejam iguais, isto porque em equilíbrio de fase uma certa massa de água pode

vaporizar ou condensar livremente sem perda ou ganho de energia, conforme mostrado na Equação (6):

$$d\mu = v_w dP_c = v_v dP_v \quad (6)$$

Onde: $v_w = \frac{1}{\rho_w}$ e $v_v = \frac{1}{\rho_v}$ são os volumes específicos do líquido e do vapor, e, ρ_w e ρ_v são as densidades da água líquida e do vapor.

Para o vapor de água pode ser utilizada a equação dos gases ideais, Equação (7):

$$P_v v_v = \frac{R T}{M} \quad (7)$$

Onde: R = constante universal dos gases J/mol K; M = Massa molecular da água, T = Temperatura absoluta K.

Substituindo, temos a Equação (8):

$$v_v = \frac{R T}{M P_v} \quad (8)$$

A condição de equilíbrio termodinâmico pode ser representada pela Equação (9):

$$d\mu = \frac{dP_c}{\rho_w} = \frac{R T}{M} \frac{dP_v}{P_v} \quad (9)$$

Considerando que ρ_w é aproximadamente constante, e integrando com a condição inicial $P_v = P_s(T)$ = pressão de saturação de vapor em $P_c = 0$, obtém-se a Equação (10) de Kelvin:

$$dP_c = \frac{\rho_w R T}{M} \ln h \quad (10)$$

Com $h = P/P_s(T)$, onde h = umidade relativa do poro.

De acordo com Bazant e Kaplan (1996) o equilíbrio da pressão de vapor com as tensões superficiais nos meniscos capilares (com raio de curvatura principal r_1 e r_2) precisa que $P_v = 2\gamma(T)/r$ (Equação de Young-Laplace), onde $r^{-1} = r_1^{-1} + r_2^{-1}$ = curvatura total do menisco e $\gamma = \gamma(T)$ é a tensão superficial da água. Substituindo na Equação (10) de Kelvin obtém-se Equação (11) que é a relação da teoria da capilaridade:

$$\ln \frac{P}{P_s(T)} = \frac{2M}{R} \frac{1}{r} \frac{\gamma(T)}{\rho_w T} \quad (11)$$

Considerando que a temperatura é modificada enquanto a quantidade de água W no poro é constante e supondo a simplificação de que não há mudanças na geometria do poro, então r deve-se manter aproximadamente constante (desprezando a possibilidade de não singularidade como a provável existência de diferentes formas de meniscos com mesmo r). Dessa forma, colocando as duas expressões passadas para P_c igual, conclui-se que $(\rho_w \hat{T} / \gamma) \ln h = \text{constante}$ (BAZANT, 1975).

Definindo $m = (\rho_w \hat{T}_0 / \gamma_0) / (\rho_w \hat{T} / \gamma)$ onde o índice 0 denota os valores na temperatura de referência 25°C, conclui-se da Equação 13 que se W é constante então, $(\ln n) / m = \text{constante}$, ou que $(h)^{1/m} = \text{constante}$ (BAZANT, 1975).

Por dados experimentais de vários autores para pastas de cimento densas a 25°C têm sido empiricamente estabelecido que $W/W_s \approx h$, onde W_s = conteúdo de água na saturação do poro (BAZANT; KAPLAN, 1996). Combinando isso com $(h)^{1/m} = \text{constante}$, obtém-se a Equação (12):

$$\frac{W}{W_s} = [h]^{\frac{1}{m}} = \left[\frac{P}{P_s(T)} \right]^{\frac{1}{m}} \quad (12)$$

Para temperaturas variáveis. Onde, $P_s(T)$ é obtido da Equação de Antoine, e o expoente m foi relacionado à dependência da tensão superficial na temperatura, que é descrita empiricamente pela Equação (13):

$$\gamma = \gamma(T) = B \left[\frac{\hat{T}_c - \hat{T}}{\hat{T}_c} \right]^u \left[1 + \frac{b(\hat{T}_c - \hat{T})}{\hat{T}_c} \right] \quad (13)$$

Onde $\hat{T}_c = 647,15$ K é o ponto crítico de água, $B = 258000$ N/m, $b = -0,625$, e $u = 1,256$ (BAZANT; KAPLAN, 1996). Reconhecendo, contudo, que essas expressões para m e W/W_s não foram suficientes para atingir encaixes satisfatórios com dados experimentais. Porém, a resposta foi qualitativamente razoável. As pressões P calculadas ficaram com valores muito altos, o que indicaria que a água sairia do corpo de prova aquecido muito rapidamente. Além disso, para o ponto crítico da água, a última equação retorna $m=0$. O que implicaria, incorretamente, que não poderia haver água evaporável acima de 374,15°C.

Em vista das simplificações adotadas, essas discrepâncias podem ser esperadas. De fato, uma diferente dependência na temperatura poderia ser teoricamente derivada, se for assumido que toda a água do poro consiste na água adsorvida não presa, descrita na teoria de adsorção de Brunauer-Emmett-Teller (1938).

Através de encaixe de dados experimentais de England e Ross (1970) e de Zhukov e Shevchenko (1974) considera-se a função semi empírica de Bazant e Kaplan (1996), mostrada na Equação (14), como aceitável para obter o conteúdo de água de saturação W em função da umidade h e da temperatura T :

$$W(h, T) = W_c \left(\frac{W_0}{W_c} h \right)^{\frac{1}{m(T)}} \quad \text{Para } h \leq 0,96 \quad (14)$$

Onde, $h = \frac{P}{P_s(T)}$, W_c = Massa de cimento anídrico por unidade de volume kg/m^3 e, W_0 é o conteúdo de água de saturação a 25°C por metro cúbico de concreto kg/m^3 .

O valor W_0/W_c é similar à relação água cimento w/c determinada nas especificações para a preparação da mistura do concreto. Observa-se que a Equação (14) indica que em maiores temperaturas, o estado de saturação é atingido com menor conteúdo de água.

Para obter $m(T)$ é usada a seguinte expressão empírica, Equação (15):

$$m(T) = 1,04 - \frac{T'}{22,34 + T'} \quad (15)$$

Onde:

$$T' = \left(\frac{T + 10}{T_0 + 10} \right)^2 \quad (16)$$

Agrupando e simplificando, o coeficiente dependente da temperatura $m(T)$ fica definido como mostrado na Equação (17) (GONG; MUJUMDAR, 1996):

$$m(T) = 1,04 - \frac{(T + 10)^2}{(T + 10)^2 + 22,3(T_0 + 10)^2} \quad (17)$$

Com a temperatura T em $^\circ\text{C}$ e T_0 = temperatura ambiente inicial em $^\circ\text{C}$.

Então, embora com uma derivação teórica que pode ser utilizada como uma guia aproximada, uma função e potência de h com um expoente m dependente da temperatura pode ser apropriada; contudo, a função $m(T)$ deve ser empiricamente corrigida.

3.5 Isotermas em altas temperaturas

O modelo de isotermas utilizado neste trabalho de tese considera simplificações importantes, porém é extremamente útil para o entendimento do fenômeno e acessível para empreender testes numéricos; está baseado na hipótese de que dentro dos poros, as fases de vapor e líquidas da água encontram-se em equilíbrio termodinâmico; Bazant e Thonguthai (1978), e posteriormente Gong e Mujumdar (1996) reportaram coerência aceitável com dados experimentais. Para trabalhos futuros será indicada a tentativa de explorar maiores alternativas de modelos disponíveis na literatura ou desenvolver um modelo próprio.

Um importante componente deste modelo matemático é a função $W(h,T)$ que descreve o conteúdo de água evaporável W , com a umidade relativa h , e a temperatura T , fornecendo o gráfico de W como função de h e T , relacionado à isoterma de dessorção que considera os processos de perda de água numa temperatura fixa.

Como já foi dito, o ideal seria deduzir as isotermas a partir da morfologia dos poros do concreto específico e das propriedades termodinâmicas conhecidas da água, como as reportadas no Heat Atlas (VDI-GVC, 2010). Porém, a complexidade dos sistemas porosos e especialmente a atividade da água absorvida e adsorvida nos nanoporos do cimento na hidratação são limitantes. Por esses motivos, até a atualidade, nos esforços para a formulação matemática das isotermas ainda são utilizadas considerações semi empíricas.

Nos gráficos das Figura 30, Figura 31, Figura 32 e Figura 33 pode-se observar como as isotermas de dessorção apresentam mudanças abruptas, principalmente nos extremos, pela transição entre a região insaturada e a região de saturação. Na hora da modelagem matemática esses passos acarretam complicações computacionais.

No caso da secagem de concreto, para definir as isotermas de dessorção, diversos autores especializados têm proposto funções de aproximação, normalmente escalonadas pelas regiões que apresentam mudanças abruptas. Por exemplo, Bazant e Thonguthai (1978) se basearam em considerações termodinâmicas para propor a função de potência para a região abaixo do ponto de saturação $h \leq 1,96$ apresentada nas Equações (14) e (17).

Na Equação (15), nota-se que com $T = 24^\circ\text{C}$ (297 K) o recíproco $1/m(T) = 1$; e com $T = 180^\circ\text{C}$ (453K) o recíproco $1/m(T) = 2,12$. Observa-se no gráfico da Figura 36 que na temperatura ambiente de 20°C , a isoterma de dessorção tem um comportamento praticamente linear nos valores onde $0 < h < 0,96$. Conforme a temperatura vai aumentando, a função $m(T)$ tem uma tendência a decrescer e, portanto, seu recíproco aumenta de valor, fazendo com que as isotermas adquiram uma curvatura convexa.

Figura 36 - Isotermas de dessorção de $h = 0$ até $h = 0,96$

Fonte: Curvas calculadas pelo próprio autor, conforme modelo de (BAZANT; THONGUTHAI, 1978).

3.5.1 Transição da saturação

A seguinte transição entre a região insaturada e a região de saturação mostra a mudança mais abrupta, que é justificada por Bazant e Jirásek (2018) pela existência das superfícies anticlásticas de meniscos capilares. Provavelmente são desenvolvidas pressões acima da pressão de saturação nos poros pequenos antes de atingir a pressão de saturação nos poros maiores, devido à ampla variedade na distribuição de tamanhos de poros no concreto, e ao lento intercâmbio de água entre os poros pequenos e os maiores.

Bazant e Kaplan (1996) e posteriormente, Bazant e Jirasek (2018) indicaram de modo veemente não fazer uma transição imediata, ou seja, um salto, quebra ou elevação abrupta na curva, porque causa dificuldades computacionais por disparidade na convergência de iterações nos passos de tempo individuais. Além disso, afirmaram que se deve perceber que a medição das pressões do poro próximas à saturação é pouco confiável e pobremente reproduzível (BAZANT; KAPLAN, 1996).

Por todos esses motivos, recomendaram para sua aproximação considerar uma região de transição empírica e utilizar uma função linear na faixa das umidades relativas que vai entre $0,96 < h < 1,04$ numa mesma temperatura T . A Figura 36 mostra um conjunto de isotermas de sorção para diferentes temperaturas, desde a temperatura ambiente $T = 20^\circ\text{C}$ até uma temperatura próxima ao ponto crítico da água, de acordo com a versão do modelo simplificado de (BAZANT; THONGUTHAI, 1978), onde pode ser observada essa transição com linhas retas com uma pequena inclinação.

3.5.2 Região de saturação

Para definir as isotermas de dessorção da região acima do ponto de saturação do concreto, quando a umidade do concreto $h \geq 1,04$, há várias opções de modelos propostos por diferentes autores. Neste trabalho de tese está sendo considerado o modelo tradicional proposto por Bazant e Thonguthai (1978), revisado por Bazant e Jirásek (2018); com intuito de obter entendimento dos fundamentos básicos e pela atual disponibilidade limitada de recursos de tempo e de equipamentos de computação. A consideração e o desenvolvimento de modelos mais sofisticados são indicados para trabalhos futuros.

Se for tomada a porosidade n como o volume disponível para a água livre e calcular a pressão de vapor do concreto saturado de forma direta com a equação de Antoine; ou utilizando as tabelas termodinâmicas de vapor para um concreto que está completamente saturado a 25°C e depois é aquecido acima de 100°C, daria como resultado enormes pressões de vapor no poro, com várias ordens de magnitude acima do que poderia ser mensurado (BAZANT; THONGUTHAI, 1978). Por exemplo, assumindo que não aconteçam mudanças na porosidade com 100°C, a pressão de vapor no poro estaria por volta das 1000 atm (1×10^5 kPa); mesmo considerando que o espaço nos poros aumenta devido à expansão elástica resultante da pressão de vapor exercida neles. E se a porosidade incrementa em 2% com 130°C, a pressão de vapor no poro superaria as 1000 atm (1×10^5 kPa); já em 300°C incrementaria acima de 10000 atm (1×10^6 kPa), o que estaria longe de valores de pressão razoáveis.

Na opinião de Bazant e Thonguthai (1978), uma das contribuições mais importantes desse trabalho é a explicação de que possivelmente o espaço do poro disponível para a água livre capilar, que seria aproximadamente de 70 a 80% de W , representando a parte da água onde poderia ser aplicada a equação de Antoine ou as tabelas de vapor (ou seja, excluindo a água quimicamente ligada), é incrementado consideravelmente com a temperatura, ou com a pressão.

O aumento no espaço de poro disponível é parcialmente devido a um aumento do espaço total de poro. Porém, mais significativamente, é devido a uma diminuição da porção de água adsorvida no conteúdo total de água. Tal explicação é completamente razoável e necessária se for observada a microestrutura mais de perto (BAZANT; KAPLAN, 1996). Eles suportaram sua hipótese, afirmando que em estudos de isotermas de sorção a temperatura ambiente de Powers e Brownyard (1948) e depois de Winslow e Diamond (1974) foi demonstrado que a superfície interna medida nos poros, varia muito

durante a secagem e remolhado e que o mesmo pode ser esperado com $P > P_s(T)$ em altas temperaturas.

Em termos matemáticos, Bazant e Thonguthai (1978) afirmaram que as propriedades termodinâmicas da água podem ser consideradas em termos do volume específico V em m^3 da água em função da temperatura T e da pressão P . Ou seja, $V = V(T, P)$ e propuseram que o efeito da mudança na porosidade e a expansão elástica do volume podem ser explicados pela expressão da Equação(18).

$$W(h, t) = (1 + \varepsilon_V) \frac{n_p}{v} \quad (18)$$

Para quando $h = \frac{P}{P_s(T)} \geq 1,04$.

Que também pode ser expresso como a Equação (19):

$$W(h, t) = (1 + \varepsilon_V) \rho_l(h, T) n_p(h, T) \quad (19)$$

Onde, $\varepsilon_V = \varepsilon_x + \varepsilon_y + \varepsilon_z$ é a mudança relativa de volume, ou seja, ε_V =deformação volumétrica do concreto devido à tensão resultante pela pressão no poro, $\sigma_V = n_p * P$; então, temos a Equação (20):

$$d\varepsilon_V = \frac{d\alpha_V}{3E} + \alpha dT \quad (20)$$

Onde E é o modulo de elasticidade e α_V é o coeficiente de expansão linear do concreto, tipicamente $\alpha_V = 5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$; n_p é a porosidade disponível para a água e ρ_l é a massa específica da água líquida.

A porosidade é incrementada com a temperatura e esse fato pode ser explicado pela desidratação parcial, ou seja, pela liberação de algumas moléculas de água que estavam quimicamente ligadas na temperatura ambiente (FISCHER, 1970; HARMATHY; ALLEN, 1973; BAZANT; THONGUTHAI, 1978). A quantidade de água liberada pela desidratação W_d também pode ser conhecida. Porém, não é possível conhecer a densidade média da massa das moléculas quimicamente ligadas antes da desidratação e, além disso, seria necessário considerar o incremento do espaço do poro, então, estes autores propuseram uma função empírica de correção, Equação (21):

$$n_p = \left[n_0 + \frac{W_d(T) - W_{d0}}{\rho_l} \right] P(h) \quad (21)$$

Onde, n_0 é a porosidade capilar a 25°C ; e,

$$P(h) = 1 + 0,12(h - 1,04) \quad (22)$$

Para quando, $h = \frac{P}{P_s(T)} \geq 1,04$.

Os valores de $W_d(T)$ são obtidos com ensaios de análise termogravimétricos.

Ordenando e agrupando, Gong e Mujumdar (1996) obtiveram a Equação (23) para um concreto típico, para quando $h > 1,04$:

$$W(h, T) = W_c \left[0,037(h - 1,04) + 0,3335 \left(1 - \frac{T^2}{3,6 * 10^5} \right) \right] \quad (23)$$

Finalmente, juntando as expressões das três diferentes regiões de saturação propostas, obtém-se a função por partes indicada na Equação (24) e utilizada por (GONG; MUJUMDAR, 1996; BAZANT; THONGUTHAI, 1978; BAZANT; THONGUTHAI, 1979; SONG, 1990):

$$W(h, T) = \begin{cases} W_c \left(\frac{W_0}{W_c} h \right)^{1/m(T)} & (h \leq 0,96) \\ W_1 + (h - 0,96) \frac{W_2 - W_1}{1,04 - 0,96} & (0,96 < h < 1,04) \\ W_c \left[0,037(h - 1,04) + 0,3335 \left(1 - \frac{T^2}{3,6 * 10^5} \right) \right] & (h \geq 1,04) \end{cases} \quad (24)$$

A Equação (24) pode ser utilizada para obter $\frac{\partial W}{\partial P}$ e $\frac{\partial W}{\partial T}$ representando a equação de estado $W=W(P, T)$.

Deve ser esclarecido e enfatizado que as equações que geram a região de sobressaturação, ou seja, a parte direita do diagrama na Figura 36, são apenas estimativas muito grosseiras. As inferências teóricas da estrutura dos poros e suas alterações químicas se deparam com uma complexidade extrema e injustificada e ainda são necessários mais e melhores experimentos controlados (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

A Figura 36 mostra as isotermas correspondentes à formulação apresentada para diferentes temperaturas, entre 20 e 360°C para um concreto com $W_0=100 \text{ kg/m}^3$ e $W_c=300 \text{ kg/m}^3$, ou seja, uma relação $w/c = 0,333$; com uma porosidade inicial $n_{p0} = W_0 / \rho_{l0} = 0,1$. A Figura 37 mostra as isotermas com a formulação aplicada para a mistura do concreto estudado no experimento nº 5 do presente trabalho de tese (Capítulo 6.1). Com $W_0=100 \text{ kg/m}^3$ e $W_c=857 \text{ kg/m}^3$, considerando que para esse experimento, a relação $w/c = 0,1156$.

Figura 37 - Isotermas de sorção calculadas para a modelagem de concreto refratário.

Fonte: Curvas calculadas pelo próprio autor acordo modelo de (BAZANT; THONGUTHAI, 1978).

A Figura 38 mostra as isotermas da formulação apresentadas, aplicadas para a mistura do concreto estudado no experimento nº 6 do presente trabalho de tese (Capítulos 6 e 0). Com $W_0=282,4 \text{ kg/m}^3$ e $W_c=2199 \text{ kg/m}^3$, considerando a relação $w/c=0,1284$.

Nos cálculos das isotermas dos experimentos nº 5 e nº 6, a porosidade inicial foi considerada igual à formulação original, pois atualmente não se tem alguma alternativa para medir a porosidade do concreto imediatamente após a cura; será indicada para trabalhos futuros a consideração do uso da porosidade calculada do concreto após a secagem, que apresentou valores na faixa de 20%.

Figura 38 - Isotermas de sorção calculadas para a modelagem do experimento nº 6.

Fonte: Curvas calculadas pelo próprio autor, conforme modelo de (BAZANT; THONGUTHAI, 1978).

3.6 Água de desidratação

Assume-se que em altas temperaturas um teor de água não livre (uma parte das camadas mais profundas da água adsorvida e a água quimicamente ligada) é liberado pela desidratação. Considera-se que a massa de água liberada pela desidratação é função unicamente da temperatura, $W_d(T)$. O conteúdo de água não livre, W_d , kg/m³ não precisa ser especificado pelo seu valor, basta expressar a taxa de variação, conforme o termo (25):

$$- \frac{dW_d}{dt} \quad (25)$$

Onde o sinal negativo indica que um aumento na quantidade de água liberada pela desidratação corresponde a uma diminuição no conteúdo de água ligada quimicamente.

3.6.1 Fonte de água distribuída

As reações de hidratação consomem água livre e a convertem em água quimicamente ligada. Esse efeito, que pode ser descrito por uma taxa positiva de dW_d/dt e é importante principalmente em idades precoces, embora provavelmente evolua logaritmicamente e prossiga a uma taxa decadente por muitos anos e até por um século (BAZANT *et al.*, 2015; RAHIMI-AGHDAM; BAZANT; QOMI, 2017). Por outro lado, quando o concreto maduro é aquecido o suficiente, a água quimicamente ligada é liberada dentro dos poros. Na equação do balanço de massa, a desidratação é refletida pelo termo (25) com sinal negativo já que W_d irá indicar o conteúdo de água ligada quimicamente; aumentando durante a hidratação e diminuindo durante a desidratação.

A desidratação da pasta de cimento acima de 400 °C é forte e causa uma redução significativa da resistência mecânica (BAZANT *et al.*, 1992; BAZANT; KAPLAN, 1996). Abaixo de 400°C, a perda de força devido à desidratação é leve (aparentemente, os primeiros locais de desidratação não afetam sua resistência). Se as temperaturas estiverem abaixo de 100°C, a desidratação pode ser revertida pela reidratação do cimento.

Através de experimentos com medidas de perda de peso pode ser obtida a quantidade de água desidratada, W_d , no entanto, deverá ter cuidado com a liberação de outro tipo de gases que possam ser produzidos por alguns agregados, por exemplo, CO₂ do calcário, que deverá ser considerado, subtraindo-o da perda de massa medida.

Os gráficos da perda de água a elevadas temperaturas para o concreto utilizado nos experimentos desta tese foram obtidos com ensaios de TGA, como é descrito no

APÊNDICE E. A Figura 39 mostra um gráfico da relação W_d/W_c obtida onde pode-se observar o comportamento da saída de água conforme o aumento da temperatura.

Figura 39 - Gráfico representativo da saída de água por desidratação.

Fonte: Produção própria do autor.

No gráfico podem ser apreciados três comportamentos característicos com a maior inclinação entre os 200 e os 400°C. Foi feita a adequação dos valores no modelo matemático, obtendo uma boa representação dos dados, utilizando interpolação linear, como é mostrado na Equação (26):

$$W_d(T) = \begin{cases} 0,0017 * T - 0,0171 & (0 < T < 200) \\ 0,0107 * T - 7,5143 & (200 \leq T < 400) \\ 0,0025 * T + 6,5253 & (400 \leq T \leq 800) \end{cases} \quad (26)$$

Com T em °C; deve-se enfatizar que formulações como a representada na Equação (26) podem ser muito diferentes para concretos com diferentes agregados, conteúdos de água e tipos de ligantes. E os dados podem ser distorcidos pelo escape não registrado de gases, que não sejam vapor de água (por exemplo, CO_2). Pelo que é necessário fazer medições com o concreto específico em estudo.

Teoricamente, a perda de massa em $T < 100^\circ\text{C}$ é exclusivamente da água livre liberada, que representa uma significativa parte da perda que é observada abaixo de 200°C . Tem-se observado que a partir de 500°C a perda de massa (que não necessariamente é água exclusivamente) é aproximadamente proporcional à mudança de temperatura.

O comportamento do concreto em altas temperaturas é fortemente influenciado pelo tipo de agregados, aqueles com constituintes sílicos são mais estáveis que os agregados calcários (como a dolomita) em temperaturas elevadas (HARMATHY; ALLEN, 1973).

3.7 Permeabilidade

3.7.1 Escoamento no meio poroso

Neste tópico serão apresentados os fundamentos para o estudo do fenômeno do fluxo num meio poroso, iniciando pela análise dos diferentes tipos de fluxo que podem ser observados ao introduzir um fluido, em estado líquido ou gasoso, dentro da estrutura porosa de um concreto refratário. Neste contexto, também será descrito o fluxo de um fluido em um hipotético poro retilíneo, isto é, uma rede elementar porosa. Serão revisados os princípios que explicam o comportamento deste fenômeno, considerados principalmente nas leis de Darcy e de Fick.

3.7.1.1 Permeabilidade e estrutura do concreto

O concreto é considerado um sistema bifásico constituído de uma estrutura de grãos grossos (agregados) preenchido com uma matriz de partículas finas; normalmente os agregados e a matriz apresentam diferenças pronunciadas de porosidade e permeabilidade. Por exemplo, os agregados eletrofundidos de alumina, sílica ou magnésia são percebidos ao tato com certa rugosidade, que faz assumir que contam com porosidade aberta, porém são essencialmente impermeáveis (INNOCENTINI *et al.*, 2001).

Do ponto de vista fluidodinâmico, o principal trajeto para a percolação de fluidos, teoricamente, deveria estar nos espaços existentes entre as partículas da matriz, IPS, originados pela presença de água utilizada na preparação ou pelo empacotamento imperfeito. Além disso, na interface matriz-agregado é formada uma região de maior porosidade e menor tortuosidade, denominada região de transição interfacial, ITZ (*Interfacial Transition Zone*) gerada pelo efeito parede, ou seja, às restrições de empacotamento impostas pela superfície do agregado (SCRIVENER; NEMATİ, 1996).

Em função do tamanho relativo das partículas da matriz e agregados e da ligação química provida pelos hidratos do cimento serão determinadas as características da ITZ. Estudos sugerem que devido à menor tortuosidade, os poros na ITZ atuam como atalhos à percolação de ar ou vapor da água (BENTZ; GARBOCZI; STUTZMAN, 1992). Supõe-se que a proximidade entre as interfaces matriz-agregado favoreça a formação de uma rede de poros conectáveis no concreto, reduzindo a resistência global à permeação de fluidos.

É por isso que na análise da permeabilidade torna importante o conceito de distância entre os grãos de agregados (MPT, *maximum paste thickness*). Deve-se

considerar, de forma geral, que as alterações na formulação do concreto, que causem aumento no IPS e na ITZ ou diminuição no MPT, terão como resultado a formação de um concreto com uma permeabilidade maior. A Figura 40 mostra o conceito físico desses parâmetros de separação de partículas (INNOCENTINI *et al.*, 2001).

Figura 40 - Parâmetros de separação entre partículas.

Fonte: (INNOCENTINI *et al.*, 2001).

3.7.2 Transporte de umidade no concreto

Entende-se o concreto refratário, principalmente, como um material poroso onde o seu comportamento termomecânico é influenciado pela presença e liberação de umidade através dos poros; concebendo a umidade como a presença de água em estado líquido e/ou vapor. O objetivo para a aplicação industrial é atingir uma total substituição de água por ar seco nos poros do material através da operação de secagem. Para o estudo deste fenômeno termo-hidro-mecânico devem ser considerados, simultaneamente, o transporte de calor e os processos químicos de hidratação e desidratação.

Grande parte da umidade do concreto consiste na água livre adsorvida e impedida em nanoporos com tamanhos de 0,3 a 3 mm. Embora a umidade seja evaporável, o seu movimento é controlado em grande parte por forças superficiais de adsorção. Dependendo de vários fatores relativos à hidratação, cristalização e desidratação, a umidade pode formar parte do esqueleto sólido ou do sistema de fluidos.

Para começar, analisa-se o comportamento do fluxo de um fluido num meio poroso. Na Figura 41 é apresentada uma imagem da microestrutura de uma amostra de concreto refratário CAC obtida com MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura). Toda a imagem apresentada representa a área de 1,0 mm² aproximadamente.

Figura 41 - Exemplo da porosidade no concreto refratário.

Fonte: Produção do autor, com arte de Thayna Carolina Oliveira Loureto de Castro.

Na imagem podem ser observadas as partes sólidas do material e os poros. A cor cinza e prata representam a estrutura do concreto, ou seja, a parte sólida e as cores rosa claro e rosa escuro (em função da profundidade) representam o espaço dos poros que estarão preenchidos de algum fluido líquido ou gasoso. A porcentagem de preenchimento desses poros com água, em qualquer estado, é o grau de saturação ou umidade do meio poroso.

No processo da secagem, para eliminar totalmente a umidade do meio poroso saturado, a água deve fluir entre esses espaços de geometria irregular até sair completamente do corpo e ser substituída pelo ar seco, ou seja, ar sem umidade, sem vapor de água.

Esses fluxos poderiam ser analisados através da mecânica do contínuo se houvesse a possibilidade de conhecer ou determinar essa geometria irregular. Desse modo, poderia ser colocada uma malha de elementos finitos ou de volumes finitos como mostra, por exemplo, a Figura 42. Posteriormente poderiam ser colocadas equações nas intercepções e resolver esse grande e complicado problema.

Se isso fosse possível poderia ser trabalhado com os gradientes para obter o campo de pressão. Esse problema teria como condições de contorno um valor prescrito de pressão entrante no extremo inicial e do outro lado, uma saída onde a pressão terá outro valor diferencial. Para resolver um problema unidirecional poderiam ser determinadas condições de contorno com fluxo zero nas faces restantes.

Figura 42- Malha de elementos finitos no espaço poroso.

Fonte: (MURDOCH *et al.*, 2016).

Fazendo isso, o campo de pressões nessa estrutura porosa seria como o mostrado pelas cores na Figura 43. Pode ser observado que o fluido irá avançar partindo dos pontos com maior pressão em direção aos pontos com menor pressão. Somente que neste arranjo, as fronteiras com diferentes pressões representadas pelas diferentes cores seriam extremamente complicadas de determinar pela sua descontinuidade, ou seja, a complicação seria na determinação das transições. Como se observa na Figura 43, a mudança da cor vermelha para verde ou de verde para azul mostram esses pontos de transição. Podem ser observadas diferentes intensidades nas transições perceptíveis pelos canais com espaço mais fechado, diferentemente de outros com espaços mais amplos.

Figura 43 - Exemplo da uma simulação de um gradiente de pressão na escala porosa.

Fonte: (MURDOCH *et al.*, 2016).

Nesta região milimétrica tem-se uma muito complexa distribuição de pressões. Se for analisado como poderiam ser as trajetórias dos fluxos seria possível seguir a trajetória das partículas como mostra a Figura 44 seriam observadas linhas com contornos irregulares no sentido da menor pressão; essa seria a direção e o sentido do fluxo; se for analisada a trajetória de uma única partícula, uma molécula de água através desse campo de fluxos, como mostram as linhas amarelas, então a partícula poderia iniciar num ponto da direita, seguiria a trajetória de alguma das linhas no sentido da menor pressão, apresentando sucessivas mudanças de direção; também pode ser observado que existiriam muitas trajetórias possíveis, diferentes, dependendo do ponto de início para o ponto final. Realmente, é uma geometria muito complicada para definir o fluxo e uma distribuição complexa para descrever o campo de pressões.

Figura 44 - Exemplo da simulação da trajetória do fluxo das partículas no meio poroso.

Fonte: (MURDOCH *et al.*, 2016).

Se o interesse fosse entender como se comporta o fluxo somente numa escala milimétrica, poderia ser feito; há ferramentas para fazer este tipo de análise. Para esse fim seria necessário saber qual é a geometria específica da estrutura porosa. Poderiam ser utilizados raios X e tomografia computadorizada para obter imagens, como as utilizadas em medicina, e conhecer detalhadamente a geometria dos poros; embora este tipo de estudo tenha alto custo econômico.

O problema é que essa estratégia poderia funcionar somente para uma escala milimétrica, ou seja, para corpos pequenos ou campos de poucos milímetros; se fosse necessário analisar corpos de grandes tamanhos e geometrias em escalas maiores, o custo se tornaria proibitivo.

A estratégia indicada é interpretar o sistema como o da Figura 45. Desde um ponto de vista global, onde é considerado um fluxo médio total que avança através da região em estudo e considerar uma queda de pressão média de um ponto a outro. Se for considerado um valor de pressão no início e outro ao final é possível determinar esse fluxo total.

Figura 45 - Hipotética velocidade média linear.

Fonte: (FREEZE; CHERRY, 1979).

Uma proposta de solução é considerar o sistema como se fosse uma região uniforme, um bloco uniforme onde é aplicada uma diferença de pressão uniforme proveniente das condições de contorno ao início e ao final, uma em referência à outra num meio contínuo, como mostra a Figura 46. E a resistência ao fluxo no interior do material é ajustada de forma que o fluxo médio através desse bloco é considerado como se fosse o mesmo fluxo que existiria através da outra geometria mais realista e complexa.

Figura 46 - Equivalente contínuo do gradiente de pressões utilizando o fluxo médio.

Fonte: (MURDOCH *et al.*, 2016).

Então, se for definida uma resistência média ao fluxo ter-se-ia uma situação teoricamente similar, considerando o sistema de uma forma global, como um bloco retangular e desconsiderando os detalhes no interior, considerando apenas a taxa de fluxo no início, no final e a queda de pressão total.

A ideia é a definição de uma propriedade global do material desse bloco hipotético para que as quedas médias de pressão e do fluxo total sejam as mesmas que na situação real. É assim que pode ser justificado o conceito de permeabilidade num meio poroso. Mas existem duas interpretações da permeabilidade, a permeabilidade relativa e a permeabilidade absoluta ou intrínseca. Para um maior entendimento desses conceitos é conveniente revisar a origem dessas equações e a lei que as governa.

3.7.3 Lei de Darcy

O engenheiro Henry Darcy publicou um estudo realizado sobre o fluxo de água que é produzido por um gradiente de pressão num meio poroso, ver Figura 47 (DARCY, 1856).

Figura 47 - Experimento de permeabilidade de Darcy.

Fonte: Adaptação da École Polytechnique Fédérale de Lausane, Laboratory of Ecohydrology⁹.

⁹ DROBOT, Radu. Darcy law. In: **Groundwater hydrology**. Chapter 5. Disponível em: http://echo2.epfl.ch/VICAIRE/mod_3/chapt_5/main.htm. Acesso em: 20 out. 2017.

Seus resultados converteram-se numa lei que pode ser interpretada como uma variação da lei de Hagen-Poiseuille, só que aplicada num meio poroso; com base nas seguintes hipóteses (DAL PONT, 2004):

- a) o fluido de infiltração é inerte em relação ao meio poroso, ou seja, não existem reações químicas, nem físicas entre o fluido e o material do meio poroso;
- b) o fluido é um líquido incompressível e está em temperatura constante;
- c) assume-se que o fluxo do fluido é laminar;
- d) as forças de inércia são dominadas pelas forças viscosas do fluxo.

Quando Darcy realizou seus experimentos, utilizou tubos verticais com diâmetro D cheios de areia para medir o fluxo de água que passava através deles (DARCY, 1856). A Figura 47 mostra o arranjo experimental.

Darcy encontrou que a vazão volumétrica Q , com unidades em m^3/s , que passa através da coluna de areia (ver Figura 47) é proporcional à queda de pressão $P_2 - P_1$ e à área A da seção transversal com diâmetro D e inversamente proporcional à altura L do meio poroso; o que é escrito na relação de proporção (27):

$$Q \propto \frac{\Delta P}{\Delta L} A \quad (27)$$

Se o fluido é água, o fator que permite obter uma igualdade nessa proporcionalidade existente entre a vazão de água, a gradiente de pressão e as dimensões e propriedades do meio poroso é a condutividade hidráulica K_h , também nomeada permeabilidade relativa (neste caso, relativa à água líquida) com unidades em m/s , resultando a Equação (28):

$$Q = -K_h \frac{\Delta P}{\Delta L} A \quad (28)$$

O sinal negativo indica que o sentido do fluxo vai das regiões com maior pressão para as de menor pressão. Dividindo ambos os lados da equação pela área A da seção transversal obtém-se a velocidade do fluxo q em m/s , como mostra a Equação (29):

$$q = -K_h \frac{\Delta P}{\Delta L} \quad (29)$$

Onde $\Delta P/\Delta L$ é a gradiente hidráulica e q é a velocidade do fluxo que pode ser interpretada como a quantidade de água em volume que passa através de uma unidade de área de seção transversal do material poroso por unidade de tempo $[(\text{m}^3/\text{m}^2) / \text{s} = \text{m/s}]$.

3.7.4 Permeabilidade relativa

É uma das propriedades mais relevantes para poder determinar o fluxo de algum fluido específico através de uma estrutura porosa; como a existente nas pedras naturais dos aquíferos onde flui água; como nos poços de petróleo onde flui óleo, água, gás e/ou suas combinações; ou, no caso desta tese, das pedras sintéticas formadas como monólitos de concretos refratários, onde pode fluir água em estado líquido ou vapor e/ou ar.

A condutividade hidráulica K_h depende tanto da estrutura do meio poroso como das propriedades da água e seu significado físico poderia ser interpretado como a velocidade de fluxo na qual uma camada de água sujeita à gravidade passaria verticalmente através de um meio poroso limitado por duas superfícies horizontais. Às vezes K_h também é chamada de velocidade de filtração característica ou coeficiente de filtragem.

Na realidade, a velocidade de filtração é menor que a velocidade média real na qual a água está passando pelos poros, porque a vazão Q é obtida por unidade de área total e não por unidade de área dos poros.

A permeabilidade relativa, K_f , é uma propriedade nomeada assim porque é relativa às propriedades reológicas do fluido f que pretende ser deslocado dentro do meio poroso e depende principalmente da microestrutura do material poroso, do nível de saturação e do fluido que corre através desse material poroso, influenciada pela sua massa específica ρ e pela sua viscosidade dinâmica η . Quando esse fluido é exclusivamente água, a permeabilidade relativa é chamada de condutividade hidráulica K_h que se entende como uma resistência média ao fluxo de água no meio poroso; é um conceito que está simplificando um sistema mais complexo, como foi explicado na seção 3.7.2.

Na lei de Darcy aparece originalmente a condutividade hidráulica, porém, outros fluidos f podem ser considerados nessa equação, sempre que consideradas as quatro hipóteses iniciais. E por outro lado, no limite do fator $\Delta P/\Delta L$ quando $\Delta L \rightarrow 0$, a Equação 27 é substituída pela sua forma diferencial, como mostra a Equação (30):

$$q_f = -K_f \frac{dP}{dL} \quad (30)$$

No caso de um domínio 3D, $P = P(x, y, z)$, pelo que a derivada espacial dP/dL pode ser substituída por derivadas parciais e o vetor de fluxo resultante $\vec{q}$ pode ser expresso de acordo com a Equação (31):

$$\vec{q}_f = \begin{bmatrix} q_x \\ q_y \\ q_z \end{bmatrix} = -K_f \begin{bmatrix} \frac{\partial P}{\partial x} \\ \frac{\partial P}{\partial y} \\ \frac{\partial P}{\partial z} \end{bmatrix} = -K_f \nabla P \quad (31)$$

O meio poroso pode ser homogêneo ou heterogêneo e isotrópico ou anisotrópico. Em caso de heterogeneidade e anisotropia, a permeabilidade relativa K_f é um tensor de segunda ordem, como os comumente encontrados em problemas de hidrogeologia. Para o caso dos concretos, devido ao controle na distribuição de partículas e aos métodos de mistura, neste trabalho serão considerados como um meio poroso homogêneo isotrópico, onde $K_h(x,y,z) = c$, sendo c uma constante em todo o domínio para uma determinada temperatura, esclarecendo que isto é uma simplificação para finalidades de cálculo.

A força motriz para o transporte de água líquida em um meio poroso saturado é a gradiente de pressão líquida ∇P , porém, para algumas aplicações, a força da gravidade pode ter influência; pelo que antes de calcular o gradiente é preciso retirar sua contribuição para a pressão do líquido. E para obter o fluxo mássico é preciso multiplicar a velocidade de fluxo pela densidade do fluido, obtendo assim a Equação (32), simplificada do fluxo mássico (BAZANT; JIRÁSEK, 2018):

$$\vec{J}_f = \vec{q}_f \rho = -\frac{K_f}{g} \nabla P \quad (32)$$

Onde $\vec{J}_f$ é o fluxo mássico do fluido f (água líquida) em $\text{kg/m}^2 \text{ s}$; $\vec{q}_f$ é a velocidade de fluxo do fluido em m/s ; ρ é a densidade do fluido em kg/m^3 ; g é a aceleração gravitacional $9,806 \text{ m/s}^2$; K_f é a permeabilidade relativa ao fluido; f é um tensor e sua magnitude em m/s e descreve a penetração de um gás ou líquido através do meio poroso impulsionado por um gradiente de pressão ∇P em Pa/m da fase do fluido. Esclarecendo que, gases e líquidos se comportam de maneira diferente no concreto.

A lei de Darcy pode ser escrita para cada fase de fluido f , envolvendo o tensor que seria sua permeabilidade relativa K_f , permitindo relacionar o fluxo mássico do fluido $\vec{J}_f$ que passa através de uma unidade de superfície por unidade de tempo no gradiente de pressão.

No caso de um modelo estrito para a secagem de concretos refratários, teriam que ser consideradas três fases pelos diferentes tipos de fluidos que podem coexistir nos poros, que são água em estado líquido, vapor de água e ar.

A aplicação da lei de Darcy é prevista então, considerando-se primeiro um fluido de percolação líquida e, em seguida, gasosa. Neste último caso é necessário considerar o movimento da fase gasosa em um meio poroso para a determinação da permeabilidade.

No âmbito do uso da lei de Darcy foi demonstrado que, sobre certas condições (efeito de viscosidade de fluxo lento e compressão negligenciável), a referida lei pode ser derivada da equação geral de conservação do momento linear e, portanto, pode ser aplicada para descrever o fluxo de um líquido ou de um gás (GRAY; HASSANIZADEH, 1980; SCHREFLER; LEWIS, 1998).

Para o caso da secagem de concretos, exceto pela alta temperatura e alguns casos de corpos finos, a velocidade do fluxo é baixa o suficiente para que o fluxo seja considerado como laminar.

A lei de Darcy pode ser utilizada para o estudo do fluxo de diferentes tipos de fluidos, líquidos e gasosos, e.g., nitrogênio, ar, vapor de água etc., o que pode facilitar a medição experimental da permeabilidade. Para isso é necessário distinguir nas equações qual é a parte que é influenciada pela estrutura geométrica do meio poroso e qual é influenciada pelas propriedades do fluido específico.

Portanto, é útil separar a influência da geometria dos poros da influência das propriedades do fluido nos poros. Um fluido newtoniano incompressível pode ser caracterizado por sua densidade de massa ρ_f e viscosidade dinâmica de cisalhamento η_f (o fator de proporcionalidade entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação), como será revisado na seguinte seção.

3.7.5 Permeabilidade intrínseca

A permeabilidade intrínseca ou absoluta κ provém somente das propriedades específicas do material e da conformação do meio poroso, ou seja, da sua composição, cristalização e especialmente do tamanho formato e conectividade dos macros, micros e nanos poros; essa propriedade é inteiramente independente da natureza do fluido. Já a permeabilidade relativa a algum certo fluido K_f dependerá de ambas, da porosidade do meio e das propriedades do fluido envolvido.

Para um modelo que idealiza uma rede de poros como se fosse um tubo cilíndrico de raio r , as equações de Stokes que governam o fluxo podem ser resolvidas analiticamente, e a velocidade média (calculada sobre a seção transversal do tubo) é igual à derivada negativa da cabeça hidráulica ao longo do tubo multiplicada por $r^2 \rho_f g / 8 \eta_f$, ou seja, é proporcional ao quadrado do raio dos poros e à densidade de massa do fluido e

inversamente proporcional à viscosidade dinâmica do fluido (DORMIEUX; KONDO; ULM, 2006). Para obter a velocidade de filtração correspondente, a velocidade média no tubo deve ser multiplicada pela porosidade, porque a velocidade de filtração é definida como fluxo de volume por unidade de área total do meio poroso (incluindo o esqueleto sólido, no qual não há fluxo).

É natural esperar que relações semelhantes sejam válidas para um meio poroso geral. Com base na análise dimensional, a condutividade hidráulica K_h pode ser expressa com a permeabilidade intrínseca κ , que caracteriza as propriedades de transporte do espaço poroso independentemente do tipo de fluido f . A Equação (33) mostra a relação entre a permeabilidade relativa K_f e a permeabilidade intrínseca κ :

$$K_f = \kappa \frac{\gamma_f}{\eta_f} = \kappa \frac{\rho_f g}{\eta_f} \quad (33)$$

Onde κ é a permeabilidade intrínseca, com unidades em m^2 , sendo uma propriedade apenas do espaço poroso, independente das propriedades do fluido.

Pode-se observar que a permeabilidade relativa K_f do sistema é proporcional à permeabilidade intrínseca κ , que é específica do meio poroso; e que o fator de igualdade é função das propriedades específicas do fluido que passa através desse meio, definidas como a taxa entre a unidade de peso do fluido γ_f , que é igual à massa específica do fluido ρ_f em kg/m^3 vezes a aceleração da gravidade g em m/s^2 , dividido pela viscosidade dinâmica do fluido η_f em Pa s. Segundo Bazant e Jirásek (2018), com o efeito da gravidade negligenciado, a Equação (32) pode ser reescrita como a Equação (34):

$$\vec{J}_f = -\kappa \frac{\rho_f}{\eta_f} \nabla P \quad (34)$$

Onde o subscrito f , que indica fase do fluido, pode ser substituído por l quando o fluido for líquido ou por g quando o fluido for gás. No caso de fluxo de um gás no poro, a força motriz será a gradiente da pressão do gás.

3.7.6 Unidades da permeabilidade

Uma forma mais explícita de descrever a lei de Darcy é separando os componentes da permeabilidade e utilizando a permeabilidade intrínseca do meio e a fórmula de Lichtner, Steefel e Oelkers (1996), Equação (35):

$$Q = \frac{A\kappa}{\eta} \frac{\Delta P}{\Delta x} \quad (35)$$

Onde, Q é a vazão volumétrica do fluido através do meio poroso em m³/s; A é a área de passagem do fluido através do meio poroso em m²; η é a viscosidade dinâmica do fluido em Pa·s; ΔP é o diferencial de pressão exercida no fluido em Pa; Δx é a longitude onde é aplicado esse diferencial de pressão em m; κ é a permeabilidade intrínseca do meio poroso em m² (ou darcies d).

A definição da permeabilidade intrínseca obtém-se isolando κ , na Equação (36):

$$\kappa = \frac{\eta Q}{A} \frac{\Delta x}{\Delta P} \quad (36)$$

Em função da área de aplicação (hidrologia, engenharias: geotécnica, civil etc.), existem variações em relação à terminologia e unidades. A lei de Darcy pode ser escrita em diferentes formatos, porque (1) o fluxo pode ser considerado como fluxo de volume ou fluxo de massa; e (2) o operador de gradiente pode ser aplicado na pressão ou na cabeça hidráulica ou na umidade relativa. Para cada formato, o coeficiente de proporcionalidade corresponde a certo tipo de “permeabilidade” (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

É conveniente conferir sempre as unidades nas quais a medida de permeabilidade é expressa, porque somente dessa forma poderá ser identificado o significado específico do parâmetro considerado:

- a) a permeabilidade hidráulica K_h é medida em m/s; (também chamada de condutividade hidráulica ou velocidade de filtração característica), liga o fluxo de volume ao gradiente de pressão total;
- b) O coeficiente de permeabilidade, $\frac{K_h}{g}$ é medido em s; liga o fluxo de massa ao gradiente de pressão.

O coeficiente de permeabilidade é o fator que multiplica ∇P na Equação (32) e é igual à permeabilidade hidráulica dividida pela aceleração da gravidade. Não é utilizado nenhum símbolo especial para esse coeficiente, ele é indicado como $\frac{K_h}{g}$.

Foi demonstrado que a permeabilidade hidráulica (relativa) à água líquida é aproximadamente 15 vezes maior que a permeabilidade relativa ao ar (para um mesmo tipo de concreto) (BAZANT; JIRÁSEK, 2018). O que é surpreendente, pois poderia ser assumido que o gás fluísse com maior facilidade através de um determinado meio poroso do que o líquido. A explicação está no significado físico da permeabilidade hidráulica, que

é a velocidade na qual uma camada do fluido passaria verticalmente através do meio devido às forças da gravidade, desde que a pressão no fluido seja uniforme. Como a densidade do ar é aproximadamente 800 vezes menor que a densidade da água, então, a velocidade do ar é menor; apesar da água ter uma viscosidade dinâmica 55 vezes maior que a do ar. Aqui, estão sendo comparados os fluxos de volume sobre o gradiente de pressão total exercidos pela coluna do mesmo fluido.

Por outro lado, se forem comparados os fluxos horizontais de um volume de fluido submetido a uma gradiente de pressão forçada, a permeabilidade hidráulica precisará ser dividida pelo peso do fluido por unidade de volume e o coeficiente de proporcionalidade resultante, que caracteriza o fluxo do ar, κ/η_a seria 55 vezes maior que o coeficiente κ/η_l que caracteriza a água líquida. Ou seja, sobre um mesmo diferencial de pressão, a velocidade de fluxo do ar é 55 vezes maior que da água (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

O entendimento das diferentes unidades utilizadas para os diferentes tipos de permeabilidade é importante. No S.I., a permeabilidade relativa K_f tem unidades de m/s e a permeabilidade intrínseca κ , que expressa a capacidade que tem um meio poroso para permitir que passe através dele o fluxo de algum fluido, é medida em m^2 ou na unidade de medição nomeada Darcy, d , que os geólogos costumam expressar em milidarcis, md, porque nas rochas dos poços petrolíferos ou nos aquíferos encontram-se normalmente permeabilidades entre 5 e 500 md.

A unidade Darcy (d) pode ser entendida da seguinte forma: um meio poroso com permeabilidade de 1,0 d permite passar o fluxo de 1 cm^3/s de um fluido com uma viscosidade de 1 cP (ou seja, 1 mPa·s), quando submetido a um gradiente de pressão de 1 atm/cm, atuando numa área de 1 cm^2 (BEAR, 1972). Desta definição pode ser convertida a unidade darcy para cm^2 ou m^2 , Equação (37):

$$1,0 \text{ d} = 9,86923169314 \times 10^{-9} \text{ cm}^2 = 9,869233 \times 10^{-13} \text{ m}^2 \approx 1 \times 10^{-12} \text{ m}^2 \quad (37)$$

Na área da hidrogeologia, a permeabilidade do solo de rocha pode ser definida como o fluxo de água sobre pressão hidrostática (~ 0.1 bar/m) à temperatura de 20°C. Nesta configuração específica 1,0 d é equivalente a 0.831 m/dia.

Os valores típicos de permeabilidade variam muito, desde os 100.000 d do cascalho ou da pedra brita até valores menores de $0,01 \times 10^{-6}$ d nas grandes rochas magmáticas de granito; a areia sílica tem uma permeabilidade intrínseca aproximada de 1 d (KIMURA *et al.*, 2015).

Como exemplo ilustrativo, considerando a permeabilidade intrínseca da areia sílica e as propriedades da água tomadas do Heat Atlas (VDI-GVC, 2010):

Viscosidade dinâmica da água a 20°C = $\eta = 1001,6 \times 10^{-6} \text{ Pa}\cdot\text{s} = 0,89 \text{ cP}$

Massa específica (densidade) da água a 20°C = $\rho = 998,21 \text{ kg/m}^3$

Peso específico da água a 20°C = $\gamma = \rho g = 9788,99 \text{ Pa/m}$

Areia sílica com permeabilidade intrínseca aproximada de $\kappa_{\text{areia sílica}} \approx 1 \times 10^{-12} \text{ m}^2$

Com a Equação (38) obtém-se o valor da permeabilidade relativa

$$K_h = \kappa_{\text{areia}} \frac{\gamma_{\text{agua}}}{\eta_{\text{agua}}} = 9,77 \times 10^{-6} \approx 1 \times 10^{-5} \frac{\text{m}}{\text{s}} \quad (38)$$

Então, a condutividade hidráulica da água a 20°C, fluindo num meio poroso de 1 d, será de aproximadamente $1 \times 10^{-5} \text{ (m}^3/\text{m}^2)/\text{s}$. Em outras palavras, isso significa que, em CNTP, teoricamente passariam 3,6 cm³ de água através de uma área de 1 cm², ao longo de 1 cm de areia e em 1 hora.

É conveniente ter senso sobre valores de referência com respeito às magnitudes da permeabilidade relativa e intrínseca em relação aos diferentes tipos de materiais porosos, considerando a água como fluido. Com estes critérios pode-se fazer esse mesmo cálculo, utilizando a permeabilidade de concreto refratário que é 1×10^{-16} a $1 \times 10^{-18} \text{ m}^2$, utilizando como fluido o vapor de água, a água líquida e/ou o ar, o que seria conveniente para se ter em mente como referência. O Quadro 1 mostra as permeabilidades em escala logarítmica para diferentes tipos de materiais, considerando diferentes tipos de solos, como diferentes tipos de areias grossas, finas, pedra brita, etc. até chegar à argila, a brecha e o granito.

Quadro 1 - Valores típicos de condutividade hidráulica e permeabilidade.

$-\log_{10} * K \text{ [cm/s]}$	-2	-1	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Permeabilidade	Permeável				Semipermeável				Impermeável					
Aquífero	Bom				Pouco				Nada					
Solo	Pedra Brita	Areia sílica ou Areia e Brita			Areia fina, argilas, sal-gema									
					Turfeira		Argila estratificada		Argila sedimentar					
Rochas					Rochas de óleo			Arenito		Calcário			Granito	
$-\log_{10} * k \text{ [cm}^2\text{]}$	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
$\log_{10} * k \text{ [md]}$	8	7	6	5	4	3	2	1	0	-1	-2	-3	-4	-5

Fonte: Adaptado de (BEAR, 1972).

No Quadro 1 pode-se observar que, se for considerada a água como fluido em CNTP para materiais considerados permeáveis, como a areia sílica de grão médio (faixa verde no Quadro 1), têm-se permeabilidades de até:

$$\kappa_{\text{areia grão meio}} = 10^{-7} \text{ cm}^2 = 10^{-11} \text{ m}^2 = 10^4 \text{ md} = 10 \text{ d};$$

$$K_h = 10^{-2} \text{ cm/s} = 10^{-4} \text{ m/s};$$

Os materiais considerados semipermeáveis como a areia de grão fino, a argila, o silte ou limo (faixa vermelha), têm-se permeabilidades que chegam até:

$$\kappa_{\text{argila}} = 10^{-12} \text{ cm}^2 = 10^{-16} \text{ m}^2 = 0,1 \text{ md} = 10^{-4} \text{ d};$$

$$K_h = 10^{-7} \text{ cm/s} = 10^{-9} \text{ m/s};$$

A permeabilidade intrínseca κ é proporcional ao quadrado do tamanho de um poro característico (BAZANT; JIRÁSEK, 2018). No caso dos concretos, seus valores típicos estão na faixa de 10^{-21} a 10^{-16} m^2 (COUSSY, 2010).

Por exemplo, Bouny (2007) obteve $\kappa = 3 \times 10^{-21} \text{ m}^2$ para concreto com relação água/cimento 0,48 e resistência à compressão 49,4 MPa, e $\kappa = 0,5 \times 10^{-21} \text{ m}^2$ para concreto de alta resistência com relação água/cimento 0,26 e resistência à compressão 115,5 MPa, enquanto Gawin, Pesavento e Schrefler (2006) usaram $\kappa = 100 \times 10^{-21} \text{ m}^2$ para concreto com razão água/cimento 0,45 e resistência à compressão 49,4 MPa, e $\kappa = 0,5 \times 10^{-21} \text{ m}^2$ para pasta de cimento com razão água/cimento 0,37.

Powers *et al.* (1954) mediram a evolução da permeabilidade hidráulica K_h da pasta de cimento com relação água/cimento 0,7 e obtiveram aproximadamente 10^{-10} m/s aos 7 dias de idade e 10^{-12} m/s aos 28 dias, o que corresponde às permeabilidades intrínsecas κ de 10^{-17} e 10^{-19} m^2 , respectivamente.

Para trabalhos futuros recomenda-se estender este estudo comparativo passando pelos concretos comuns, HPC e até chegar aos concretos refratários LCC, ULCC e sem cimento, com as novas composições com sílica fume, sílica coloidal, micro sílica e outros e contribuir para o mapa de permeabilidade de estruturas porosas da Figura 244 (INNOCENTINI; SEPULVEDA; ORTEGA, 2005); recomenda-se ter em mente as faixas dos valores de permeabilidade desde os concretos mais porosos até os mais impermeáveis.

Pelo fato do concreto ter esses valores de permeabilidade tão baixos é lógico entender que a água livre que fica dentro de um concreto não irá fluir facilmente; se fica presa e depois encontra um aumento de temperatura que supere seu ponto de ebulição, poderá experimentar incrementos de pressão interna que poderiam colocar em risco a estrutura física do concreto.

3.8 Permeabilidade em altas temperaturas

Em temperatura ambiente, Powers e Brownyard (1948) compararam a permeabilidade de diferentes concretos e constataram que a principal variável é a porosidade capilar, n_c que por sua vez, depende da relação w/c e do grau de hidratação (idade) do concreto, como mostra o gráfico da Figura 48.

Figura 48 - Permeabilidade em Função da idade.

Fonte: (BAZANT; THONGUTHAI, 1978) do original de (POWERS; BROWNYARD, 1948).

Em alguns modelos de transporte de água multifásica em meios porosos presume-se que o transporte de água seja controlado pelo fluxo de água líquida (ou capilar) e inclui a evaporação e condensação nas interfaces gás-líquido. No entanto, esses modelos não são realistas para o concreto, porque os capilares em concretos de boa qualidade são descontínuos e as moléculas de água devem passar através dos nanoporos na pasta de cimento endurecida.

Assim, nem a porosidade capilar, n_c e nem a porosidade total, n pode ser o fator básico, porque em teoria, a transferência de umidade abaixo de 100°C não é controlada pelo fluxo de água capilar (líquida) (BAZANT; THONGUTHAI, 1978).

Para tentar entender isso foi analisada a estrutura de um meio poroso como mostra a Figura 49 (A) e (B) onde se pode observar um quadro selecionando: um espaço poroso.

Pode-se assumir que a trajetória de uma linha contínua de fluxo, que passa através de um meio poroso como esse, é controlada pelas seções transversais mínimas das conexões entre os poros ou "gargalos" (POWERS *et al.*, 1954), como mostra a Figura 49 (C); na Figura 49 (D) observa-se a trajetória de uma linha de fluxo representada por P e o espaço reduzido do gargalo por N.

Figura 49 - MEV do concreto utilizado para os experimentos desta tese.

Fonte: Imagens A-C produção do autor; D: Original de (BAZANT; THONGUTHAI, 1978).

Quando esse tipo de material é muito denso, o espaço livre médio desses gargalos é muito menor, às vezes de larguras de apenas 3 Å até cerca de 200 Å onde as moléculas de água (com tamanho aproximado de 2,75 Å em 25°C e 1 atm), dificilmente conseguem passar (BAZANT; KAPLAN, 1996).

Então, a probabilidade de que uma molécula de água passe por esses gargalos é insignificante. Dentre todas as passagens, as principais são aquelas que possuem as maiores larguras de gargalo, pois são as que poderiam permitir o fluxo (BAZANT; KAPLAN, 1996).

Portanto, nos nanoporos e na maioria das vezes, as moléculas de vapor saltam aleatoriamente das paredes rugosas dos poros ou, mais provavelmente, permanecem nas superfícies na forma de água adsorvida. Como essas moléculas raramente se impactam elas não podem transmitir pressão de vapor ao longo dos nanoporos. Consequentemente, as moléculas de água em estado vaporizado não podem passar através dos nanoporos (BAZANT; KAPLAN, 1996).

Porém, a teoria de Bazant e Kaplan (1996) referente aos espaços dos gargalos e a passagem das moléculas de água, poderia ser confirmada com os atuais recursos microscópicos. No presente trabalho de tese, foram tomadas amostras de concreto, somente curado e concreto tratado termicamente até 350°C para realizar análises com MEV. A Figura 49 (A) mostra a estrutura porosa do concreto somente curado que foi utilizado nos experimentos desta tese, ou seja, esse é o seu estado antes da secagem. A Figura 49(B) e Figura 49 (C) mostram diferentes aumentos e a ampliação do gargalo N, com dimensão de aproximadamente $3\mu\text{m}$ ($3 \times 10^4 \text{ \AA}$), neste caso, consideravelmente maior que a indicada por (BAZANT; KAPLAN, 1996). O que reforça o interesse de pesquisar o formato da conectividade dos poros medindo as larguras médias em amostras representativas de micro e nano gargalos para diferentes composições de concretos antes e após a cura.

Powers e Brownyard (1948), pelos supostos fatos da restrição da passagem nos gargalos, inferiram que em baixas temperaturas, as moléculas de água devem ser adsorvidas nas paredes dos poros e migrar ao longo das camadas de adsorção, ou seja, o mecanismo de transferência de umidade é controlado pela migração de moléculas ao longo das camadas de água adsorvida.

Essa migração é muito lenta, muito mais lenta que o fluxo de água que passa através dos poros capilares, que são aqueles maiores que aproximadamente $0,1 \mu\text{m}$ a $1 \mu\text{m}$ (a transição não é acentuada) (BAZANT, 1972). Aparentemente, essa consideração coloca em dúvida a suposição de que a transferência de umidade no concreto não saturado é governada pela pressão do vapor de água nos poros, porém, essa suposição é consistente (BAZANT; KAPLAN, 1996). Foi demonstrada, em teoria, calculando a tensão superficial γ com um argumento análogo àquele que utilizaram para chegar à Equação de Kelvin para a água capilar (BAZANT, 1972, 1975); gerando a relação da Equação (39):

$$d\gamma = - \frac{R}{M} \frac{\Gamma_a \hat{T}}{P} \frac{dP}{P} \quad (39)$$

Onde R é a constante de gás; M é o peso molecular da água; $\hat{T}$ é a temperatura absoluta; Γ_a é a concentração superficial de massa de água adsorvida (g/cm^2), com valor aproximado mostrado na Equação (40):

$$\Gamma_a \approx \Gamma_1 \frac{P}{P_s(T)} \quad (40)$$

Onde Γ_1 é constante.

Depois, integrando $d\gamma$ obtém-se a Equação (41):

$$\gamma = \gamma_s(T) + \frac{R \Gamma_1}{M} \hat{T}(1 - h) \quad (41)$$

Onde $h = P/P_s(T)$; e γ_s é a tensão superficial na saturação. A variação de γ_s com T tem pouco efeito, então, γ varia quase linearmente com P , assim como com h . Portanto, tomar ∇P ou ∇h como força motriz da difusão da água adsorvida é aproximadamente equivalente (BAZANT; KAPLAN, 1996).

Em experimentos realizados por Bazant e Thonguthai (1978) foi descoberta uma propriedade interessante: para temperaturas superiores a 100°C , a permeabilidade aumenta em cerca de duas ordens de magnitude. Estudos posteriores confirmaram esse comportamento (SCHNEIDER; HERBST, 1989; KHOYLOU; ENGLAND, 1996; KALIFA; CHÉNÉ; GALLÉ, 2001; KANEMA *et al.*, 2007; NOUMOWE; SIDDIQUE; DEBICKI, 2009).

Porém, esses resultados são contraditórios com observações reportadas por Innocentini *et al.* (2001), também por Civan (2008) em outros tipos de concretos, onde provavelmente a expansão térmica dos grãos do material leva ao fechamento do espaço poroso e à redução da permeabilidade.

No entanto, acredita-se que o aumento na permeabilidade observado no concreto deve ser em função do comportamento específico do material e provavelmente resulta da degradação da sua microestrutura, devido a processos tais como a desidratação do gel de cimento e as microtrincas causadas pela expansão térmica diferencial do cimento e as fases agregadas presentes no material. Contudo, as contradições exigem futuras comprovações para confirmar se o aumento da permeabilidade é devido aos diferentes tipos de concretos avaliados.

A relação direta entre a permeabilidade e a temperatura poderia ser explicada simplesmente por um aumento drástico na mobilidade da água adsorvida (como sugerido pelo prof. F. H. Wittmann, da Delft), mas não fica claro o seu mecanismo físico disso (BAZANT; THONGUTHAI, 1978). Os argumentos sobre um aumento da porosidade geral pela diminuição do espaço médio que ocupa a trajetória das moléculas de água, ou pela redução das camadas de água adsorvida nos gargalos não são suficientes para explicar um aumento de duas ordens de magnitude na permeabilidade.

Bazant e Thonguthai (1978) propuseram outra hipótese: que o aquecimento provavelmente suaviza as superfícies dos poros que inicialmente são muito rugosas, e isso reduz a energia da superfície. Isso pode fazer com que a largura média N dos gargalos que governam o fluxo P na Figura 49 (c) aumente muitas vezes quando T excede os 100°C . O que iria facilitar a passagem da água no estado de vapor ou líquido através dos gargalos; enquanto que ao mesmo tempo o volume de poros dos gargalos ainda permanece insignificante, de modo que nenhum efeito significativo de um grande aumento relativo da largura do gargalo nas distribuições de tamanho de poros medidas possa ser detectado em altas temperaturas. Assim, enquanto na temperatura ambiente, a largura do gargalo deve estar relacionada com a porosidade capilar n_c , em alta temperatura, essa relação se quebra (BAZANT; KAPLAN, 1996) (ou então a dependência da permeabilidade definida por Powers e Brownyard (1948) sobre n_c não seria verdadeira).

Bazant e Najjar (1971) constataram que na temperatura ambiente, a permeabilidade diminui cerca de 20 vezes, na medida em que h diminui de 0,9 para 0,6. O que sugere que os gargalos são de tamanho subcapilar. Conforme estes autores, a única explicação razoável parece ser que o mecanismo de transporte de umidade no gargalo é a migração de moléculas de água dentro das camadas de água adsorvida, que ficam mais finas na medida em que a umidade relativa é reduzida e, portanto, retém com mais força as moléculas de água migratórias (BAZANT; KAPLAN, 1996).

Por esse mecanismo hipotético, Bazant e Najjar (1971) propuseram que abaixo de 100°C a dependência da permeabilidade a temperatura não é governada pela viscosidade da água ou do vapor líquido, e sim pela energia de ativação, E_a , para a migração de moléculas de água absorvidas ao longo das paredes do gargalo. Fisicamente, a principal força motriz da difusão de umidade no concreto é provavelmente a pressão de espalhamento, que é proporcional ao logaritmo da umidade relativa dos poros. Este argumento apoia a lei de transporte desenvolvida por Bazant e Najjar (1971), que pode ser utilizada para analisar a difusão de umidade em condições isotérmicas.

Uma vez que, em temperatura constante, a pressão de vapor P_v é proporcional à umidade relativa h , seria obtida uma formulação totalmente equivalente com uma lei de transporte baseada no gradiente da P_v .

O gradiente de h é problemático como força motriz quando a temperatura muda, especialmente se aumenta acima de 100°C. Em altas temperaturas, os capilares se tornam contínuos (ou seja, percolam), então é apropriado usar o gradiente de P_v como força motriz. Por esse motivo Bazant e Thonguthai (1978) escreveram a Equação (42) que governa o fluxo mássico $\vec{J}$ de umidade:

$$\vec{J} = - \frac{a}{g} \nabla P_v \quad (42)$$

Onde a é a permeabilidade da estrutura porosa dependente da umidade do poro e da temperatura, com unidades em m/s; ∇P_v é a gradiente de pressão de vapor em Pa/m e g é a aceleração da gravidade em m/s². O coeficiente a é simplesmente chamado permeabilidade, com unidades em m/s. Se o espaço dos poros fosse realmente preenchido exclusivamente por vapor, então, a seria a permeabilidade relativa do concreto ao vapor (que no subcapítulo 3.7.4 foi denotado como K_f), e a Equação (42) seria a Lei de Darcy escrita para vapor¹⁰.

Pela existência de superfícies de menisco anticlástico de curvatura total negativa, ainda poderá existir vapor nos poros, mesmo que $P_v > P_{sat}(T)$ (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

Em temperatura constante, a Equação (42) pode ser comparada com a Equação (43) de transporte de umidade proposta por Bazant e Najjar (1971, 1972), que relaciona o fluxo com o gradiente de umidade ∇h da seguinte forma:

$$\vec{J} = - c_p \nabla h \quad (43)$$

Onde c_p é a permeabilidade relativa à umidade kg/(m s) que deve ser determinada experimentalmente, h corresponde a $P_v/P_s(T)$; que leva à relação da Equação (44) que permite estimar a ordem de magnitude da permeabilidade relativa a :

$$a = \frac{c_p g}{P_s(T)} \quad (44)$$

¹⁰ Como uma homenagem ao trabalho do professor Zdenek Bazant foi mantida a nomenclatura original da permeabilidade dependente da temperatura e da humidade, a .

Para Bazant e Jirásek (2018), um valor típico da permeabilidade à umidade pode ser obtido a partir da relação da Equação (45):

$$c_p(h) = \frac{C(h)}{k} \quad (45)$$

Onde k é a capacidade de umidade inversa (a pendente inversa da isoterma de sorção) e $C(h)$ é a difusividade da umidade m^2/s , tendo valores muito baixos para concretos maduros de boa qualidade, na faixa de 10 a 20 mm^2/dia com saturação $h=1$, e valores ainda menores para concretos de alto desempenho. Para maiores informações sobre o modelo de transporte de umidade de Bazant e Najjar (1971, 1972) podem ser consultadas as informações atualizadas disponíveis em (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

Substituindo valores típicos de $C \approx 20 \text{ mm}^2/\text{dia} = 2,3 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$ e $1/k \approx 100 \text{ kg/m}^3$, obtém-se $c_p \approx 2,3 \times 10^{-8} \text{ kg/(m s)}$. Para aceleração da gravidade $g \approx 10 \text{ m/s}^2$ e pressão de saturação de vapor $P_s(20^\circ\text{C}) = 2,33 \text{ kPa}$, obtém-se da Equação (44) que $a \approx 10^{-10} \text{ m/s}$.

Essa formulação é exata somente em temperatura constante, caso contrário, as expressões deveriam conter o gradiente de temperatura (BAZANT; JIRÁSEK, 2018). Também se deve considerar que o valor utilizado para a difusividade da umidade refere-se a um estado próximo à saturação. Em baixas umidades relativas, terá uma ordem de magnitude menor.

Para comparação, o valor de permeabilidade a usado por Bazant e Thonguthai (1978) para pasta de cimento com 40 dias de idade foi de 10^{-12} m/s e estabeleceram que a permeabilidade de pastas de cimento maduras está entre 10^{-10} e 10^{-14} m/s . Para o concreto, não é necessariamente menor, porque o concreto (ao contrário da pasta de cimento) contém zonas de transição interfacial em torno de agregados, e essas zonas são provavelmente muito mais permeáveis que o restante da pasta de cimento (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

Bazant e Jirásek (2018) afirmam que a lei de transporte baseada no gradiente de pressão de vapor pode ser aplicada acima do ponto de saturação. Indicam que certamente a permeabilidade pode mudar continuamente além do ponto de saturação e que as alternativas seriam assumir que o fluxo de água seja proporcional ao gradiente de pressão P_l na água líquida ou ao gradiente do conteúdo de água evaporável W_e . Mas, que em todas as temperaturas abaixo da temperatura crítica (374°C) existe uma relação individual entre as pressões do líquido e do vapor, reconhecendo que este é realmente um assunto de discussão.

Do ponto de vista termodinâmico, uma abordagem fundamental seria usar o gradiente do potencial químico da água, uma vez que no equilíbrio termodinâmico, o potencial químico da água líquida tem o mesmo valor que o potencial químico do vapor, por isso é definido exclusivamente. Isso funcionaria mesmo para o concreto perfeitamente saturado, no qual toda a água evaporável seria líquida ou adsorvida (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

O fato de a permeabilidade ser completamente controlada pela migração de moléculas de água adsorvida ao longo dos nanoporos explica os valores extremamente baixos da permeabilidade do concreto a temperaturas normais. No entanto, quando a temperatura é aumentada acima de 100°C, a permeabilidade aumenta acentuadamente. Isso tem sido explicado pelas mudanças na estrutura dos poros menores induzidas pelo calor. Foram postulados dois tipos de mudanças:

1. Inicialmente, Bazant e Thonguthai (1978) sugeriram que, devido à tendência de minimizar a energia livre das superfícies dos poros (ou maximizar sua entropia), as paredes dos poros reduzem sua superfície, ficando mais suaves, o que elimina os gargalos mais estreitos de dimensões nanométricas que controlam a migração da água ao longo das passagens através do gel de cimento endurecido. Porém, até a data atual, não está claro se esse mecanismo desempenha um papel significativo.
2. Os hidratos de silicato de cálcio (C-S-H) produzidos por hidratação são de dois tipos: gel de alta densidade, que envolve os grãos desidratados de cimento Portland, e gel de baixa densidade. Foi mostrado por Dejong e Ulm (2007) e por Jennings e *et al.* (2007) que a alta temperatura converte o gel C-S-H de baixa densidade em gel de alta densidade. Os autores sugeriram que essa conversão produz novos canais capilares, o que pode explicar o aumento de permeabilidade.

Aparentemente, não existe informação que mostra se o concreto resfriado após o aquecimento a 100°C é muito mais permeável do que o concreto nunca aquecido (BAZANT; JIRÁSEK, 2018). Caso contrário, os dois fenômenos anteriores se tornariam questionáveis, porque em teoria, deveriam ser irreversíveis no resfriamento, reconhecendo que ainda são necessárias maiores pesquisas.

Com base no ajuste de dados de testes mais antigos, infere-se que a permeabilidade do concreto aquecido acima de 100°C aumenta cerca de 200 vezes (BAZANT; THONGUTHAI, 1978). Esse dramático aumento da permeabilidade, em duas ordens de grandeza foi confirmado para concreto de alto desempenho (SCHNEIDER, 2010). Essas observações são corroboradas pelo fato de que um cilindro de concreto de 150 mm de

diâmetro leva mais de dez anos à temperatura ambiente para secar a uma umidade quase uniforme dos poros, enquanto, em um forno a 105°C, é possível obter uma secagem quase uniforme em alguns dias.

3.8.1 Modelo da permeabilidade em altas temperaturas

No modelo de Bazant e Thonguthai (1978), a permeabilidade relativa à umidade é denominada como a , e aparece nas suas equações de conservação de massa e energia como um dos principais parâmetros. Segundo os autores, ela é fortemente dependente da umidade e da temperatura; para ser computada, propuseram uma função de acordo com uma correlação empírica que posteriormente foi conferida por Bazant e Najjar (1971) e Gong e Mujumdar (2007), obtendo resultados consistentes, e tem a forma da Equação (46):

$$a(h, T) = \begin{cases} a_0 f_1(h, T) f_2(T) & (T \leq T_{tr}) \\ a_0 f_2(T_{tr}) f_3(T) & (T > T_{tr}) \end{cases} \quad (46)$$

Onde a_0 é o valor da permeabilidade inicial a 25°C; h é a umidade relativa do poro, $h=P/P_s(T)$; e T_{tr} é a temperatura do início da transição à alta permeabilidade definida por Bazant e Thonguthai (1978) no valor de 95°C, ficando na forma da Equação (47):

$$a(h, T) = \begin{cases} a_0 f_1(h, T) f_2(T) & (T \leq 95^\circ\text{C}) \\ 5.6 a_0 f_3(T) & (T > 95^\circ\text{C}) \end{cases} \quad (47)$$

Nessa Equação, a função $f_1(h, T)$ reflete a transferência de umidade nas camadas de água adsorvida nos gargalos e de acordo com Bazant e Najjar (1972) e Bazant (1975) é expressa pela função da Equação (48) que tem a mesma forma que a fórmula de Bazant e Najjar (1971, 1972) para a difusividade da umidade:

$$C(h) = C_1 \left(\alpha_0 + \frac{1 - \alpha_0}{1 + \left[\frac{1 - h}{1 - h_c} \right]^r} \right) \quad (48)$$

Onde $C(h)$ é a difusividade m²/s da umidade h ; $C_1 = C(1)$ é a difusividade na saturação $h=100\%$; h_c é a umidade relativa do poro; r é um parâmetro proveniente da curva entre a umidade relativa e a difusividade proposta por Bazant e Najjar (1971) e o parâmetro α_0 é a relação $C(0)/C(1)$ que irá depender da temperatura.

À temperatura ambiente de 25°C, α é bastante baixa, $\alpha \approx 1/20$; a umidade de transição $h_c \approx 0,75$; por outro lado, assume-se que em 95°C, os gargalos são longos o suficiente para que a água seja transferida como líquido ou vapor. Portanto, na temperatura

de $T_{tr} = 95^\circ\text{C}$, coloca-se o valor $\alpha = 1$. Para valores de α entre 25°C e 95°C , Bazant e Thongutai (1978) utilizaram uma interpolação linear em todos os ajustes de dados mostrados, na Equação (49):

$$f_1(h, T) = \alpha(T) + \frac{1 - \alpha(T)}{1 + 256(1 - h)^4} \quad (49)$$

No entanto, subsequentemente mostraram a Equação (50):

$$\frac{1}{\alpha} = 1 + \frac{19(95 - T)}{70} \quad (50)$$

Poderia ser mais apropriado em relação à extensão abaixo de 25°C .

E na Equação (51), a função f_1 é expressa como uma função definida por partes:

$$f_1(h, T) = \begin{cases} \alpha(T) + \frac{1 - \alpha(T)}{1 + \left[\frac{1 - h}{1 - h_c}\right]^4} & (h < 1) \\ 1 & (h \geq 1) \end{cases} \quad (51)$$

Onde f_1 é igual a 1 para h arbitrário, o que garante uma transição contínua para a faixa de alta temperatura. Posteriormente essa função foi desenvolvida por Gong e Mujumdar (1995) e conferida neste trabalho de tese, resultando na função aplicável da Equação (52)

$$f_1(h, T) = \begin{cases} \frac{1.28929 - 0.013571 T}{1 + [4(1 - h)]^4} + 0.013571 T - 0.28929 & (h < 1) \\ 1 & (h \geq 1) \end{cases} \quad (52)$$

A função $f_2(T)$ denota a dependência da permeabilidade em função da temperatura quando a temperatura é menor que T_{tr} , $T \leq 95^\circ\text{C}$ e é dada por uma equação do tipo de Arrhenius, Equação (53):

$$f_2(T) = e^{\left[\frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T}\right)\right]}; \quad T \leq 95^\circ\text{C} \quad (53)$$

Onde T e $T_0 = 298$ K encontram-se na escala absoluta K; E_a é a energia de ativação para a migração de água a baixa temperatura ao longo das camadas de adsorção (multimolecular) nos gargalos; e R é a constante universal de gás. Com base em ajuste de dados, Bazant e

Najjar (1971) recomendaram para o valor de $E_a/R \approx 2700$ K. Então, resumindo fica para aplicação a Equação (54):

$$f_2(T) = e^{\left[2700\left(\frac{1}{273+T_0} - \frac{1}{273+T}\right)\right]} \quad (54)$$

Com temperatura T e T_0 em °C.

A função $f_3(T)$, da Equação (55) descreve o aumento abrupto da permeabilidade quando a temperatura do concreto é próxima aos 100°C. Bazant e Thonguthai (1978) verificaram que entre 95°C e 105°C, a função $f_3(T)$ produz um salto em duas ordens de magnitude. Imagina-se que o salto corresponda à transição do mecanismo de transferência de umidade governado pela energia de ativação da adsorção para um mecanismo governado pela viscosidade de uma mistura de água líquida e vapor. Após a conclusão da transição (em torno de 105°C), a função $f_3(T)$ segue a dependência das viscosidades da água e do vapor em relação à temperatura; teoricamente, acima de 105°C, ambas variam pouco, pelo que acima de 105°C a função $f_3(T)$ mantém-se quase constante. Esse comportamento é descrito numa forma inicial, já aplicável, Equação (55):

$$f_3(T) = e^{\left[\frac{T-T_{tr}}{0.881+0.214(T-T_{tr})}\right]} \quad T > T_{tr} \quad (55)$$

Onde T está em °C; e $T_{tr} = 95^\circ\text{C}$; esse valor de T_{tr} , como comentado previamente foi escolhido por Bazant e Thonguthai (1978) para representar o início da transição à alta permeabilidade, que combinado com uma dependência linear do parâmetro α na temperatura abaixo de T_{tr} , é descrito na Equação (56):

$$\alpha(T) = 0,05 + 0,95 \frac{T - T_0}{T_{tr} - T_0} \quad (56)$$

A Figura 50 mostra o gráfico logarítmico obtido com a formulação apresentada da permeabilidade em função da temperatura, para várias umidades relativas (normalizada com a_0 em 25°C e $h=100\%$), segundo (BAZANT; THONGUTHAI, 1978).

Mais tarde, Bazant e Goangseup (2003) consideraram que após passar 100°C a permeabilidade pode saltar apenas de entre 5 a 10 vezes e fizeram um ajuste para melhorar o encaixe com os dados experimentais. Esclarecendo que ainda não fica claro se a diferença na magnitude do salto pode ser atribuída a diferenças entre tipos de concretos.

Figura 50 - Gráfico da permeabilidade em função da temperatura.

Fonte: Produção própria do autor com a aplicação da formulação de (BAZANT; THONGUTHAI, 1978).

Decidiram, então, iniciar a transição em $T_{tr} = 373 \text{ K}$ (100°C) (BAZANT; GOANGSEUP, 2003) e redefiniram a função f_3 como a Equação (57):

$$f_3(T) = \frac{11}{1 + e^{[-0,455(T - T_{tr})]}} - 4,5 \quad (57)$$

E a combinaram com a Equação (58):

$$\alpha(T) = \frac{1}{1 + 0,253 (T_{tr} - T)} \quad (58)$$

A dependência resultante da permeabilidade à temperatura é mostrada na Figura 51.

Com base nessa formulação atualizada, reportaram ajustes razoáveis quando comparados com dados experimentais.

Deve-se esclarecer que todas essas fórmulas são de natureza empírica e que Bazant e Thonguthai (1978) determinaram as constantes numéricas e os valores dos parâmetros, ajustando os dados experimentais para um concreto específico. Neste trabalho de tese, as expressões propostas foram usadas com cuidado e recalibradas com dados resultantes da metodologia experimental para serem aplicadas no concreto refratário em estudo.

Figura 51 – Gráfico do esultado da formulação atualizada de permeabilidade.

Fonte: (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

3.9 Condutividade térmica

O grau de efeito da variação da condutividade térmica durante a secagem é um ponto de discussão que será avaliado, fornecendo diferentes valores de parâmetros, fixos e variáveis em função da temperatura no modelo matemático. Cabe sinalizar que ainda poderia haver uma relação de dependência entre a condutividade térmica e o conteúdo de umidade, porém esse assunto será deixado como uma opção para trabalhos futuros.

Bazant e Thonguthai (1978) consideraram a condutividade térmica como constante; Gong e Mujumdar (1996) consideraram o efeito da sua variação como desprezível; Fey *et al* (2016) fizeram comparações para mostrar o efeito contrário. Para Bazant e Jirásek (2018) a condutividade térmica varia consideravelmente em função das mudanças de temperatura e teor de umidade. A composição de matriz e agregados tem um efeito determinante, pois seu comportamento térmico é diferente para cada caso. Por exemplo, a condutividade térmica no concreto de cimento Portland é muito menos sensível às mudanças de temperatura e umidade do que na pasta de cimento endurecido, porque os agregados minerais, que representam a maior parte do volume de concreto são quimicamente estáveis e geralmente conduzem calor aproximadamente da mesma forma que a pasta de cimento; porém, não transferem umidade de modo significativo (HARMATHY, 1965). Então, a condutividade térmica vai depender da fração volumétrica

do agregado e de seu tipo (NEVILLE, 1997). Os valores típicos estão na faixa de 0,75 a 1,75 W/(m K) para concreto e entre 0,25 e 1,0 W/(m K) para pasta de cimento (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

A dependência da condutividade térmica efetiva do concreto na temperatura e umidade relativa dos poros pode ser expressa pela Equação (59) (PERRÉ; DEGIOVANNI, 1990; GAWIN; MAJORANA; SCHREFLER, 1999):

$$\lambda_T(h, T) = \lambda_T^{(seco)}(T) \left(1 + \frac{4n_p(T)\rho_l(T)S_l(h, T)}{(1 - n_p(T))\rho_s(T)} \right) \quad (59)$$

Com:

$$\lambda_T^{(seco)}(T) = \lambda_T^{(seco,0)} [1 + A_\lambda (T - T_0)] \quad (60)$$

Onde $\lambda_T^{(seco)}$ é a condutividade térmica efetiva do concreto seco; S_l é o grau de saturação; ρ_l é a densidade da água líquida; e ρ_s é a densidade do esqueleto sólido. A dependência da porosidade n_p em função da temperatura é dada pela função linear que se encontra no APÊNDICE D. As densidades ρ_l e ρ_s são tratadas como dependentes da temperatura, mas sua dependência em relação à umidade relativa (ou pressão dos poros) é considerada insignificante. Na Equação (59), o parâmetro $\lambda_T^{(seco,0)}$ é a condutividade térmica efetiva do concreto seco à temperatura ambiente T_0 , e um valor típico do coeficiente $A_\lambda = -5 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ (BAZANT; JIRÁSEK, 2018). Com esta formulação confirmou-se que a condutividade térmica diminui com o aumento da temperatura, coincidindo com dados dos resultados obtidos com o método experimental da norma ISO 8894 (INTERNATIONAL STANDARDS ORGANIZATION, 2007) para a medição desse parâmetro, como pode ser observado no APÊNDICE E.

Existem outros modelos para a simulação de comportamento do concreto em idade precoce, e.g. foi demonstrado que a condutividade térmica efetiva do concreto pode ser estimada a partir das condutividades térmicas de constituintes individuais (cimento não reagido, água, ar, matriz e agregados) por um procedimento de homogeneização em quatro etapas, explorando o esquema de Mori-Tanaka e os contornos de Hashin-Shtrikman (JENDELE; SMILAUER; CERVENKA, 2013). A verificação desses conceitos seria indicada para trabalhos futuros. Neste trabalho de tese foram comparados os valores fornecidos pelo fabricante, considerando a condutividade térmica como constante e os valores obtidos através das formulações da norma ISO 8894.

3.10 Calor específico do concreto

O concreto é um material compósito que está constituído por um esqueleto sólido, água líquida e gás nos poros; seu calor específico isobárico, C , pode ser obtido pela média ponderada das capacidades térmicas específicas dos constituintes individuais, utilizando frações de massa como coeficientes de peso, segundo a Equação (61) (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

$$C = \frac{1}{\rho} [(1 - n_p)\rho_s C_s + n_p S_l \rho_l C_l + n_p (1 - S_l)\rho_g C_g] \quad (61)$$

Onde C_s , C_l e C_g são respetivamente o calor específico do esqueleto sólido, da água líquida e do gás nos poros. O gás nos poros poderia se decompor ainda mais, em vapor de água e ar seco (GAWIN; MAJORANA; SCHREFLER, 1999); porém, para concretos refratários recentemente curados a fração de massa do gás poroso pode ser considerada insignificante, devido às densidades de massa muito baixas do ar e do vapor em comparação com o esqueleto sólido. Pode-se assumir que o teor de água na capacidade calorífica do concreto tem maior influência, porque o calor específico da água à temperatura ambiente é mais de quatro vezes maior que o calor específico do esqueleto e, em altas temperaturas, os calores específicos da água líquida e do vapor de água aumentam de forma importante, no entanto, a fração mássica de água nos concretos refratários curados dificilmente irá exceder 5%.

Posteriores complicações decorrem de alterações na capacidade calorífica dos sólidos no concreto, que refletem várias alterações na microestrutura do gel de cimento, bem como na estrutura cristalina do agregado. Considerando essas complexidades e como as variações em C não são muito grandes, Bazant e Thonguthai (1978) decidiram abster-se de calcular os componentes individuais de C e usaram uma dependência empírica da temperatura de C para cálculos, independentemente do teor de água, como foi feito por (HARMATHY; ALLEN, 1973).

O calor específico do concreto (o esqueleto sólido seco) pode ser aproximado por uma função linear da temperatura (BRITE, 1999), conforme a Equação (62):

$$C_s(T) = C_{s,0} [1 + A_c(T - T_0)] \quad (62)$$

Onde $C_{s,0}$ é o valor do calor específico do concreto sólido na temperatura inicial T_0 ; e A_c é um parâmetro. Valores típicos para concreto HSC são $C_{s,0}=855\text{J/(kg K)}$ em $T_0=293\text{K}$, e $A_c=0.226\text{ K}^{-1}$ (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

Davie, Pearce e Bicanic (2006) propuseram o cálculo do calor específico do esqueleto sólido com a função não linear mostrada na Equação (63):

$$C_s(T) = 900 + 80 \frac{T}{120} - 4 \left(\frac{T}{120} \right)^2 \quad (63)$$

Com T em °C para obter C_s em J/kg K.

Contudo, o calor específico de concreto secado em forno pode ser usado como uma aproximação bruta para C , (BAZANT; THONGUTHAI, 1978). Para concretos com diferentes tipos de agregados, os valores típicos de C em CNTP estão entre 840 e 1800 J/kg K (KODUR, 2014). Gong e Mujumdar (1996) e Gong e Mujumdar (2007) assumiram o valor constante para $C = 1100$ J/kg K na realização de simulações com concretos refratários.

A capacidade calorífica é em geral variável, porém, pode ser considerada constante dentro de uma faixa limitada de temperaturas (BAZANT; JIRÁSEK, 2018). Neste trabalho de tese, o corpo de prova de concreto foi aquecido por uma face somente até os 350°C, pelo que, como simplificação foi adotada a consideração do valor constante, como assumido por (GONG; MUJUMDAR, 1996).

3.11 Calor de vaporização da água

Para obter soluções analíticas num modelo transiente de desidratação do concreto foi calculado o calor da vaporização com desidratação, assumindo que a difusão de calor no concreto era linear e que a liberação do calor latente de vaporização ocorria repentinamente, após passar 100° C, independentemente da variação do conteúdo de água. Embora seja uma simplificação (porque o calor latente evolui durante a vaporização e desidratação através de uma ampla faixa de temperaturas), o efeito do calor de vaporização e de desidratação é muito pequeno, resultando no gráfico da Figura 52 (CHEUNG; BAKER, 1976).

Bazant e Thonguthai (1978) chegaram à mesma conclusão, porque como dito anteriormente, a fração mássica de água só constitui uma pequena porção da massa de concreto.

De acordo com Gawin, Majorana e Schrefler (1999), o calor latente de vaporização da água pode ser avaliado utilizando a fórmula empírica de (WATSON, 1943) apresentada na Equação (64), resultando a Figura 52:

$$C_a = \begin{cases} 2,672 \times 10^5 (T_{cr} - T)^{0,38} & (T \leq T_{cr}) \\ 0 & (T > T_{cr}) \end{cases} \quad (64)$$

Figura 52 – Calor de Vaporização da água.

Fonte: Produção própria do autor com a aplicação da formulação de (WATSON, 1943).

A temperatura T pode ser em $^{\circ}\text{C}$ ou em K, pois o que interessa é a diferença em relação à temperatura crítica da água $T_{cr} = 374^{\circ}\text{C}$ para obter C_a em J/kg. Acima de, T_{cr} , o calor latente de evaporação é zero, pois já não há mais transição de líquido para gás acima desse ponto. Em $T = 100^{\circ}\text{C}$, a Equação (64) tem como resultado $C_a = 2.256 \text{ MJ/kg}$.

Para simular a secagem de concreto refratário, Gong e Mujumdar (1996) utilizaram uma formulação que resulta no mesmo gráfico. Davie, Pearce e Bicanic (2006) também utilizaram a Equação (64); seus resultados também coincidem com os dados tabulados por Tenchev, Purkiss e Li (2001) e a assumiram como válida para a dessorção de água fisicamente ligada (adsorvida).

O calor latente de desidratação da água quimicamente ligada (absorvida), C_d , pode ser considerado constante, igual a $2,4 \times 10^6 \text{ J/kg}$ (GAWIN; MAJORANA; SCHREFLER, 1999; DAVIE; PEARCE; BICANIC, 2010). Assim, como o calor específico do concreto é aproximadamente 1000 J/kg K , a quantidade de energia necessária para liberar 1 kg de água quimicamente ligada é a mesma quantidade de energia que seria consumida para aquecer em 1°C uma massa de 2400 kg de concreto.

No modelo matemático, a energia consumida por liberação de água quimicamente ligada poderia ser incluída incrementando-se ao calor específico do concreto C o valor de $(dW_d/dT)C_d$. Obviamente, esse ajuste deve ser utilizado apenas na faixa de temperaturas em que acontece a liberação da água quimicamente ligada (e, estritamente falando, apenas enquanto a temperatura continuar aumentando).

4 AQUECIMENTO EXPERIMENTAL DO CONCRETO

Na literatura são encontrados experimentos com corpos de prova preparados com concreto civil ou refratário, de vários tamanhos, com formato cilíndrico ou prismático, desenvolvidos para estudar a evolução de faces ou para examinar a variação de massa, temperatura e pressão interna: com ou sem carga externa, com ou sem o uso de fibras poliméricas ou metálicas, com diferentes taxas de aquecimento; no caso dos refratários, para estudar a secagem e no caso do concreto civil, para estudar a situação de incêndio.

Para os concretos refratários têm sido utilizados com maior frequência corpos de provas de tamanho pequeno ou médio, com diferentes taxas de aquecimento, com ou sem patamares de temperaturas constantes no aquecimento. As amostras de tamanho menor, normalmente são colocadas dentro de um forno de mufla, aquecendo o volume total. Nesta condição, o lascado explosivo é mais facilmente replicável.

Para os concretos civis, normalmente, são utilizados corpos de provas de maior tamanho, onde a carga externa e as condições de contorno são próximas à condição real de trabalho. Os corpos de prova podem ser colocados dentro de um forno com grande capacidade para aquecer o volume total, seguindo a curva ISO 834 ou são utilizados maçaricos para esquentar rapidamente uma das superfícies. Nesta condição, o lascado explosivo pode acontecer, embora seja difícil de replicar, aparecendo mais frequentemente trincas ou desprendimento de lascas de diferentes profundidades.

Os experimentos com corpos de prova de tamanho médio, preparados com concreto civil ou refratário, são uma opção econômica para estudar o aquecimento em uma ou várias superfícies. Alguns arranjos procuram estabelecer um fluxo térmico unidirecional para validar simulações numéricas ou o comportamento do lascado explosivo, que se considera até a data atual, possua um grau de aleatoriedade.

Neste trabalho de tese foram analisados alguns procedimentos, dispositivos e instrumentos disponíveis na literatura para obter orientações e identificar problemáticas resolvidas no desenvolvimento de experimentos de secagem de refratários.

4.1 Classificação das metodologias experimentais

Apresenta-se aqui, uma proposta de classificação para os experimentos de secagem de concreto refratário em função do tamanho dos corpos de prova e considerando as capacidades necessárias dos equipamentos envolvidos. Assim, podem ser identificadas quatro escalas: pequena, média, grande e tamanho real.

4.1.1 Experimentos de pequena escala

São aqueles que podem ser realizados num laboratório normal com amostras de massa até 8,0 kg, podem ser preparados nos misturadores planetários com capacidade de até 4 litros e o aquecimento pode ser feito em fornos de mufla comerciais de laboratório, com adaptações menores.

Caracterizam-se por serem muito econômicos, práticos, rápidos e facilmente repetitivos. Trata-se de ensaios destrutivos e o descarte das amostras não representa maior problema, servindo para entender o comportamento de diferentes composições numa ampla faixa de temperaturas.

Existe uma importante quantidade de trabalhos deste tipo, por exemplo, Innocentini *et al.* (2002) estudou o comportamento de amostras de até 400gr com diferentes taxas de aquecimento; Salomão e Pandolfelli (2013) estudaram o efeito de fibras poliméricas na secagem de concretos refratários com corpos de prova cilíndricos de 40x40 mm e termopares inseridos no interior, como mostra a Figura 53, onde os valores de pressão interna foram estimados, utilizando a Equação (4) e (5) de (ANTOINE, 1888).

Figura 53 - Corpo de prova pequeno com termopares finos tipo K.

Fonte: Adaptado de (SALOMÃO; PANDOLFELLI, 2013).

Funcionam muito bem para o estudo da perda de massa e transformação de fases com diferentes curvas de aquecimento e de parâmetros envolvidos com a secagem como a permeabilidade, podendo ser utilizados intencionalmente para atingir explosões controladas com medidas de segurança; porém, não contam com todos os recursos para replicar condições próximas da realidade, onde pelos efeitos das propriedades extensivas, o comportamento resultante pode ser diferente. No caso da medição da pressão interna dos poros, podem apresentar importantes limitações, como mostrado no APÊNDICE C.

4.1.2 Experimentos de média escala

Estes experimentos são realizados com corpos de prova com massas entre 8,0 kg e 25,0 kg, quantidade de produto contida em um saco comercial de concreto refratário que ainda pode ser manuseada e transportada por uma pessoa. Os equipamentos e fornos necessários para seu aquecimento deixam de serem os encontrados normalmente nos laboratórios, necessitando de fabricação e montagens com dimensões especiais para sua realização. A montagem do presente trabalho está dentro desta classificação, como mostra o prisma 300x300x120 mm da Figura 54, moldado e curado para o ensaio termohídrico.

Figura 54 – Corpo de prova prismático para ensaio de média escala.

Fonte: Produção do próprio autor.

Estes tipos de ensaios podem ser destrutivos ou não destrutivos, dependendo da preparação dos aditamentos; serve para avaliar condições específicas isoladas com o intuito de estudar, além das transformações químicas, os fenômenos físicos envolvidos como no caso da medição de temperatura, pressão interna de fluido nos poros e variação de massa. Representam um investimento adicional, onde pode ser obtida uma boa relação de custo benefício quando comparados com experiências nas escalas grande e real. Permitem uma grande repetitividade para realizar testes de seleção, para a definição de solicitações de carga e dos diferentes tipos ou misturas de materiais.

Um dos exemplos mais citados é a montagem desenvolvida por Kalifa, Menneteau e Quenard (2000), que praticamente está se convertendo em um padrão pela quantidade de pesquisadores que têm utilizado dimensões e arranjos similares, onde o corpo de prova é um bloco prismático aquecido numa face, com várias sondas de pressão e/ou termos inseridos em diferentes profundidades.

4.1.3 Experimentos de grande escala

São aqueles com massa superior a 25 kg, que requerem mais de um saco de concreto refratário de tamanho comercial para sua preparação e qualquer manuseio ou transporte precisaria do auxílio de empilhadeiras ou equipamentos de transporte. Os dispositivos e fornos para montagem devem ser fabricados de acordo com as necessidades específicas com capacidades volumétricas que podem ser encontradas acima de 1,0 m³.

Necessita-se deste tipo de ensaios para adicionar mais solicitações ou quando é necessário avaliar o comportamento em grandes volumes de concreto com condições próximas às encontradas na realidade com o fim de garantir resultados e segurança antes de seus resultados serem levados ao mercado.

A Figura 55 mostra um exemplo da preparação e equipamentos necessários para ensaios de escala grande realizados por Nguyen (2013), justificados pela posição e profundidade exigida das sondas para medição de pressão e temperatura.

Figura 55 - Corpo de prova cilíndrico 600x600 mm em molde para 200 litros.

Fonte: (NGUYEN, 2013).

São efetuados quando se considera que o uso de amostras menores teria a consequência de tornar as medições influenciadas por propriedades extensivas e por condições próprias do ensaio, por exemplo, as condições de contorno, o tamanho dos instrumentos e as cargas externas que poderiam modificar as medições.

Normalmente são realizados após terem sido realizados vários ensaios em escalas menores. Sua vantagem é o fato de poder ser destrutivo com custos e riscos muito menores se comparado com ensaios na escala real.

4.1.4 Experimentos em escala real

Trata-se de ensaios realizados na área de aplicação, na fábrica ou na obra de construção. São os monólitos completos montados nas instalações como revestimentos, pavimentos, abóbadas, blocos ou colunas de fornos para uso nas áreas produtivas; com o preparo, condições de contorno e cargas externas correspondentes às solicitações reais.

Também poderiam ser considerados experimentos em escala real aqueles efetuados em grandes laboratórios onde se consegue igualar as condições de aplicação real. Na literatura são reportados fornos com grandes dimensões que aplicam diferentes tipos de aquecimento para ensaiar elementos estruturais, como o forno descrito por Richter (2004) para examinar segmentos de túnel, ou o utilizado por Jansson (2013), onde colocou blocos de forma horizontal equipados com sondas 10 mm abaixo da face exposta e foram feitas medições de pressão de fluidos nos poros em diferentes profundidades e com carga externa exercida com tensores Figura 56.

Figura 56 - Exemplo de ensaio em escala real.

Fonte: (BOSTRÖM; JANSSON, 2008).

Estes experimentos normalmente são não destrutivos e são efetuados para observar o resultado e comportamento do material nas condições exatas de uso, após a realização exitosa de vários ensaios em escalas menores. Quando realizados na indústria é porque já foram avaliados os riscos e aprovados para uso. As desvantagens deste tipo de ensaio são os custos e tempos que representam para sua realização, sendo indicados unicamente após caracterizações prévias com várias composições em ensaios de escala menor.

Testes com carga sobre corpos de prova de tamanho reduzido podem servir apenas como uma indicação da possível fragmentação de amostras maiores. Nos testes com amostras de tamanho médio, com uma área ao centro exposta ao fogo em uma das suas faces estarão presentes diferentes efeitos de contorno, em comparação com amostras maiores, mais representativas das estruturas reais (JANSSON, 2013).

A Figura 57 mostra um exemplo da diferença na profundidade de lascado obtida entre amostras de diferentes tamanhos preparadas por Boström e Jansson (2018), com uma área exposta ao fogo no centro delas. Nos dois ensaios, utilizaram a mesma mistura de concreto, o nível de carga e a idade foram comparáveis, mas o resultado foi muito diferente. Na esquerda, monólito em forma de bloco com 600×500×200 mm com área de queimado de 500×400 mm. Na direita, monólito em forma de bloco com 1700×1200×200 mm com área de queimado de 1500 × 1200 mm (JANSSON, 2013).

Figura 57 – Campos de profundidades de lascado em testes de diferentes tamanhos.

Fonte: Adaptado de (BOSTRÖM; JANSSON, 2008).

Em peças maiores será menor a curvatura da onda térmica que penetra o material e o efeito de trincas que atingem as superfícies laterais será menor numa maior parte da peça, em comparação com peças pequenas. Estas trincas nas superfícies laterais podem reduzir as tensões de forma direta e liberar umidade durante uma prova de aquecimento (JANSSON, 2013).

Estes resultados dão espaço para se questionar se vale a pena fazer testes em monólitos de pequena e média escala. Para Boström e Jansson (2008), sim. Eles indicaram que lajes pequenas e médias podem ser usadas em estudos preparatórios para a seleção de concreto para testes cada vez maiores, pois a laje pequena indica se há um risco de fragmentação ou explosão ou não (embora a profundidade real da fragmentação seja dependente do tamanho). Também é possível definir um sistema de classificação da severidade da fragmentação com base em testes realizados com pequenas lajes que pode ser válido para monólitos maiores.

Na realização desses experimentos, classificados por tamanho e aplicação, o estudo da influência de diferentes parâmetros (propriedades) e a medição das variáveis são efetuados para tentar descrever o efeito da composição das amostras, as curvas de aquecimento, o conteúdo de água inicial, as condições de contorno e a geometria do corpo de prova no fenômeno termo-hidro-mecânico do concreto.

Krzemien e Hager (2015) fizeram uma classificação dos experimentos para concreto civil; a classificação para concretos refratários proposta neste trabalho de tese difere um pouco porque foi considerada uma delimitação pelas diferenças que se apresentam no manuseio, requerimento de recursos, métodos e práticas de aplicação, riscos e custos nos ensaios. De acordo com Mróz (2016), deve-se reconhecer que é complicado realizar comparações diretas entre os autores devido à falta de unificação de critérios e a diferença de procedimentos utilizados, porém, segue uma análise e exposição de alguns dos que se encontram disponíveis na literatura.

4.2 Medição direta de pressão de fluidos nos poros

Na literatura são reportados diferentes tipos de sistemas para medir a pressão; com sensores manométricos eletrônicos embutidos no interior da massa de concreto ou ligados pela parte externa a sondas (tubos) com diferentes arranjos e dimensões. No caso dos sensores internos, a medição é realizada diretamente na zona de alta temperatura. No caso dos sensores ou manômetros externos, a pressão é transferida através de uma sonda (tubo) do ponto interno de medição para o sensor que se encontra fora do corpo de prova, numa região mais fria.

Na medição do aumento da pressão dentro do concreto, a temperatura que corresponde a essa mesma zona é importante. Em algumas configurações experimentais, a temperatura é medida com termopares colocados no interior da sonda de pressão, em

outras, na parte externa do tubo. De acordo com Jansson (2013), as configurações mais comuns são mostradas esquematicamente na Figura 58.

Figura 58 - Tipos de sonda para medir a pressão dos poros de concreto aquecido.

Fonte: adaptação de (JANSSON, 2013).

A) tubo embutido dentro do concreto, que transporta a pressão para um manômetro ou sensor externo. Neste e outros sistemas similares, o tubo sai do corpo de prova afastando-se da fonte de calor.

B) tubo embutido, com arame ou vara interna, para reduzir o volume vazio (ar compressível) do tubo que transporta a pressão a um manômetro externo. Em algum deles, em torno do ponto de medição é criada uma cavidade.

C) tubo embutido, com filtro de material sinterizado segurado em um copo, colocado no extremo do tubo que se encontra no interior do concreto, transportando a pressão a um manômetro colocado na parte de fora. Neste sistema, está incluído um termopar em contato com o material sinterizado para monitorar a temperatura. O termopar pode ser introduzido no tubo e servir como um redutor de volume, como mostrado na Figura 59, ou também há arranjos com o tubo vazio e com o termopar colocado por fora do tubo, ao lado dele.

D) sensor de pressão embutido dentro do corpo de prova para medição direta da pressão.

E) tubo embutido de forma transversal, paralelo à face aquecida, numa isoterma de temperatura, transportando a pressão a um manômetro externo (HIPPS; BROWN, 1984) e (FEY *et al.*, 2016).

No arrano tipo D, a pressão é medida na posição do sensor (transdutor); nos arranjos do tipo A, B, C e E, a pressão é transferida para o exterior do concreto, utilizando um meio de transmissão no volume interior do tubo até chegar a um transdutor localizado na parte externa. Para as diferentes configurações têm sido reportados os seguintes meios:

- a) ar;
- b) água;
- c) óleo;
- d) mercúrio.

No caso de Kalifa Menneteau e Quenrad (2000) e Mindeguia *et al.* (2010) foi utilizado o ar como meio de transporte no tubo, mas na conexão final com o dispositivo medidor de pressão, que estava localizado na parte de fora em condições ambientais foi utilizado um tubo flexível preenchido com óleo de silicone.

O Quadro 2 mostra um resumo com as diferentes configurações, meio de transmissão, velocidade e forma de aquecimento e a escala do experimento (conforme a definição desta tese) de alguns grupos de pesquisa que têm desenvolvido sistemas para medição de pressão nos poros de concreto aquecido, indicando quem trabalhou com refratários, a máxima leitura de pressão que reportaram assim como detalhes da relação água/cimento, diâmetros de sondas, utilização de filtro e a ocorrência de lascado explosivo. Esclarecendo que os dados são de resultados gerais de vários ensaios, não necessariamente são de um experimento somente, ou seja, em um experimento poderiam ter atingido a pressão máxima, mas não necessariamente nesse experimento aconteceu o lascado explosivo.

Como pode ser observado, cada autor e cada laboratório têm desenvolvido suas montagens em função de hipóteses, experiência e recursos próprios, ficando evidentes as diferenças nos sistemas, procedimentos utilizados e nos resultados obtidos.

No APÊNDICE B é apresentada uma revisão dos detalhes de alguns sistemas que estão disponíveis na literatura, com foco nos diferentes tipos de sensores utilizados para a medição da pressão interna de vapor nos poros e nas montagens dos sistemas experimentais. Essas informações servem de ilustração e foram de utilidade para fundamentar o desenvolvimento do dispositivo experimental para o estudo da secagem deste trabalho de tese; a sua leitura é recomendada para aqueles que pretendem desenvolver ou melhorar a tecnologia de qualquer dispositivo desse tipo.

Quadro 2 - Configurações de sistemas para estudo termo hídrico do concreto com diferentes resultados.

Grupo de Pesquisa	Configuração					Método Transmissão			Aquecimento							Escala	Concreto		Água	Variação	SONDA		P _{max} MPa	Lacado esplos		
	A	B	C	D	E	Ar	H ₂ O	Óleo	Hg	Conv	Rad	Cond	Macro	Sup	Infer		Later	Taxa			T _{max}	Anostra			Civil	Refr
Grupo de Pesquisa	•								•									270	G	•				1,80		
	•						•			•						•	16,6	800	G		•	2,0		0,69		
	•						•				•					•	480	600	G	•		? / 1,5		0,65	•	
				•						•							•	700	P	•				2,10		
					•			•			•							927	M/R		•	6,0 / ?		1,34		
	•					•														•				0,76		
	•					•				•						•		ISO 900	P/M	•		8,0 / 2,0	•			
									•											•					0,20	
				•													•				•				3,10	
			•				•			•					•			ISO 600	M	•			2,0 / 1,6	•	3,70	
Grupo de Pesquisa	•																	200	G	•				1,20		
															•				M/G	•						
											•						6,0	250	R	•		15,0		0,22		
			•							•							E119	843	P	•				5,07	•	
						•			•		•						90,0	280	P	•		2,0 / 0,5		1,25		
						•			•		•						300,0	600	P	•		? / 1,6	•	2,10	•	
			•										•					200	M/G		•			0,76		
						•								•				ISO 600	M	•		2,0 / 1,6	•	1,20		
			•				•								•			ISO 600	M		•	2,0 / 1,6	•	2,10		
	•								•	•					•			ISO 800	G/R	•		2,4 / 2,0	não	1,70	•	
Grupo de Pesquisa					•						•						RABT 1200	P	•	•		? / 2,0		0,10	•	
	•					•			•								600,0	600	P	•		? / 1,5	•	6,00	•	
					•												ISO 800	M	•	•				2,52	•	
		•				•								•			300,0	410	P	•		? / 2,0	não	3,50	•	
			•			•					•						6,0	600	G	•		? / 1,6	•	1,90	•	
									•		•						1200	1200	M	•		? / 2,0		4,70	•	
		•							•								2750	550	P	•		? / 2,0	•	0,50	•	
					•												600	600	M		•	7,5 / 12,0		3,78	•	
					•												60	700	M		•	6,0 / 2,0	•	1,80		
					•					•							60	500	G		•	6,0 / 2,0	•	1,35	•	
Grupo de Pesquisa	•								•								600	500	P	•		? / 2,0	•	1,30	•	
	•									•							ISO 800	G	•	•		2,0 / 1,5	•	2,50	•	
																	60	800	P	•		2,0 / 1,0		3,11	•	

Fonte: Produção do próprio autor.

Observações: Escala P = Pequena, M = Mediana, G = Grande, R = Real.

Taxa de aquecimento em °C/hr específicos; ou padrão ISO 834-1, ASTM 119, RABT-30.

D = Diâmetro externo, d = diâmetro interno em mm; Temperatura máxima em °C.

5 DISPOSITIVO PARA O ESTUDO EXPERIMENTAL DE SECAGEM

Na Escola de Engenharia de Lorena (EEL) da Universidade de São Paulo (USP), Brasil foi desenvolvido um dispositivo experimental para o estudo da secagem (DEES), visando analisar o efeito da velocidade de aquecimento no transporte de massa e energia através do meio poroso do concreto.

O objetivo foi de medir contínua e simultaneamente, no interior de um corpo de prova de concreto submetido a uma taxa de aquecimento controlada em uma das faces, o comportamento das temperaturas e pressões de vapor em diferentes distâncias em relação à face aquecida.

O DEES foi projetado para realizar experimentos desta tese com corpos de prova de concreto de média escala, com largura de 300 mm, profundidade de 300 mm e altura de 120 mm, em formato de prisma. Porém, o forno é versátil, pois com alguns ajustes e modificações simples na estrutura podem ser ensaiados corpos de provas de diferentes dimensões, desde pequenos cilindros até blocos cúbicos com aresta de 300 mm.

O sistema está composto de uma estrutura de aço com suportes, proteções, resistências elétricas, isolantes, sensores de pressão diferencial *piezo* resistivos, termos, controladores, leitores de dados e moldes integrados.

No projeto de desenvolvimento do dispositivo, que é próprio da EEL foi adotado inicialmente o regime de aquecimento pela parte superior e com seis sensores simultâneos de pressão e temperatura embutidos no concreto em diferentes profundidades estabelecidas em cada experimento.

O sistema foi projetado para que possa ser instalada uma balança eletrônica de plataforma (400x400 mm), com capacidade de 60 kg e saída RS232 para medir as variações de massa de forma contínua durante todo o experimento. Porém, neste projeto de tese, a medição da variação de massa dos experimentos foi realizada numa balança de plataforma industrial e registrando a massa dos corpos de prova antes e depois de cada experimento.

O sistema teve como referência o trabalho publicado e patenteado por (KALIFA; MENNETEAU; QUENARD, 2000). No entendimento de que todas as partes, a tecnologia de sensores e os acessórios do atual dispositivo foram projetados e desenvolvidos no Brasil, com características diferentes do projeto daqueles autores.

Uma distinção desta versão do dispositivo da EEL é a que fornece as vantagens de versatilidade para preparar e moldar diferentes dimensões e formatos de corpos de prova,

com a possibilidade de impor diferentes curvas de aquecimento, sendo atualmente por elemento resistivo (radiação), no entanto, com poucas modificações poderia se transformar em aquecimento convectivo. Outra diferença é a versatilidade da posição das sondas de pressão e temperatura, podendo ser colocadas na parte superior ou, com algumas modificações, pelas laterais, como o sistema publicado por Fey *et al.* (2016).

Inicialmente o dispositivo foi preparado para trabalhar com uma fonte de calor radiativa para simplificar o entendimento do fenômeno, estabelecendo condições de fluxo térmico linear e facilidade no estabelecimento de condições de contorno compatíveis com o modelo matemático. Cuidou-se para que as medições de pressão e temperatura não fossem influenciadas pelas condições de contorno laterais do corpo de prova. O esquema simplificado para os experimentos é mostrado na Figura 59.

Figura 59 - Dispositivo para medição simultânea de parâmetros de secagem.

Fonte: Produção do próprio autor.

5.1 Especificações do forno para secagem do concreto

O forno é destinado para aquecimento ou secagem de concretos normais ou refratários, constituído de um conjunto de resistências elétricas para impor um estresse térmico radiativo, cobrindo toda a superfície superior de um corpo de prova colocado 50 mm abaixo dos elementos radiantes, como mostram as Figura 59 e Figura 60.

A capacidade do forno é de 5 KW e consegue atingir uma temperatura máxima de aquecimento de 800°C. O aquecimento é controlado através de um termopar revestido de

alumina colocado 20 mm abaixo dos elementos de aquecimento, que envia sinais a um controlador de relé eletrônico.

A câmara interna de aquecimento foi montada com tijolos de refratário isolante de sílico-aluminosos (espessura 110 mm) com condutividade térmica de 0,29 W/mK a 500°C (fornecidos pela empresa Togni Refratários S/A), coberta com fibra de vidro (espessura de 150 mm), para atingir uma condição unidirecional de fluxo térmico vertical. Foram feitas duas lareiras superiores para circulação natural de ar e duas placas cerâmicas onde foram montadas as resistências elétricas; o Quadro 3 apresenta as especificações.

Quadro 3 - Forno Secagem EEL-USP.

Especificações Técnicas	
Tensão	220 V
Corrente Nominal:	10 Amperes
Potencia Nominal:	5000 W
Resistência:	1600W/220V
Termopar p/Control:	Tipo K revestido c/alumina
Salida de controle:	Pulso 4-32 V CC
Controlador:	CONSENSUM
Volume Maximo:	14 Lt
Max.Temp trabalho:	800°C
Proteção:	Fusível vidro 15 A

Fonte: Produção do próprio autor.

5.2 Estrutura do forno

O suporte consiste numa mesa, construída com cantoneira de aço ASTM A36, soldada e protegida com zarcão, com vigas móveis que suportam o corpo de prova junto com a balança e a placa dos sensores. A estrutura pode suportar um corpo de prova de até 100 kg. Os tijolos isolantes são segurados por cintas de aço extensíveis para poder se ajustar a expansões dos materiais aquecidos. No caso de se optar por um futuro aquecimento convectivo, somente seria necessário retirar os elementos radiativos e substituir por um queimador a gás. Para o caso de corpos de prova de maior tamanho, somente seria necessário colocar outra linha de tijolos verticais ou horizontais para aumentar a capacidade do forno. Para ensaios onde for intencionalmente provocada uma condição de explosão, poderá ser colocada uma malha de aço entre o corpo de prova e os cerâmicos, segurada pela estrutura metálica, como mostra a Figura 60.

Figura 60 - Mesa, vigas de suporte do molde integrado e base da balança.

Fonte: Produção do próprio autor.

Na parte inferior, as vigas seguram o arranjo de suporte de balança, a balança, a mesa móvel para suporte do corpo de prova e a chapa seguradora dos sensores de prova (ver Figura 61).

Figura 61 - Elevação e fixação da balança e chapa de sensores com elevação hidráulica.

Fonte: Produção do próprio autor.

5.2.1 Suporte do molde destacável integrado

Os corpos de prova são preparados num molde destacável integrado, suportado por uma mesa móvel de aço onde são integradas duas chapas de aço com cortes e formato específico para segurar as sondas, evitando vazamentos ou perda de massa de concreto ou água durante a cura, mostrado na Figura 62. Foram resolvidas várias complicações para desenvolver o conceito de versatilidade para as dimensões do molde.

Figura 62 - Molde, chapa seguradora de sensores, balança e seu suporte.

Fonte: Produção do próprio autor.

Na realização dos ensaios, após a cura, são retiradas as chapas laterais, permanecendo as chapas inferiores durante o aquecimento. O atual molde precisa da chapa na parte inferior, já que se optou por contar com um arranjo que permitisse trabalhar com sondas preenchidas de óleo, sendo essa condição considerada na determinação das condições de contorno do modelo matemático para simular a situação real de um revestimento refratário.

Caso fosse utilizado outro tipo de sonda, sem óleo ou encontrando a forma de preencher as sondas viradas para baixo sem contaminar o concreto, poder-se-ia prescindir das chapas inferiores e deixar a parte inferior livre ao ambiente.

Como o interesse da presente pesquisa está relacionado com os concretos refratários e, na maioria dos casos, os revestimentos cobrem uma chapa de aço ou são colocados para proteger um pavimento ou canal, a condição de contorno de aquecimento unilateral e chapa de aço na face oposta é a mais comum e foi adotada para o arranjo deste projeto.

Para a medição da perda de massa durante o aquecimento o corpo de prova pode ser colocado em equilíbrio sobre uma balança e ambos serem suportados pela estrutura metálica. A cabine de aquecimento pode ser selada ou aberta por chaminés, feitas com cortes nos tijolos isolantes para que o vapor possa sair livre de troca com meio ambiente. Da mesma forma, qualquer condensação do corpo de prova pode sair de forma livre. Se for necessário colocar alguma bandeja para proteção da balança por calor ou escorrimentos, esta também pode ser segurada na estrutura, de forma que não atrapalhe a pesagem.

5.2.2 Fonte térmica: elementos resistivos radiantes

Foram montados dois elementos térmicos compostos de suportes cerâmicos com dimensões de 197x400x34 mm com seis canais cada um, onde foram montadas duas resistências elétricas feitas de fio kanthal com diâmetro de 2 mm roscado para 20 mm com uma largura total de 2.5 m cada uma e seguradas nos extremos com concreto refratário, conseguindo uma potência de 5000 W. Pode ser colocada uma sonda para medição de temperatura/pressão entre eles. Foram resolvidas várias complicações relacionadas à fixação das resistências com o uso de tubos de alta alumina atravessando e segurando cada resistência com o concreto, como mostra a Figura 63.

Figura 63 - Fabricação e montagem de placas elétricas.

Fonte: Produção do próprio autor. (Tijolos e placas refratárias cortesia de TOGNI S/A).

5.2.3 Conexões elétricas dos elementos térmicos

Para garantir a segurança do equipamento e das instalações tiveram que ser resolvidas várias complicações relacionadas às ligações da fonte de energia elétrica de 220V; foram utilizadas espessuras de fios e conectores específicos e na ligação com o forno, para localização segura dessas conexões, foram colocados tubos de alumina como extensores como mostra a Figura 64.

Figura 64 - Ligações e montagem das placas elétricas.

Fonte: Produção do próprio autor. (Tijolos e placas refratárias cortesia da TOGNI S/A).

5.2.4 Isolamento exterior

O isolamento na parte superior dos elementos térmicos e nas laterais do corpo de prova, apresentado na Figura 65, mostrou ser de grande importância para poder atingir as diferentes temperaturas e taxas de aquecimento necessárias para os testes, já que evitou a perda de energia térmica por dissipação nessas zonas do forno. Também foi fabricada uma cobertura ou blindagem final do forno que consta de uma chapa de aço de 1,0 mm com dutos e janelas alinhadas às chaminés, ver a Figura 76.

Figura 65 - Fabricação e montagem das placas elétricas.

Fonte: Produção do próprio autor. (Tijolos e placas refratárias cortesia da TOGNI S/A).

5.2.5 Controlador digital microprocessado

Foi acondicionado um controlador marca CONTEMP Modelo C704 para programar diferentes tipos de rampas e isotermas necessárias para os experimentos de secagem, com entrada analógica universal de 0 a 5 V, que permite a conexão de um termo de controle tipo K com saída de controle tipo relé de 0 a 20 mA, com alta precisão, para controlar as curvas de aquecimento, como na Figura 66. É importante indicar que a configuração e programação deste tipo de programador não são triviais; é necessário prática para poder operar.

Figura 66 - Controladores de marca CONTEMP e SENSUM.

Fonte: Produção do próprio autor.

Foi utilizado um relé de estado sólido marca SENSUM que inicialmente apresentou problemas de funcionamento por sobreaquecimento. Para resolver a situação foi montado um dissipador de calor de alumínio na caixa do controlador. O dissipador apresentou excelentes resultados, porém ainda há margem para serem feitas melhorias na distribuição e conexões dos componentes na caixa do controlador, ver Figura 67.

Figura 67 - Relé de estado sólido do controlador e dissipador de calor.

Fonte: Produção do próprio autor.

5.2.6 Termo controlador

Para o controle das temperaturas na face aquecida do corpo de prova foi colocado um termopar tipo K com revestimento de alumina que fica entre os elementos térmicos e o corpo de prova, com uma separação de 25 mm de distância entre eles, como mostrado na Figura 68.

Figura 68 - Termopar tipo K revestido com alumina e tijolos isolantes.

Fonte: Produção do próprio autor. (Tijolos cortesia da TOGNI S/A).

O termopar envia os impulsos elétricos entre 0 e 5 V ao controlador para este acionar o relé e atingir os valores de temperatura programados para o aquecimento, a Figura 69 mostra os SP (*Set-Points*) para rampas e isotermas em diferentes tempos.

Figura 69 - Curva de aquecimento exemplo.

Exemplo de um Programa de Rampas e Patamares com 5 Segmentos.

Fonte: Manual de operação de controladores da CONTEMP¹¹.

¹¹ Contemp. **Manual de Instruções**. Disponível em: http://contemp.com.br/wp-content/uploads/2012/03/C704_C705_C709_view.pdf. Acesso em: 7 set. 2017

5.2.7 Componentes para captura e arquivo dos dados

A parte eletrônica para efetuar a leitura e gravação de dados foi desenvolvida com uma plataforma da marca CIRCUITAR (similar ao ARDUINO), com módulos de sensores e micro controlador de entradas analógicas para monitorar sinais contínuos de tensão de 0 a 5 V, unipolares, com módulos de conversão para saída digital, programado com código ARDUINO, desenvolvido especificamente para este projeto, conforme Figura 70.

Todos os sinais obtidos pelos sensores foram armazenados em um cartão de memória com uma frequência de leitura a cada 10 minutos com base nas reações dos compostos do cimento e a evolução da sua porosidade.

O dispositivo conseguiu realizar as medições de pressão e temperatura, bem como realizar as gravações dos dados em intervalos predeterminados.

Figura 70 - Base com módulos para termo, sensor de pressão, cartão de memória e tela.

Fonte: Produção do próprio autor.

5.3 Sondas para medição de temperatura e pressão

A obtenção das leituras de pressão interior dos poros com os recursos, materiais e tempo disponíveis foi o principal desafio e a maior inovação do dispositivo. Foram fabricados vários protótipos, entrando num processo de aprendizado, evolução e melhoria em cada experiência.

Os sistemas que alguns autores têm publicado com medições exitosas de pressão, que aparentemente são coerentes com a física do fenômeno, têm os detalhes tecnológicos publicados como restritos; essas informações têm certo sigilo e normalmente são registradas como patente.

As sondas fabricadas para este trabalho estão compostas de um tubo de aço inoxidável A269, sem costura para evitar risco de separação no mesmo tubo, com diâmetro externo de 9,53 mm e interno 6,53 mm. No momento da realização dessa fase do trabalho de tese, esse foi o menor diâmetro de tubo de aço inoxidável sem costura que foi encontrado disponível no mercado.

Num dos extremos da sonda foi colocado um filtro de aço sinterizado, da empresa BRATS com formato de pastilha com dimensões: diâmetro 7,2 mm, espessura 4 mm; com tamanho do poro “GG” (alta porosidade), estimado entre 40 e 60 μm . Na Figura 71 (esquerda) são mostrados alguns dos diferentes tipos de filtro de aço sinterizado, identificando com uma seta vermelha o filtro utilizado para os experimentos. Para colocar o filtro, o extremo do tubo foi aquecido até obter dilatação, incrementando o diâmetro interno, sendo então inserida a pastilha de aço. A Figura 71 (centro) mostra a pastilha montada no extremo do tubo. A função desse filtro é não permitir a passagem da pasta de cimento para o interior do tubo durante a moldagem, porém, que posteriormente permitisse a passagem livre do vapor durante o aquecimento. A Figura 71 (c) mostra os Filtros e sondas montadas no molde.

Figura 71 - Filtro de aço sinterizado montado no extremo do tubo.

Fonte: (esquerda) BRATS¹²; (centro) e (direita) Produção própria do autor.

¹² Disponível em: <http://www.brats.com.br>. Acesso em: 25 mar. 2016.

No outro extremo da sonda foi colocada uma conexão em “T” ligada a um sensor *piezo* resistivo de pressão diferencial MPX5999D, programado com ARDUINO, posicionado num dos extremos finais. No outro extremo foi inserido no tubo um termopar tipo K, com 3 mm de diâmetro até ficar com 5 mm de separação do filtro de aço sinterizado, como mostra a Figura 72.

Figura 72 - Projeto e protótipos de sensor simultâneo de pressão-temperatura.

Fonte: Produção do próprio autor.

As sondas foram montadas e seguradas em duas chapas de aço, uma inferior com guias recortadas para garantir que entrem e fiquem na posição específica de medição no centro do molde, dentro de uma área de 10 cm², como mostra a Figura 177 direita; e como se vê na parte inferior da Figura 73. E a outra chapa acima, com cortes e formato para que as sondas fiquem alinhadas verticalmente, serviu para reduzir espaços e evitar vazamentos, como mostra a Figura 74. A espessura total da carcaça inferior foi de 4,0 mm. Os sensores, posteriormente, ficarão imersos no concreto do corpo de prova. As conexões dos fios para a transmissão dos dados elétricos foram feitas pela parte inferior do forno com mostra a Figura 73.

Figura 73 - Posição dos sensores abaixo do corpo de prova, segurados pela chapa.

Fonte: Produção do próprio autor.

Referente às modificações nas sondas para tentar eliminar um dos principais problemas detectados, a perda de pressão por vazamento de gás ao longo da sonda devido à falta de aderência entre o concreto e o aço, realizaram-se as seguintes ações, Figura 74:

Figura 74 - Sondas com recartilhado

1.- O acabamento das sondas passou por tratamento mecânico de recartilhado mais profundo para obter uma textura onde for possível maior contato superficial das partículas de concreto.

2.- Na base e na parte superior das sondas foram colocadas rodela de aço para melhorar a vedação e evitar qualquer tipo de movimento vertical ou giratório da sonda em relação ao concreto, que possa quebrar a aderência.

3.- As operações de moldagem, pesagem e posterior montagem no forno foram realizadas com maior precaução possível para evitar movimento entre os elementos metálicos e o concreto durante a cura.

Fonte: Produção própria do autor.

Com estas sondas, a transmissão de pressão tem um longo caminho através de um grande volume, desde os filtros que estão em contato com os poros do concreto até o sensor *piezo* resistivo de pressão, na parte externa; parte do volume é preenchida com o revestimento do termopar tipo K; para estes novos experimentos, o volume restante no interior das sondas, de aproximadamente 10 mL, ocupado pelo ar, um fluido compressível que foi considerado como inconveniente para a transmissão de pressão foi substituindo com óleo de silicone da marca DIFFELEN normal, fabricado pela empresa LEYBOLD. Esse óleo normalmente é utilizado para bombas de vácuo.

5.4 Molde para conformação do corpo de prova

As paredes do molde foram feitas com chapa de aço inox de 4,0 mm com as medidas exatas para obter o tamanho projetado do corpo de prova de 300x300x120 mm, como mostra a Figura 75, na esquerda, chapas com cortes e furos para reduzir espaços e aplicação de silicone para evitar vazamentos durante a moldagem e cura do corpo de prova; e na direita, o corpo de prova moldado.

Figura 75 – Esquerda: molde e sensores. Direita: corpo de prova moldado.

Fonte: Produção do próprio autor¹³.

Nesta montagem, as coordenadas dos pontos de medição são apresentadas no Quadro 4, sendo z a distância em relação à face aquecida.

Quadro 4 – Variáveis e seus pontos de medição.

Sonda	°C	kPa	Coordenada do ponto de medição mm		
			z	y	x
1	$T(x,y,z,t)$	$P(x,y,z,t)$	20	100	100
2	$T(x,y,z,t)$	$P(x,y,z,t)$	30	200	200
3	$T(x,y,z,t)$	$P(x,y,z,t)$	40	150	150
4	$T(x,y,z,t)$	$P(x,y,z,t)$	50	125	175
5	$T(x,y,z,t)$	$P(x,y,z,t)$	70	100	200
6	$T(x,y,z,t)$	$P(x,y,z,t)$	100	200	100

Fonte: Produção do próprio autor.

¹³ Nota: Todas as chapas de aço utilizadas para a conformação do molde foram obtidas de materiais de reciclagem e peças sobrantes que foram cortadas e aproveitadas para este projeto.

O corpo de prova foi introduzido pela parte inferior do forno, utilizando um elevador manual empilhadeira e ajustando o alinhamento para a elevação. Posteriormente é retirado o elevador e são colocados os suportes inferiores da estrutura que seguram o corpo de prova, como mostra a Figura 76: o arranjo Físico do forno elétrico em serviço, com controlador de relé, sistema de leitura e armazenamento de dados eletrônico; e corpo de prova com sensores montados.

Após vários ajustes, correções e melhorias nas conexões, o funcionamento do sistema resultou satisfatório, obtendo as rampas de temperatura nos tempos esperados para a secagem das amostras.

Figura 76 - Arranjo Físico do forno elétrico em serviço.

Componentes Gerais:

1. Coberta do forno.
2. Estrutura (mesa metálica).
3. Suporte do molde.
4. Fios dos sensores e termos.
5. Controlador de relé do forno.
6. Dissipador de temperatura do relé.
7. Circuito do ARDUINO.
8. Tomada de 110V para controlador e ARDUINO.
9. Tomada de 220 V para resistências de aquecimento do forno.

Fonte: Produção do próprio autor.

Um importante alcance do desenvolvimento deste sistema integrado foi ter atingido uma importante economia no orçamento, pois o valor do investimento total não superou os USD\$3.000,00. As sondas podem ser reutilizadas após cada ensaio; após a destruição do corpo de prova seco e esfriado. As únicas partes que precisam ser substituídas são o filtro de metal sinterizado da ponta e o óleo de silicone, o que pode permitir uma grande repetitividade para experimentos futuros.

6 MATERIAIS E MÉTODOS EXPERIMENTAIS

O processo de aquecimento para secar concreto refratário foi reproduzido em laboratório com condições controladas, medindo as propriedades de entrada, de saída e a evolução das mesmas durante o processo. Os testes dos equipamentos foram feitos com diferentes tipos e tamanhos de corpos de prova para a aquisição de experiência na determinação de metodologias para este tipo de ensaio não convencional, como descrito neste capítulo.

6.1 Programa experimental

Primeiramente foram preparados corpos de pequena escala, fabricados com mistura de cimento Portland e concreto refratário sílico-aluminoso, aquecidos em forno de mufla, acondicionado para essa finalidade e posteriormente foram preparados corpos de prova de média escala feitos de concreto refratário sílico-aluminoso para uma série de ensaios realizados no dispositivo integrado DEES que foi fabricado para experimentar a secagem com a obtenção simultânea de leituras de temperatura e pressão dos poros.

As medições foram realizadas em concretos refratários hidratados em temperaturas dentro do intervalo de 25 a 350°C com o intuito de trabalhar inicialmente e de forma segura com a região de temperaturas de secagem, que teoricamente elimina a água livre, para conhecer o funcionamento do dispositivo e para quantificar os fatores que pudessem influenciar o comportamento das temperaturas e pressões. O Quadro 5 mostra o programa experimental para caracterização termo hídrica de concreto. A descrição da metodologia e os resultados dos experimentos de pequena escala podem ser consultados no APÊNDICE C. Os resultados dos experimentos de escala média são apresentados em seguida.

6.2 Experimentos de escala média

Após a solução de várias complicações na fabricação do DEES e de ter efetuado vários testes com corpos de prova de tamanhos pequenos como é descrito no APÊNDICE C, foram realizados os experimentos com corpos de prova de tamanho médio, da atual capacidade do molde e do forno, ou seja, prisma retangular de 300x300x120 mm. Nesta seção é apresentada a descrição do material e dos métodos de preparo do corpo de prova e posteriormente os resultados dos ensaios que foram possíveis completar e que são significantes.

Quadro 5 - Programa experimental com condições e parâmetros associados.

Experimento numero	Escala	Formato Corpo Prova	Tamanho Corpo Prova	Tipo de Concreto	% Agua	Tempo e condição de cura	Aquecimento	Condição a Estudar
1	Pequena	cilindro	D= 85 mm A = 110 mm	Mistura de Portland e Silicoaluminoso	5	24 hr Ar livre	Moderado Até 300°C	Comportamento de uma sonda. Comportamento circuitos elétricos.
2	Pequena	cilindro	D= 85 mm A = 110 mm	Mistura de Portland e Silicoaluminoso	5	25 hr Ar livre	Moderado Até 700°C	Comportamento de uma sonda. Comportamento circuitos elétricos Vasamento lateral do tubo.
3	Pequena	cilindro	D= 85 mm A = 110 mm	Mistura de Portland e Silicoaluminoso	5	26 hr Ar livre	Rápido Até 800°C	Comportamento de uma sonda. Comportamento circuitos elétricos Vasamento lateral do tubo.
4	Pequena	cilindro	D= 150 mm A = 120 mm	Silico Aluminoso SEM CIMENTO	2 + Ligante	27 hr Ar livre	Moderado Até 500°C	Comportamento do dispositivo geral. Comportamento de duas sondas simultâneas. Curva com varios patamares.
5	Mediana	Prisma	300x300x120mm	Refratario Silicoaluminoso Com cimento	10	48 hr Coberto	Moderado Até 300°C	Comportamento do dispositivo geral. Seis sensores simultâneos. Curva de secagem com patamar. Tempo para estabilidade de temperaturas.
6	Mediana	Prisma	300x300x120mm	Refratario Silicoaluminoso Com cimento	11	48 hr Coberto	Moderado Até 350°C	Comportamento do dispositivo geral. Seis sensores simultâneos. Curva de secagem sem patamar. Ausencia de filtro. Tempo de esfriamento.

Fonte: Produção própria do autor.

6.2.1 Materiais utilizados para experimentos nº 5 e nº 6

Para estes experimentos foi utilizado um concreto refratário de convencionalidade alta alumina, com pega hidráulica, ou seja, utiliza o aluminato de cálcio como agente de pega. Esse tipo de material é utilizado nos processos siderúrgicos, trabalhando com temperaturas acima de 1000°C. O Quadro 6 mostra a sua composição e propriedades.

Para a preparação dos corpos de prova foi utilizado como referência o método padrão da ASTM C862-16 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2016). As condições ambientais durante a preparação das amostras dentro do laboratório foram: temperatura 25°C e umidade 58%.

Quadro 6 - Composição e propriedades do concreto refratário.

Conceito	Unidade	Padrão	Temp °C	Valor Típico
Al ₂ O ₃	%	NBR 11303		73,0
SiO ₂				13,0
Fe ₂ O ₃				1,3
CaO				9,0
Densidade Aparente	g/cm ³	NBR 8382 / 62220	110	2,55
			815	2,42
			1250	2,41
Porosidade Aparente	%	NBR 8382 / 62220	110	13,0
			815	26,6
			1250	28,4
Resistência Mec. à Flexão	MPa	NBR 11222	110	11,5
			815	8,0
			1250	9,0
Resistência Mec. à Compressão	MPa	NBR 11222	110	69,0
			815	62,0
			1250	41,0
Varição Linear Dimensional	%	NBR 8385	110	-0,06
			815	-0,09
			1250	-0,06
Condutividade Térmica	W/mK	ASTM C-201	900	1,34
			1100	1,24
Tempo de Pega	min			70 - 200
Água Necessária para Aplicação	%			10,0 - 12,0
Temperatura Máxima de Uso	°C		1450	

Fonte: Produção própria do autor com informações da FDT do fabricante.

6.2.2 Método de preparo da pré mistura do concreto seco

O concreto foi pré-misturado, utilizando pá manual para eliminar qualquer tipo de segregação pelo transporte. O saco completo de 25 kg foi colocado numa lona de plástico, livre de umidade para sua manipulação, como mostra a Figura 77. Foram tomadas precauções, vertendo e misturando devagar para evitar perda de voláteis.

Essa pré-mistura manual a seco de todo o saco foi necessária já que o misturador mecânico planetário disponível era de uma capacidade máxima de 4,0 litros (aproximadamente 6,0 kg de concreto) e o corpo de prova a preparar, junto com água iria superar os 25,0 kg.

Figura 77 - Pré-mistura manual a seco para eliminar segregação.

Fonte: Produção própria do autor.

6.2.3 Método de mistura mecânica da massa de concreto

Para poder conformar um corpo de prova de tamanho médio foi necessário fazer vários lotes de 3,0 kg, já que o volume necessário superava a capacidade máxima do misturador planetário disponível. Cada lote foi pesado exatamente em uma balança de precisão ($\pm 0,2$ g) para garantir a % de água representativa.

A adição de água foi dentro dos teores indicados pela respectiva FDT do fabricante (de 10 a 12%), ver Quadro 6 de composição propriedades. Esclarecendo que os fabricantes de concreto não fornecem um valor fixo único para a quantidade de água que deve ser adicionada ao concreto durante a mistura, normalmente indicam uma faixa recomendada. A metodologia padrão é a seguinte: primeiro é adicionada a quantidade mínima especificada de água no misturador planetário, posteriormente é adicionada mais água em forma gradativa, sem exceder da quantidade máxima especificada; até que a massa adquira uma consistência com mobilidade e coesão, com comportamento plástico, i.e., deve poder adquirir formas e se for colocada numa mão com os dedos um pouco separados deve fluir um pouco sem se desprender da massa total.

Então, a quantidade exata de água que foi utilizada para cada experimento (relação água/cimento) e a porcentagem de água em relação à massa total junto com a composição do concreto está indicada na análise de variação de massa de cada experimento, veja Quadro 7 e Quadro 8. Em todos os casos foi utilizada água potável a 24°C.

No ensaio, cada lote foi previamente misturado a seco durante 1 minuto com baixa velocidade. Posteriormente foi adicionada lentamente a quantidade de água correspondente para cada lote. Misturando em úmido durante 4 minutos a baixa velocidade, a massa mostrou consistência pastosa, como demonstra a Figura 78, direita, depois foi misturada mais 1 minuto a alta velocidade para finalmente ser imediatamente vertido no molde. As preparações de cada lote foram contínuas e imediatas para minimizar a heterogeneidade no corpo de prova.

Figura 78 – Esquerda: adição de água durante o misturado úmido. Direita: aparência da massa pronta para verter.

Fonte: Produção própria do autor.

6.2.4 Método de moldagem do corpo de prova

Previamente à moldagem, os sensores eletrônicos *piezo* resistivos MPX5999D para medição de pressão passaram por um procedimento de confirmação da calibração, utilizando ar comprimido ou gás inerte (He) para conferir leituras com manômetros analógicos. O molde feito de chapas de aço e selado com silicone resistente a alta temperatura tinha as dimensões exatas para a conformação do corpo de prova, 300x300x120 mm. As paredes dos moldes foram cobertas com graxa mineral para facilitar a posterior desmontagem. Em alguns experimentos, as paredes foram cobertas com filme de PVC, mas esse procedimento mostrou maior dificuldade para a moldagem, como pode ser visto na Figura 79.

Não foi possível utilizar vibração durante a moldagem porque os sensores de pressão e as ligações eletrônicas dos fios colocados na parte inferior do molde apresentaram problemas de falso contato e fragilidade.

Após a moldagem, o corpo de prova junto com o molde foi pesado para manter um registro das variações de massa desde o início da cura.

Figura 79 - Etapas da moldagem do corpo de prova de tamanho médio para secagem.

Fonte: Produção própria do autor.

6.2.5 Cura do corpo de prova

Para evitar perda de água durante a cura, imediatamente após a moldagem, o corpo de prova foi coberto com filme de PVC aderido aos cantos do molde, depois foi transportado para a sala de fornos e coberto com plástico como mostra a Figura 80 (a) para curar durante 48 hr. Em um dos experimentos foram registradas as temperaturas das reações exotérmicas da cura, atingindo o valor máximo de 51,4°C, veja a Figura 80.

Figura 80 - Cura do corpo de prova.

Fonte: Produção própria do autor.

No ambiente da sala de fornos foi registrada uma temperatura de 29°C e umidade de 56% registrada com dispositivo eletrônico marca BaLDR, como mostra a Figura 81.

Figura 81 - Temperatura e umidade ambiental dentro da sala de fornos e na intempérie.

Fonte: Produção própria do autor.

6.2.6 Método de registro de perda de massa do corpo de prova

Após a cura, foram retiradas as paredes do molde e foi realizada a medição das dimensões do corpo de prova para ter registro de alguma possível expansão.

A medição da variação de massa foi feita numa balança de plataforma como mostra a Figura 82 em três momentos: após a cura (antes de entrar ao forno), após a secagem e esfriamento. Essas medições servem por enquanto para poder contar com um registro, embora grosseiro, global total inicial e final da variação de massa. Para trabalhos futuros, recomenda-se adaptar no forno uma balança digital e uma conexão RS232 para registrar continuamente a variação de massa durante a secagem.

Figura 82 - Balança de plataforma utilizada para pesagem do corpo de prova antes e após a secagem.

Fonte: Produção própria do autor.

7 RESULTADOS EXPERIMENTAIS

Foram realizados vários testes com corpos de prova de tamanho médio no dispositivo fabricado para a medição de parâmetros de secagem. Com estes experimentos foi possível observar o comportamento do equipamento e do material cimentício durante um aquecimento para eliminar teoricamente somente a água livre. Nos ensaios apareceram várias complicações que foram superadas com melhorias no dispositivo, molde, conexões, sensores e programação do ARDUINO.

7.1 Resultados do experimento nº 5

Nesta seção segue o produto dos experimentos que foram possíveis concluir de forma completa e que forneceram resultados aceitáveis, coerentes com a lógica do fenômeno. O aquecimento foi realizado com precauções, por enquanto utilizando curvas de aquecimento moderadas pelo risco de explosão, para evitar danos ao equipamento. Neste ponto, ainda não foram acondicionadas proteções em volta do corpo de prova, que seriam necessárias para poder atingir temperaturas mais altas de forma rápida e poder suportar o possível impacto de alguma explosão.

7.1.1 Curva de aquecimento experimento nº 5

Neste experimento, para evitar o risco de lascado violento, durante as primeiras quatro horas foi programada uma taxa inicial de aquecimento de 20°C/hr para atingir 110°C. Essa taxa de aquecimento foi uma das utilizadas por Gong e Mujumdar (1997) para as simulações onde utilizou o modelo matemático de Bazant e Thonguthai (1978). Posteriormente, foi mantida a temperatura nesse primeiro patamar de 110°C durante 10hr para observar o comportamento em cada um dos termopares no interior do concreto.

Posteriormente foi programada uma taxa de aquecimento de 30°C/hr, que se encontra dentro da faixa das utilizadas na indústria, até atingir o segundo patamar em 300°C e mantendo essa temperatura até atingir estabilidade térmica em todo o corpo de prova. Finalmente foi programada uma taxa de esfriamento natural, mantendo o corpo de prova isolado dentro do forno.

O forno trabalhou eficientemente, atingindo as temperaturas nos tempos programados. A Figura 83 mostra a temperatura do termopar de controle do forno, as rampas e patamares que se observam obedecem ao programa de aquecimento do forno.

Figura 83 - Curva de secagem programada para experimento nº 5.

Fonte: Produção própria do autor.

7.1.2 Comportamento das temperaturas experimento nº 5

A Figura 84 mostra os gráficos de temperaturas deste experimento. Para poder abreviar, identificou-se como T20 o termopar a 20 mm de profundidade, T30 o termopar a 30 mm de profundidade e assim por diante. Imediatamente é possível obter algumas informações interessantes a serem analisadas

Na Figura 84 pode ser confirmado que a primeira isoterma em 110°C mostra ser pouco eficiente para a secagem deste tipo de concreto, independentemente do tempo de permanência. Neste caso, as temperaturas em todos os termopares dentro do corpo de prova ficaram abaixo da temperatura de ebulição da água. Neste experimento, durante o período de tempo de 10 hr, os termopares apenas atingiram a temperatura máxima de aproximadamente 70°C, que é próxima às temperaturas atingidas nas reações exotérmicas de hidratação mensuradas ao início da cura, veja a Figura 80, e que são consideravelmente inferiores ao ponto de ebulição da água. Em todo caso, esse patamar estaria somente contribuindo para a cura do concreto (AKIYOSHI *et al.*, 2002; 2004).

Para uma melhor análise do comportamento das temperaturas, o gráfico da Figura 85 permite uma melhor visualização, colocando as linhas dos diferentes termopares juntas com a curva de aquecimento do forno em relação ao tempo para comparar tendências.

Neste experimento nº 5, um dos objetivos foi conferir o tempo necessário para atingir o estado estacionário de temperaturas em todos os pontos; como pode ser observado, às 21 hr o termopar controlador do forno chegou à temperatura do segundo patamar em 300°C e permaneceu fixo. E para este arranjo experimental, foram necessárias aproximadamente 8 horas mais para que todas as temperaturas chegassem ao estado

estacionário com: 220°C nos termopares T20 e T30; com 200°C nos termopares T40 e T50; com 170°C no termopar T70 e com 150°C no termopar T100, veja a Figura 85.

Figura 84 – Temperatura medida em diferentes profundidades. Experimento nº 5.

Fonte: Produção própria do autor.

Os termopares T20 e T30 (a 20 e 30 mm de profundidade) registraram uma temperatura muito similar ao longo de todo o experimento, o que pode ajudar na hora de definir as posições mais convenientes das sondas. Poderia ser assumido, por exemplo, no que refere às temperaturas, que colocar dois termômetros com intervalo de profundidade de 10 mm não faz muita diferença. Poderia ser mais conveniente colocar cada ponto de medição separado por aproximadamente 1 polegada; sem faltar os pontos de medição nas fases superior e inferior.

Figura 85 - Temperaturas internas e curva de secagem do experimento nº 5

Fonte: Produção própria do autor.

Nas posições a 40 e 50 mm de profundidade acontece algo similar, pode ser apreciada a similitude do comportamento dessas temperaturas ao longo do tempo, podendo-se prescindir de algum deles. Por exemplo, seria mais conveniente colocar somente a sonda a 40 mm.

Nesse corpo de prova de 120 mm de espessura, o termopar dos fundos, a 100 mm de distância da face aquecida, atingiu estabilidade sete horas após que o forno chegou à isoterma de 300°C na face superior, ou seja, às 28 hr do ensaio com uma temperatura de 160°C nos fundos, suficiente para evaporar e promover a saída de toda a água livre que poderia ser encontrada nessa região do corpo de prova. Esse termopar mostrou ser indispensável experimentalmente, como uma referência para assegurar que toda a massa de concreto tivesse atingido uma temperatura estável que conseguisse garantir a evaporação da água. Para experimentos com monólitos de maior espessura, esse termopar na maior profundidade pode ser considerado crítico para determinar a necessidade de um segundo patamar e garantir a eliminação da água livre de forma segura.

Foram enfrentados problemas com a capacidade de memória do ARDUINO, sendo necessário reduzir o tamanho do código para somente capturar, exibir e armazenar os dados em milivolts, que posteriormente foram convertidos em valores de temperatura ou pressão de acordo com fórmulas dos fabricantes dos sensores e dos termopares, utilizando tabelas de EXCEL.

7.1.3 Comportamento das pressões experimento nº 5

Para poder abreviar, identificou-se como P20 a sonda a 20 mm de profundidade, P30 a sonda a 30 mm de profundidade e assim por diante. A Figura 86 mostra os valores de pressão mensurados em cada posição das sondas.

Figura 86 – Pressão medida em diferentes profundidades. Experimento nº 5

Fonte: Produção própria do autor.

Neste experimento, o valor de pressão máximo atingido foi próximo aos 18 kPa na sonda P20, o que equivale a 0,177 atm; que é um valor de pressão baixo e somente sendo possível sua medição por meio de um instrumento de alta sensibilidade. Se comparados com outros valores da literatura deve-se esclarecer que as taxas de aquecimento e as temperaturas das isothermas utilizadas neste trabalho são menos agressivas, muito distantes, por exemplo, da curva ISO 834, pois aqui está sendo estudada a eliminação segura da água livre e não se está tentando replicar uma condição de explosão.

Pode-se perceber, claramente, que o pico de pressão dos poros nas diferentes profundidades apareceu no momento em que as temperaturas nessas mesmas profundidades atingiram aproximadamente 100°C, próximo das 18 hr, no momento em que a temperatura da face quente e da temperatura do forno se encontrava próxima aos 250°C.

Uma observação interessante nestes gráficos de pressão é a segunda elevação, ou segundo pico de pressões que é registrado em praticamente todos os sensores por volta das 21 hr do experimento. Outros autores como Fey *et al* (2016) têm percebido esse comportamento, assumindo que a causa desse segundo incremento de pressão pode estar relacionada com a liberação de água quimicamente ligada, notando que este tipo de comportamento representa um desafio adicional na hora de fazer a simulação computacional.

Comparando as leituras de pressão de P70 com 1,7 KPa e P100 com 4,2 KPa resulta incoerente que a pressão a 100 mm de profundidade seja maior do que a pressão a 70 mm; a única explicação possível poderia ser que houve algum tipo de falha em algum dos sensores. Porém, todos os sensores foram calibrados e testados antes da moldagem do concreto. Somente com maior número de repetições do mesmo experimento será possível chegar a conclusões.

Para analisar o comportamento das pressões também é conveniente utilizar um gráfico onde sejam apresentadas as leituras de todos os sensores através do tempo, como mostra a Figura 87.

Figura 87 - Pressões internas do experimento nº 5.

Fonte: Produção própria do autor.

Para ter uma referência objetiva das possíveis pressões máximas que poderiam ser atingidas dentro dos poros do concreto, pode-se realizar uma comparação com as pressões de saturação de vapor calculadas com a Equação de Antoine. A Figura 88 mostra o gráfico da pressão de saturação de vapor P_s em função das temperaturas atingidas em diferentes tempos no ponto de medição da pressão a 20 mm de profundidade.

Figura 88 - Evolução da pressão de vapor P20 e a curva de pressão de saturação.

Fonte: Produção própria do autor.

7.1.4 Análise da variação de massa experimento nº 5

Para a preparação do corpo de prova foram preparados, no misturador planetário 9, lotes com as quantidades de cimento e água mostradas no Quadro 7.

Durante a cura não houve perda de água. Após a moldagem foi medida a massa do corpo de prova, registrando 27,0 kg, após as 48 hr de cura (e antes de começar o aquecimento) novamente foi medida a massa do corpo de prova, mantendo os mesmos 27,0 kg sem mostrar variação, o que mostra que a cobertura com filme PVC e plástico deu resultado.

Após o aquecimento até 300°C durante 40 hr e posterior esfriamento foi medida a massa do corpo de prova, registrando 25,15 kg, ou seja, foram retirados 1,85 kg de água; o que significa que houve uma perda de massa de 6,85%. Como T100 atingiu o equilíbrio térmico acima de 150°C, acredita-se que saiu toda a água livre.

Restaram ainda dentro do corpo 0,95 kg de água. Então, após o aquecimento, o conteúdo de água no concreto ficou em 3,76%.

Quadro 7 - Lotes de concreto misturados.

Lote	Cimento	Água
No.	Kg	kg
1	3,000	0,340
2	3,000	0,340
3	3,000	0,340
4	3,000	0,350
5	3,000	0,350
6	3,000	0,350
7	3,000	0,350
8	3,000	0,350
9	0,203	0,027
Total	24,203	2,797
Massa Total:		27,0

Conteúdo de água do experimento nº 5:

Com referência à massa total, a porcentagem de água na massa misturada foi de 10,36 %.

A relação água/concreto foi de 0,1156.

Fonte: Produção própria do autor.

7.1.5 Medição dimensional após secagem

A medição da mudança dimensional permanente é um registro das medidas de mudanças nas dimensões do material refratário entre o estado após o vertido, após a cura e posteriormente, depois da secagem e depois da queima.

Nestes experimentos amostras refratárias foram medidas dimensionalmente após a cura e a secagem. Foi utilizada uma régua como ferramenta de medição dimensional para o prisma de 300x300x120 mm, colocada firmemente nas 12 arestas da peça.

Foram conferidas as dimensões do corpo de prova antes e depois da secagem, encontrando-se que não houve mudanças de tamanho.

7.1.6 Inspeção visual após secagem experimento nº 5

Não foram encontrados rastros de lascado, nem trincas, nem qualquer outro tipo de dano no corpo de prova nas temperaturas de secagem trabalhadas.

O que pode ser percebido são zonas irregulares na forma do corpo de prova. Acredita-se que este fato ocorreu devido à falta de vibração da amostra, como pode ser visto na Figura 89.

Figura 89 - Corpo de prova após aquecimento até 300°C.

Fonte: Produção própria do autor.

7.2 Resultados do experimento nº 6

Neste experimento novamente foram ensaiados corpos de prova sob temperaturas somente com a finalidade de eliminação da água livre; porém a curva foi sem patamar, com uma taxa de aquecimento e temperatura final maior para investigar a possibilidade de obter leituras de pressão com valores maiores.

Nas primeiras horas do experimento o sensor de pressão da sonda a 45 mm de profundidade entrou em falha e não foi possível obter seus registros de pressão, somente de temperatura. Os demais sensores funcionaram de forma normal, aparentemente.

Neste experimento foram colocadas duas sondas na mesma profundidade de 30 mm, com a distinção que uma delas foi testada sem colocar o filtro de aço sinterizado e a outra de forma normal, com o filtro na ponta superior. A ideia foi para conferir se o filtro tem algum efeito negativo na passagem de pressão, ou seja, se ao eliminar o filtro é possível melhorar o registro de pressão. Para tentar evitar a entrada de massa de concreto dentro da sonda sem filtro a ponta do tubo foi coberta com um filme de PVC.

7.2.1 Curva de aquecimento experimento nº 6

Foi utilizada uma velocidade de aquecimento de 65°C/hr ($1,1^{\circ}\text{C/min}$), que é mais rápida se comparada com o experimento prévio, porém, que se encontra dentro da faixa das taxas mais altas utilizadas na indústria até atingir a temperatura final de 350°C em 5 horas. Para nesse momento iniciar um patamar (isoterma) durante 12 horas para observar se nesse tempo é atingido o estado estacionário das temperaturas. Finalmente, foi efetuado um esfriamento controlado com uma taxa de 40°C/hr até a temperatura ambiente de 25°C , mantendo o corpo de prova isolado dentro do forno.

Novamente o aquecimento foi realizado com precauções e monitoramento contínuo para evitar riscos de explosão, pois ainda falta fabricar e colocar as malhas de proteção para casos de explosão.

O forno trabalhou corretamente, conseguiu atingir a temperatura final no tempo programado. A Figura 90 mostra a temperatura do termopar de controle do forno.

Figura 90 - Curva de secagem programada para experimento nº 6

Fonte: Produção própria do autor.

7.2.2 Comportamento das temperaturas do experimento nº 6

O comportamento das temperaturas pode ser observado nos gráficos da Figura 91. Os termopares a 30 mm de profundidade foram colocados próximos para poder comparar a diferença de temperaturas registrada entre as sondas com e sem filtro. Pode-se observar que em relação a essa configuração, aparentemente não houve diferenças relevantes.

Figura 91 – Temperatura em diferentes profundidades. Experimento nº 6.

Fonte: Produção própria do autor.

Em todos os gráficos pode-se observar que entre às 5 hr e 6 hr do ensaio foi registrada uma descontinuidade no aquecimento, que pode ser observada mais intensamente no termopar a 110 mm de profundidade. Essa irregularidade pode ser interpretada pela mudança de capacidade calorífica da água líquida para o vapor, provavelmente a demanda de energia do calor latente de vaporização que pode gerar esse

feito. A leitura de dados foi programada para ser tomada a cada dois minutos, pelo que pequenas diferenças no comportamento podem ser percebidas.

A máxima temperatura atingida no T110, a parte mais profunda do corpo de prova foi de 160°C, praticamente a mesma temperatura do experimento anterior. Esse termo continua sendo uma importante referência e é um caso diferenciado em relação a outros experimentos na literatura, pois neste caso se está considerando uma condição de contorno, no fundo do corpo de prova, consistente de uma chapa de aço com 4 mm de espessura.

O gráfico da Figura 92 permite a comparação do comportamento de todas as temperaturas a diferentes profundidades em relação à temperatura do forno e ao tempo.

Figura 92 - Temperaturas internas e curva de secagem do experimento nº 6

Fonte: Produção própria do autor.

Para o corpo de prova com 120 mm de espessura, o aquecimento até 350°C da face superior, mantido durante somente 12 horas não permitiu às temperaturas interiores chegarem à estabilidade, porém, parece que estavam próximas. O termopar T20 atingiu a temperatura máxima de 270°C, isto é, 80°C menos que a temperatura da superfície superior, similar ao experimento nº 5.

A curva de secagem do experimento nº 6 mostrou a restrição do arranjo experimental, pois as temperaturas no interior atingiram o limite de resistência do óleo de silicone, podendo afetar a veracidade de alguma possível leitura de pressão.

Pode-se observar que neste caso, as curvas T20 e T30 ficaram um pouco mais separadas, diferentemente do experimento nº 5, o mais provável é que o tempo da isoterma a 110°C daquele experimento permitiu a estabilidade e deixou as temperaturas mais próximas.

Todos os termopares nas diferentes profundidades mantiveram um gradiente de temperatura na etapa de maior aquecimento, o que mostra a importância de utilizar isotermas, principalmente em casos de materiais com alta expansão térmica.

Neste experimento, durante a etapa de esfriamento as medições de temperaturas continuaram todo o tempo em que o corpo de prova precisou, até estabilizar na temperatura ambiente, que foi de aproximadamente 30 horas.

7.2.3 Comportamento das pressões experimento nº 6

A Figura 93 mostra os gráficos de cada um dos pontos de medição de pressão nas diferentes profundidades. Neste experimento, com uma taxa mais rápida e maior temperatura final de aquecimento foi registrada uma pressão um pouco maior que o ensaio anterior, desta vez foi atingido um valor próximo aos 27 kPa na sonda P20, o que equivale a 0,266 atm.

Novamente, se observa que o pico de pressão nas diferentes profundidades foi registrado no momento que as temperaturas nessas mesmas profundidades atingiram aproximadamente 100°C, desta vez próximo às 5 horas, os sensores mais próximos à face quente e próximo às 6 horas nos sensores mais profundos; coincidindo com a descontinuidade dos gráficos de temperaturas que se observa mais claramente às 6 horas do gráfico de T110. Nesse momento, as temperaturas do forno e a face quente já estavam em 350°C.

Surpreendeu o fato que o P30 (sem filtro) tenha registrado leituras de pressão desprezíveis em comparação com a sonda P30 (com filtro) que mostrou atingir dois picos de pressão, um às 3:20 hr com 24.5 kPa e o pico maior às 5 hr com 27 kPa, que é o mesmo valor que atingiu T20 nessa hora.

O pico às 3:20 hr do P30 (com filtro) aparentemente não mostra uma relação lógica de comportamento, pois nessa hora a sonda estava com uma temperatura de aproximadamente 50°C, pelo que poderia ser assumido que esse pico pode ser algum ruído no sistema. Estas incoerências mostram a necessidade da realização de mais experimentos, com uma mesma curva de aquecimento e a mesma preparação e tipo de concreto, para poder ter repetitividade nas condições e obter valores de desvio nos dados resultantes.

Figura 93 – Pressão medida em diferentes profundidades. Experimento nº 6

Fonte: Produção própria do autor.

A Figura 94 mostra os gráficos com as leituras de pressão de todos os sensores de pressão ao longo do tempo para melhor comparação.

Figura 94 - Pressões internas do experimento nº 6

Fonte: Produção própria do autor.

É pertinente esclarecer que as leituras de pressão não iniciam com valor zero. Os circuitos eletrônicos mantinham um valor mínimo em mili volts da voltagem de entrada.

A Figura 95 mostra o gráfico de pressão vs temperatura, considerando a pressão de saturação de vapor calculada com a fórmula de Antoine para as temperaturas do T20 e sua comparação com as leituras de pressão de P20.

Figura 95 - Curva da saturação de vapor em comparação com as leituras de pressão obtidas.

Fonte: Produção própria do autor.

A Figura 96 mostra o gráfico de pressão vs tempo, considerando a pressão de saturação de vapor calculada com a fórmula de Antoine no tempo correspondente para as temperaturas registradas no T20 e sua comparação com as leituras de pressão de P20.

Figura 96 - Evolução da pressão de vapor P20 e a curva de pressão de saturação de vapor.

Fonte: Produção própria do autor.

7.2.4 Análise da variação de massa experimento nº 6

Para a preparação do corpo de prova foram preparados, no misturador planetário, 12 lotes com as quantidades de cimento e água mostradas no Quadro 8. Foi necessário fazer mais lotes de menos tamanho, pois o misturador planetário estava sendo forçado com lotes maiores.

Na pesagem destes lotes foi calculado o aumento em 1% de água em relação ao experimento nº 5 para observar se contribuiria para a leitura de pressões internas maiores.

Neste segundo experimento, a massa total do corpo de prova ao início da secagem era de 26,80 kg; após o aquecimento até 350°C durante 12 horas e posterior esfriamento até temperatura ambiente foi medida a massa do corpo de prova, registrando 24,95 kg, ou seja, foram retirados 1,85 kg de água; o que significa que houve uma perda de massa de 6,09%. Acredita-se que saiu toda a água livre e provavelmente alguma parte de água adsorvida.

Restaram ainda dentro do corpo 1,2 kg de água. Poderia ser assumido que é água quimicamente ligada que precisa de maior temperatura para sair do corpo. Então, após o aquecimento, o conteúdo de água no concreto ficou em 4,80%.

Quadro 8 - Lotes de concreto misturados.

Lote	Cimento	Água
No.	Kg	kg
1	2,00	0,25
2	2,00	0,26
3	2,00	0,25
4	2,00	0,25
5	2,00	0,27
6	2,00	0,25
7	2,00	0,26
8	2,00	0,26
9	2,00	0,26
10	2,00	0,26
11	2,00	0,26
12	1,75	0,23
Total	23,75	3,05
Massa Total:		26,80

Conteúdo de água do experimento nº 6:

Com referência à massa total, a porcentagem de água na massa misturada foi de 11,37 %.

A relação água/concreto foi de 0,1283

Fonte: Produção própria do autor.

7.2.5 Inspeção visual durante a secagem experimento nº 6

Durante a secagem, após ter atingido a temperatura do forno de 350°C, conseguiu-se observar muita saída de água líquida em forma de gotejamento. Assume-se que é a umidade que foi transportada de dentro para fora, que saiu do corpo de prova, que condensou na superfície para depois escorregar pelas laterais da parte exterior e finalmente gotejar. Na última hora dos 350°C foi medida a temperatura externa ambiente por baixo do corpo de prova, colocando um termômetro manual: 55°C.

7.2.6 Inspeção visual após a secagem experimento nº 6

Dimensões do corpo de prova após a secagem: nos experimentos até 350°C os corpos de prova foram medidos antes e depois da secagem e não apresentaram mudanças de dimensão.

Após sua retirada do forno foram obtidas amostras do corpo de prova com cortes em diferentes partes do volume. Essas amostras foram utilizadas para ensaios convencionais com o intuito de conferir as propriedades do material para serem utilizadas nas simulações computacionais. A Figura 97 mostra a operação de corte do corpo de prova, ressaltando que é uma operação com um grau de periculosidade e deve ser realizada com extrema precaução.

Figura 97 - Corte no corpo de prova para extração de amostras e ensaios para obtenção de propriedades.

Fonte: Produção própria do autor.

8 DISCUSSÃO EXPERIMENTAL

Foi comprovada que uma das principais complexidades é a medição de pressão e sua transmissão para o sensor *piezo* resistivo colocado no extremo final da sonda depois da conexão tipo “T”; neste capítulo serão discutidas as possíveis implicações.

8.1 Medição de pressão nos poros

Desde o início da transmissão, um possível fator é o filtro de material sinterizado que se coloca na ponta superior da sonda. A função desse filtro é deter a passagem de concreto no momento do vertido e cura, mas posteriormente, durante o aquecimento, deve permitir a passagem dos fluidos envolvidos. Neste trabalho, começando pela espessura do filtro de aço sinterizado, os experimentos mostraram que o mais recomendável seria a menor espessura possível disponível no mercado, 1 mm seria aceitável.

A largura da área de cobertura do filtro também pode influir. O recomendável seria que o diâmetro do filtro seja maior que o diâmetro interno do tubo; para isso seria necessária à adequação e soldagem de um copo para suportar o filtro e garantir que a qualidade da soldagem eliminasse qualquer possibilidade de vazamento. Não foi possível a fabricação do copo, nem a soldagem, serão indicados para trabalhos futuros. Foi utilizado um filtro com diâmetro de 7,2 mm ligeiramente maior que o diâmetro do tubo e que foi inserido a pressão. Com referência à porosidade do material sinterizado, seria recomendável que seja igual ou maior que a porosidade do concreto já seco.

8.2 Hipótese da esfera de medição de pressão

As intensidades de pressão nos poros medidas pela sonda são boas referências para comparação, porém, são muito menores que as pressões reais existentes nos poros (HIPPS; BROWN, 1984), devido ao fato de que a pressão é dissipada através de um longo volume no instrumento. A real pressão dentro dos poros deve ser muito maior.

A hipótese da “esfera de medição de pressão” em torno da sonda de pressão foi proposta por Hipps e Brown (1984) e suportada por Mindeguia (2009) para fazer a estimativa do volume de gás que é abrangido na medição. As suposições são as seguintes:

- a) o volume de concreto que aporta vapor à pressão da sonda é uma esfera de raio r ;
- b) a ponta da sonda de pressão encontra-se no centro da “esfera de medição”;
- c) a porosidade do concreto é constante, e, portanto, é constante o volume dos poros;
- d) os poros estão interconectados com a esfera;

- e) o vapor gerado dentro da esfera é dissipado somente em direção ao interior do tubo da sonda de pressão e não através da parede da “esfera” (e isto é uma suposição, pois na realidade o gás é dissipado em todas as direções).

Considera-se que o volume que abrange a medição da sonda no interior do concreto toma a forma de uma esfera ao redor do disco de metal sinterizado, com diâmetro em função do tamanho do filtro colocado na ponta da sonda, como mostra a Figura 98, a “esfera de medição de pressão” que é formada ao redor da sonda de pressão e a estimação do volume livre do sistema de medição.

Podem ser colocados dois limites neste modelo: o primeiro é que o maior diâmetro da esfera é o dobro da distância entre a ponta da sonda e a face aquecida. O mínimo diâmetro possível é igual ao do próprio tubo. No Quadro 9 estão considerados dois casos possíveis para o tamanho da “esfera de medição”: uma esfera cujo diâmetro é igual ao diâmetro do disco de metal sinterizado e uma esfera cujo diâmetro é o dobro do diâmetro do disco. Considera-se a porosidade do concreto de 20%, que foi obtida através de ensaios de densidade aparente, e que os poros estão saturados com 50% de água líquida.

Portanto, no Quadro 9 é apresentada uma estimativa do volume de gás que é abrangido na esfera de medição. Para o sistema de medição desta tese e para o concreto em estudo, o diâmetro da esfera estaria entre 7,2 e 14,4 mm e o volume de gás estaria entre 19,5 mm³ e 156,3 mm³.

Por outro lado, o volume livre da sonda de pressão deste trabalho de tese, isto é, o volume oco que não é ocupado pelo termopar, e que seria preenchido por ar ou por líquido térmico, é de aproximadamente 10.000 mm³. Como pode ser constatado, o espaço oco da sonda aumenta em mais de 60 vezes o volume de gás potencialmente abrangido na esfera de medição.

Quadro 9 - Cálculo de volumes da zona esférica teoricamente considerada.

Diâmetro da esfera (mm)	Volume da esfera (mm³)	Volume dos poros dentro da esfera (mm³)	Volume de gás dentro da esfera (mm³)
7,2	195,4	39,1	19,5
14,4	1563,5	312,7	156,3

Porosidade do concreto: 20%

Saturação de água: 50%

Fonte: Ideia original da tese de (MINDEGUIA, 2009).

Figura 98 - Volumes livres disponíveis na zona esférica e no interior da sonda.

Fonte: Adaptado do original da tese de (MINDEGUIA, 2009).

Para calcular as pressões teóricas o vapor será tratado com um gás ideal onde $P_1V_1=P_2V_2$; onde P =pressão e V =volume. A partir desta suposição é derivada a relação da Equação (65):

$$P_{(mensurada)} \times V_{(esfera+vazio da sonda)} = P_{(poros)} \times V_{(esfera)} \quad (65)$$

Na Figura 99 têm-se imagens de cortes que mostram as pontas das sondas de pressão após um teste de secagem. Pressupõe-se que a mancha acima dos filtros de metal sinterizado tenha sido criada pelo óleo. Na imagem pode-se confirmar que o diâmetro aproximado da esfera de medição é de aproximadamente 15 mm. A hipótese das esferas de medição poderia ser comprovada de diferentes formas e para os diferentes tipos e tamanhos de filtro, uma delas seria injetando um fluido com propriedades conhecidas a uma pressão conhecida em sentido inverso, num concreto com permeabilidade e porosidade conhecidas para posteriormente medir o diâmetro da esfera que abrange o volume de influência.

Figura 99 – (A) e (B) Corte em corpo de prova mostrando mancha possivelmente gerada por reações e vapores do óleo de silicone; e (C) Filtros após o ensaio.

Fonte: Produção do próprio autor.

8.3 Expansão pela vaporização

Por outro lado, o aumento de volume gerado pelo efeito do aumento da temperatura na água contida nos poros do concreto pode ser ilustrado pelo diagrama de fase "temperatura-volume" da Figura 100.

Examinando o diagrama, observa-se que o aquecimento da água líquida é acompanhado por um pequeno aumento no volume (segmento AB do diagrama para uma pressão de 0,1 MPa). Em contraste, a fase de vaporização é acompanhada, em temperatura constante, por um aumento muito grande no volume (segmento BC do diagrama para uma pressão de 0,1 MPa).

Pode-se, portanto, pensar que apenas o vapor de água, devido ao grande volume que acompanha a fase de vaporização, é capaz de compensar o grande volume livre constituído pelo conjunto da sonda bulbo-pressão de medição. Isso também implica negligenciar a expansão do ar seco. Em última análise, se assume que as pressões de poros medidas pelo sistema correspondem essencialmente a pressões de vapor (MINDEGUIA, 2009).

Figura 100 - Diagrama de fases "temperatura - volume" de água.

Fonte: Original da tese de (MINDEGUIA, 2009).

Isto é uma das justificativas pelas quais os testes realizados nesta tese e neste tipo de sistema encontrado na literatura são feitos preenchendo o tubo do sensor com óleo de silicone ou com algum líquido térmico, com o intuito de manter um volume incompressível para a transmissão de pressão. Porém há arranjos de sensores que não contemplam o uso de óleo e reportam leituras de pressão compatíveis com a pressão de saturação como (FEY *et al.*, 2016), que seria interessante testar e avaliar.

8.4 Precisão nas medições de pressão de vapor

Lembrando conceitos teóricos, entende-se que o concreto é uma estrutura porosa que geralmente é parcialmente saturada com água líquida. Porém, deve ser reconhecido que são três fluidos os que preenchem o espaço poroso (MINDEGUIA, 2009):

- a) água líquida (água livre, adsorvida e absorvida);
- b) vapor de água; e
- c) ar seco.

O espaço poroso é caracterizado pela porosidade do material; as proporções de volume de cada fluido são controladas pelo grau de saturação do material.

A interface entre a água líquida e o gás (vapor de água + ar seco) é caracterizada por um menisco côncavo resultante de sua tensão superficial e o pequeno raio do poro de concreto (a Equação de Laplace). Isso induz uma descontinuidade nas pressões do fluido.

A pressão capilar P_c é a diferença entre a pressão da água líquida P_l e a pressão do gás P_g (soma da pressão de vapor P_v e da pressão do ar seco P_a). Utilizando a Equação (66) de Kelvin, pode-se calcular a pressão capilar dentro de um poro de concreto a partir da umidade relativa do material (MINDEGUIA, 2009).

$$P_c = P_l - P_g = P_l - (P_a + P_v) = \frac{\rho_l(T)RT}{M_l} \ln\left(\frac{P_v}{P_s(T)}\right) \quad (66)$$

Onde:

P_c = Pressão capilar, Pa	ρ_l = Massa específica de água, kg/m ³
P_l = Pressão da água líquida, Pa	M_l = Massa molar da água líquida, 18 g/mol
P_g = Pressão do gás, Pa	R = constante gases perfeitos.
P_a = Pressão ar seco, Pa	T = Temperatura, K
P_v = Pressão de vapor, Pa	P_s = Pressão de saturação de vapor, Pa

Segundo Benboudjema (2002), numa temperatura de 26,8°C e com uma umidade relativa de 50%, a pressão capilar pode atingir valores elevados, de até 95 Mpa. O equilíbrio entre as tensões superficiais encontradas em um poro (interfaces água líquida / gás, líquido / sólido e gás / água sólida) leva a tensões de compressão aplicadas ao esqueleto sólido do concreto (MINDEGUIA, 2009). Essas tensões são consideradas responsáveis em grande parte pela secagem do concreto na faixa de umidade relativa de 50 a 100% (BENBOUDJEMA; MEFTAH; TORRENTI, 2007). No entanto, seria interessante acompanhar essas afirmações e cálculos com alguma forma de validação experimental.

8.5 Complicações na medição da pressão

Durante a secagem, a intensidade de pressão nos poros é considerada como a principal força motriz para o fluxo forçado de umidade e sua substituição por ar quente dentro do concreto refratário. Teoricamente, quando este material poroso está saturado de umidade e é exposto ao incremento da temperatura, sua baixa permeabilidade gera restrição do fluxo de gases, resultando altas pressões internas que causam trincas ou explosões. Dessa forma, a pressão é um dos principais fatores para poder explicar o lascado do concreto, entretanto, a sua medição física é uma das principais complicações.

Os modelos matemáticos que pretendem prever o fenômeno têm como um dos seus objetivos principais o cálculo do campo das pressões resultante das condições transientes de temperatura e umidade no meio; com a suposição de que, predizendo e controlando as pressões, poderá ser controlado o processo de secagem. Porém, para que

esses modelos possam ser considerados apropriados para a aplicação industrial ou comercial, precisam ser validados com experimentos representativos que possam fornecer medições físicas para comparação.

De acordo com Bazant e Kaplan (1996), a pressão dos poros é um parâmetro chave a ser medido, pelo que é necessária uma discussão e análise profunda do arranjo experimental desta tese, em comparação com os encontrados na literatura.

Não é simples comparar de forma direta os resultados e os diferentes arranjos experimentais existentes até atualidade, porque cada experimento foi realizado para propósitos particulares com concretos de diferentes composições, diferentes regimes térmicos e com diferentes condições de contorno. Porém, Bangi e Horiguchi (2011) compararam três tipos de sondas feitas de tubos com copos e filtro sinterizado na ponta e testaram todas as combinações, com e sem óleo, dentro dos tubos. Reportaram que a configuração com o uso de óleo e com filtro de material sinterizado na ponta forneceu as maiores leituras de pressão; 20% maior que os tubos vazios e sem material sinterizado na ponta. Essa afirmação poderia ser verificada e se fosse confirmada, ainda estaria faltando a explicação teórica de porque ocorre esse resultado. A pressão maior que reportaram foi de 6,0 MPa, sem haver apresentado lascado térmico, o que também pode ser questionado, pois essa é uma pressão considerável se for comparada com outras publicações onde apareceram lascado com pressões menores, na faixa de 2,0 MPa como na de (PHAN, 2008; ZHANMIN *et al.*, 2015).

Durante décadas têm-se dedicado esforços para o desenvolvimento e aperfeiçoamento de instrumentos e sistemas que consigam medir a pressão interna em meios porosos, inclusive em diferentes áreas científicas. Por exemplo, nas geociências, a medição da pressão nas rochas do subsolo, para valoração dos poços petrolíferos, ou nas hidroelétricas, onde o cálculo da pressão hidráulica no concreto é importante para o problema de elevação nas represas (CARLSON, 1957).

Bazant e Jirásek (2018) citam como exemplos, um da Universidade de Northwestern onde em 1984, em conexão com o departamento de prevenção de acidentes nucleares dos USA foi montado um suporte de aço cheio de concreto com um sensor piezoelétrico dentro do concreto que aqueceram a 350°C durante um mês e não foi registrada nenhuma pressão. E outro caso análogo da Universidade de Califórnia, onde em 1930 foi montado um experimento com um cano horizontal preenchido com o tipo de concreto utilizado para as represas. O cano foi conectado em uma extremidade a um tubo vertical com altura superior a 10 m preenchido permanentemente com água. Foram instalados manômetros para medir

a pressão dos poros no tubo horizontal, contudo, após várias décadas, nenhuma pressão foi obtida, nem no manômetro mais próximo, que foi colocado a uma distância de 0,3 m da extremidade úmida sob pressão, (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

Na antiga U.R.S.S., na década de 70 foram reportadas várias tentativas para medir fisicamente a pressão da água em espécimes de concreto selados ou de grande tamanho a elevadas temperaturas. Entretanto, as pressões obtidas sempre foram de várias ordens de magnitude abaixo das previstas pelas tabelas de vapor para um recipiente rígido, preenchido com água e posteriormente aquecido, (ZHUKOV; SHEVCHENKO, 1974). Da mesma forma, muitos outros intentos de medição de pressão em concreto aquecido mostraram surpreendentemente baixas pressões com ordens de grandeza muito menores que as indicadas pelas tabelas de vapor.

Uma das possíveis explicações teóricas, como se explica no subcapítulo 3.4.1, é a existência das superfícies capilares anticlásticas dentro dos poros, ou seja, superfícies com curvaturas opostas em certos pontos, com um formato parecido a uma sela de cavalo, que deixam espaços vazios entre os poros, embora com 100% umidade.

Na prática experimental existem vários fatores que precisam ser discutidos de forma detalhada, por exemplo, referente às sondas para medir a pressão, suas dimensões, diâmetros, tamanho da área de contato que irá receber e transmitir a pressão, material utilizado, tipo de filtro ou o tipo de selamento para evitar a passagem de concreto dentro do tubo ou para evitar tamponamentos na hora de verter, a transmissão da pressão dos poros até os manômetros ou sensores *piezo* resistivos, o uso de ar ou óleo como meio de transmissão, se for óleo qual o tipo mais indicado e sua estabilidade térmica nas temperaturas dos testes, (KLINGSCH, 2014). Todos esses fatores podem fazer parte de uma matriz de combinações para o desenho de experimentos.

A obtenção de temperaturas internas em amostras de concreto é relativamente fácil, assim como a medição das variações de massa; porém, a pressão nos poros do concreto, até a atualidade, é um verdadeiro desafio experimental. Neste trabalho de tese foi confirmada essa dificuldade. As pessoas que trabalharam com este tipo de experiência conhecem os problemas para obtenção de dados físicos, porém são poucas as publicações que comentam a fundo os detalhes dessas complicações e como foram superadas.

Uma das descrições mais detalhadas é encontrada na tese de Connolly (1995) onde reportou que não foi possível obter leituras de pressão úteis e é percebido o esforço dele para descrever detalhes das complicações e erros que foram possíveis superar e daqueles que não foram possíveis. Dessa forma, faltaram muitos detalhes, tal como, foram utilizados

tubos cerâmicos, mas não foi indicado qual o material desses tubos, nem a permeabilidade própria deles.

Anteriormente Harada e Terai (1991) tiveram problemas similares sem apresentar soluções claras. Connolly (1995) comentou que a magnitude potencial da pressão dos poros e o efeito que pode ter no lascado explosivo requeriam experimentações futuras. E que, provavelmente, deveriam ser considerados alguns meios indiretos para medir as pressões do poro.

8.5.1 Fluido Transmissor de Pressão

Com referência ao uso de sondas, alguns dos trabalhos que apresentaram maiores detalhes das montagens e suas dificuldades foram os de Jansson (2008), Bostrom e Jansson (2008), e a tese de Jansson (2013). Onde uma das principais complexidades tem sido a transmissão de pressão da região dos poros ao longo da sonda até chegar ao sensor que está na parte de fora e o uso de óleo para resolver esse problema.

Neste trabalho foram feitas experimentações dentro das possibilidades de tempo e orçamento. Os testes que foram realizados inicialmente utilizaram sondas feitas de tubo de aço; e como fluido de transmissão o ar que fica preenchendo o espaço livre no interior do tubo. As pressões resultantes tiveram valores desprezíveis; fizeram duvidar da coerência das leituras de pressão, questionando os volumes envolvidos e a compressibilidade do ar.

Considera-se que o volume que pode ser abrangido para a medição de pressão nos poros acima da ponta do tubo é consideravelmente pequeno em relação ao espaço vazio ao longo do tubo até chegar ao sensor. A solução prática encontrada na literatura é o uso de óleo de silicone ou líquidos térmicos, porém é questionável, porque eles começam a evaporar a uma determinada temperatura e no caso de um modelo matemático, haverá mais um componente no fluxo.

A opção de usar óleo como transmissor de pressão é feita por ele ser líquido e incompressível. A desvantagem é que esse líquido pode sofrer alterações quando é exposto a elevadas temperaturas, como expansão e em um determinado ponto sua ebulição. Então, deve-se ter muita precaução e critérios para não confundir aumentos de pressão influenciados por este elemento.

Com referência à questão do efeito negativo da expansão do óleo nas medições, Böstrom e Jansson (2008) fizeram investigações usando óleo com concretos expostos à curva ISO 834, reportando que o efeito nos resultados foi mínimo. Eles assumiram que isso

foi porque a maior temperatura somente atinge a ponta superior da sonda preenchida com óleo (BOSTRÖM; JANSSON, 2008).

Neste trabalho, optou-se por fazer provas preenchendo o tubo do sensor com óleo de silicone resistente a altas temperaturas. Foi possível conseguir óleo da marca Diffelen Normal da empresa VPC¹⁴. Esse óleo tem uma temperatura de ebulição próxima aos 200°C, com temperatura de inflamação de 246°C (classificação de inflamabilidade =1 pela *National Fire Protection Association*). Por agora, foi a única opção disponível.

Devido a essa limitação foi necessário determinar o estudo do fenômeno da secagem numa faixa de temperaturas internas que não superassem a temperatura de ebulição deste óleo. Iniciando com temperaturas máximas do forno em 300°C, posteriormente 350°C para conferir se internamente não são superadas as temperaturas críticas do óleo. Na literatura, dentre os trabalhos que reportaram o uso de óleo, não foi encontrado quais temperaturas suportam esses óleos, nem as temperaturas que gerariam algum tipo de vapor ou gas que poderia influenciar as leituras de pressão.

8.5.2 Preenchimento das sondas

Na opção do uso de óleos ou líquidos térmicos é necessário determinar a forma de colocar o fluido para preencher as sondas sem que seja misturado com o concreto. O molde de Kalifa, Menneteau e Quenard (2000) mostra as sondas colocadas para baixo, veja o APÊNDICE B. Eles explicaram que a parte metálica das sondas ficou com ar e foi na conexão externa que utilizaram o óleo.

O arranjo com o tubo saindo de forma lateral ao longo das isoterms, como aquele utilizado por Tanibe *et al.* (2011) é promissor, veja o APÊNDICE B, mas, se for utilizar óleo será necessário definir como colocar o óleo nessa posição lateral para não escorregar nem se misturar com o concreto e conferir a presença de trincas ao longo do tubo, pois esses fatores causam vazamentos. Outros arranjos laterais foram apresentados por Zhanmin *et al.* (2015) e Fey *et al.* (2016), porém eles não utilizaram nenhum tipo de óleo dentro dos tubos.

Jansson e Bostrom (2008) utilizaram sondas colocadas de forma inclinada, aproximadamente 60° e detalharam o preenchimento dos tubos, utilizando inicialmente eletrodos sem revestimento para evitar a entrada de concreto e posteriormente, com o uso

¹⁴ Vacuum Products Canada Inc. **Material safety data sheet**. Disponível em: <https://studylib.net/doc/7695576/diffelen-normal---vacuum-products-canada-inc>. Acesso em: 26 jun. 2017.

de uma agulha de injeção, preencheram as sondas com óleo de silicone Sil 300 da empresa Haake (JANSSON, 2006). O preenchimento foi de baixo para cima, evitando deixar ar preso dentro do tubo (BOSTRÖM; JANSSON, 2008).

Neste trabalho, as sondas foram preenchidas com um funil fino, colocando o filtro na parte inferior, permitindo a saída de todo o ar e posteriormente introduzindo os termopares para cobrir todo o volume.

8.5.3 Tubos para sondas

Com referência aos tubos para fabricação das sondas são reportados na literatura diferentes tamanhos de diâmetro interno e externo com diferentes resultados. Devido ao volume de transferência de pressão entre a zona de medição dos poros e o sensor externo, assim como o efeito que poderia ter o fluido transmissor, existe uma tendência a utilizar tubos com diâmetros do menor tamanho possível, de preferência capilares, de 2 mm com espessuras de parede menores de 0,5 mm, onde inclusive, o volume oco interno é reduzido, colocando um termopar com diâmetro de dimensões justas ao interior do tubo ou algum arame para substituir o espaço ocupado pelo ar. Porém não foram encontradas maiores especificações em relação aos tubos, como o material (a maioria utiliza aço inoxidável) e o processo de fabricação (ou se são tubos com costura ou sem costura).

Neste trabalho, o tubo de menor diâmetro que foi possível conseguir, sem costura, oferecia um grande espaço, mesmo com o termopar inserido nele. Por isso foi resolvido manter as sondas preenchidas com óleo até o sensor. Foram necessários 10 ml de óleo por sonda e posteriormente foi vertido o concreto com as sondas em posição vertical, adotando a condição de contorno, considerando a chapa de aço na face inferior não aquecida.

Uma das principais complicações são as trincas próximas ao sensor, que podem ocasionar despressurização no ponto de medição por vazamento; todo tipo de montagem com materiais de diferentes expansões térmicas pode ter esse tipo de problema. O arranjo preferível poderia ser o do tipo D com um sensor pequeno embutido no concreto, como mostra a Figura 58, mas com os fios elétricos saindo do corpo de prova de forma horizontal ao longo das isoterma e não de forma vertical (JANSSON, 2013). Porém, essa opção também apresenta limitações, por exemplo, o tamanho deve ser o suficientemente pequeno para não ser invasivo e o principal problema é que precisa ter boa resistência à alta temperatura, além da questão do orçamento.

Neste trabalho de tese foi detectado o problema de vazamento de pressão ao longo da parte externa da sonda que fica em contato com o concreto. Foi possível solucionar

modificando o acabamento superficial do tubo, utilizando recartilhado, como mostrado na Figura 74. Esse acabamento áspero melhorou a aderência entre o tubo de aço e o concreto, já que as partículas do concreto entraram nos espaços abertos do metal, ficando hermético e evitando que a pressão escape ao longo da parte externa do tubo.

Também foram eliminados vazamentos na saída dos tubos, na base do corpo de prova, soldando rodela no tubo, melhorando o formato do suporte dos sensores, colocando uma chapa de aço inferior furada e selamento com silicone para alta temperatura. Aparentemente, Connolly (1995) e Dal Pont (2005) também encontraram esse problema; nos esquemas dos seus arranjos aparece a indicação de selamento na saída dos tubos.

A vedação é fundamental para estabelecer um fluxo hidráulico unidirecional, evitando a saída da umidade pelas faces laterais. Felicetti, Lo Monte e Pimienta (2017) testaram vários sistemas de vedação, encontrando que o uso de silicone e folhas de alumínio deram os melhores resultados.

8.5.4 Filtros de material sinterizado

Uma das principais funções do filtro é a de evitar a entrada de pasta ou agregado na entrada do tubo metálico, existindo várias alternativas. Como exemplo, Choe *et al.* (2019) colocaram parafina para selar durante a moldagem, entretanto, como a parafina tem um ponto de fusão de 62°C, derreteu antes da geração de pressão do vapor, liberando a passagem para sua transmissão aos sensores de pressão.

O arranjo com o tubo desencapado e sem filtro gerou um maior grau de variação em comparação com os arranjos onde foi utilizado um copo com um filtro sinterizado como o do Kalifa, Menneteau e Quenard (2000) ou como do Phan (2005), que em teoria, conseguiram medir uma média em uma área maior, a área de coleta de pressão, onde as leituras são mais próximas da pressão média real do corpo de prova; considerando que a linha horizontal é isobárica e influenciada pelo tamanho e forma dos agregados, como mostra a Figura 101 (c), porém, essa teoria ainda precisa ser comprovada experimentalmente (BANGI; HORIGUCHI, 2011; JANSSEN, 2013). Aparentemente a sonda com copo é uma boa alternativa, pois o copo ajuda eliminar vazamentos ao longo do tubo em contato com o concreto, isso junto com boa vibração na preparação e recartilhado num tubo de diâmetro menor seria recomendado para trabalhos futuros.

Neste trabalho foram utilizadas sondas com filtros de aço sinterizado nas pontas, sem copo, como o mostrado na Figura 101 (a), só que em posição invertida; e foi feito um teste com uma sonda sem filtro, que foi coberta com filme de PVC para evitar entrada de

massa na preparação e que numa temperatura maior iria se fundir deixando a entrada livre para pressão de vapor, porém esse sensor detectou leituras de pressão pouco significativas em comparação com outra sonda com filtro que foi colocada na mesma profundidade.

Figura 101 - Comparação de sondas com e sem copo e filtro sinterizado.

Fonte: Original da tese de (JANSSON, 2013).

Nos experimentos realizados nesta tese foi comprovada a condensação de umidade pelo escorrimento de água líquida durante o aquecimento; também encontrou-se experimentalmente que no concreto aquecido de forma rápida pode ser criada uma zona de condensação, ou seja, umidade líquida (BOSTRÖM; JANSSON, 2008; JANSSON; BOSTROM, 2010). No caso de uma configuração de tubo com copo e filtro sinterizado como mostra a Figura 101 (c), um motivo possível de erro pode ser que uma porção extra de umidade líquida possa ficar presa no material sinterizado, em comparação com o concreto ao redor, quando é transportado o entupimento de umidade (*moisture clog*), o que pode causar um possível erro (BOSTRÖM; JANSSON, 2008), como mostra a fenomenologia possível do transporte de condensação da umidade retida no sensor com copo e material sinterizado da Figura 102. As linhas horizontais são limites para o entupimento da umidade, influenciadas pelo tamanho e formato dos agregados. As setas vermelhas representam o fogo, as setas escuras mostram o transporte de água líquida a partir do ponto de pressão mais alta e as setas claras representam o transporte de gás a partir do ponto de maior pressão (JANSSON, 2013).

Quando o calor continua aumentando, a umidade extra evapora, o que diminui levemente a taxa de aumento da temperatura e dá uma contribuição adicional para a leitura

da pressão. Em particular, um fator que pode afetar a leitura é quando a porosidade do material sinterizado é maior que a pasta de cimento circundante.

Jansson (2013) propôs a introdução de orifícios na parte superior da carcaça de metal do material sinterizado. Em teoria, isso permitiria que a umidade passasse pelo ponto de medição sem ficar presa. Até o momento, nenhum experimento conhecido foi realizado para apoiar ou refutar esta proposta.

Figura 102 - Fenomenologia possível do transporte de condensação da umidade retida.

Fonte: Original da tese de (JANSSON, 2013).

O tipo de material sinterizado utilizado por Fey *et al.* (2016) parece apropriado em termos de captação da pressão dos poros e aparentemente não apresentaram nenhum tipo de complicação; lamentavelmente no momento da fabricação dos protótipos não foi possível encontrar no mercado chapa de metal sinterizado comercial para testar o arranjo.

As sondas utilizadas por Felicetti, Lo Monte e Pimienta (2017) foram feitas com tubo curvado com termopar dentro, além de ser preenchido com silicone e informaram que as pontas foram feitas com forma de agregado e deram bons resultados. Seriam necessárias maiores informações para a fabricação desse tipo de material.

8.5.5 Fonte do regime térmico

Outro elemento a ser considerado é a fonte e direção do vetor de energia térmica, que pode ser pela parte superior (KALIFA; MENNETEAU; QUENARD, 2000; BANGI; HORIGUCHI, 2011; FEY *et al.*, 2016) ou pode ser pela parte inferior (ZHANMIN *et al.*, 2015; DAL PONT *et al.*, 2005); também pode ser lateral (PHAN, 2008) ou utilizando micro-ondas (TAIRA; NAKAMURA, 2008). Em teoria, o calor tem a tendência a subir e

traz como resultante a energia convectiva dos gases quentes que terão sempre o componente vertical nos seus vetores de fluxo.

Os ensaios realizados nessa tese foram com aquecimento pela parte superior, de forma a priorizar a transferência de calor por condução.

Os resultados das leituras de pressão obtidos através dos diferentes experimentos realizados nesta tese foram estimulantes e cada vez mais significativos; embora inferiores se comparados com os dados da literatura, como será mostrado no capítulo 8.6, mas com comportamento e gráficos coerentes e similares com as publicações de outros pesquisadores.

8.5.6 Risco de explosão

Um importante fator que limitou testar maiores temperaturas e taxas de aquecimento neste trabalho foi o risco iminente de explosão e os custos envolvidos. Na literatura faltam mais informações sobre detalhes, experiências e o tipo de proteção mais conveniente. A montagem de Phan (2005) com forno em forma de tubo conta com uma proteção implícita para casos de explosão.

Auvray *et al.* (2013) tomaram em conta o risco de explosão na realização de experimentos e apresentaram a descrição da proteção que utilizaram, mostrada a Figura 103, feita de aço, com quatro maciços e chapas envolvendo todo o corpo de prova e os elementos radiativos.

Figura 103 – Arranjo com caixa de aço à prova de explosão.

Fonte: Original de (AUVRAY *et al.*, 2013).

8.6 Comparações dos resultados experimentais

Neste trabalho de tese, nos primeiros quatro ensaios de pequena escala realizados num forno de mufla acondicionado, não foi possível obter leituras de pressão ou foram valores desprezíveis com comportamentos incoerentes; o que pode ser explicado pelo fato de ter utilizado um corpo de prova relativamente pequeno para uma sonda com diâmetro muito grande e que aparentemente foi muito invasiva; ou porque que nesses ensaios as sondas não foram preenchidas com óleo; ou por possíveis falhas nas conexões e circuitos eletrônicos; e provavelmente, também, por ser utilizada uma curva de aquecimento muito rápida que gerou trincas pelo diferencial de expansão e estresse térmico entre os materiais, abrindo espaço por onde o vapor poderia ter vasado. Para maiores detalhes, pode ser consultado o APÊNDICE C.

Nos ensaios realizados depois, com o DEES já fabricado e com corpos de prova de média escala, as leituras de pressão obtidas foram pequenas, em comparação com valores reportados na literatura, na faixa de 30 kPa. Como será discutido neste capítulo, isso pode ser explicado pelo fato de ter utilizado taxas de aquecimento conservadoras, sondas com diâmetro de grande tamanho e por não ter vibrado o concreto na sua preparação.

Porém, o comportamento dos gráficos das pressões resultantes, aparentemente, mostra certa coerência com a lógica do fenômeno em estudo e alguns gráficos encontrados na literatura, já que foi encontrado o mesmo formato de sino com uma elevação, um pico, uma queda rápida de pressão e posteriormente outro pico de menor intensidade; esses achados são aqui discutidos. O outro elemento desta discussão é obtido do estudo do comportamento das temperaturas e seus tempos de reação. Para um maior critério e apreciação dos resultados eles serão comparados com alguns resultados encontrados na literatura provenientes de ensaios com arranjos experimentais que mais se aproximam à montagem desenvolvida neste trabalho de tese.

Como comentado previamente, esta linha de pesquisa referente ao fenômeno termo-hidro-químico-mecânico do concreto tomou ímpeto com o estudo do comportamento do concreto em usinas atômicas nos anos 60 e 70 se fortalecendo com o desenvolvimento dos sistemas computadorizados. Quando Kalifa, Chéné e Gallé (2001) iniciaram o desenvolvimento do seu dispositivo experimental havia poucas publicações relativas ao entendimento dos processos termo hídricos e à validação de códigos para simulação numérica do fenômeno.

Vários efeitos hídricos resultantes da relação água-cimento tinham sido previamente investigados, como por exemplo, Kontani e Shah (1995) mostraram o papel da expansão em volume que sofre a água ao passar do estado líquido para vapor, que se encontra na ordem de 10^3 e o forte efeito que isso pode exercer na pressão interna dos poros do concreto; fundamentado na suposição de que ao esquentar o concreto úmido acima da temperatura de vaporização da água deve existir um importante aumento da pressão que deveria ser evidente e mensurável, fazendo desse parâmetro um dos principais elementos para a validação de simulações numéricas.

Posteriormente apareceram vários autores reportando seus achados, algum deles não conseguindo leituras de pressão no absoluto ou leituras consideradas como baixas, como Harada e Negishi (1998) que obtiveram leituras máximas de 200 kPa numa amostra aquecida até 900°C; posteriormente mediram leituras de 3100 kPa numa amostra aquecida em uma das suas faces e por outro lado, autores como England, Greathead e Khan (1991) e Kontani e Shah (1995) reportaram altas pressões que inclusive excedem notavelmente a pressão de saturação de vapor; o que segundo Dal Pont (2004), poderia ser verificado com a teoria da pressão de gases máxima, possível para este fenômeno. Assume-se que a diversidade de resultados é devida a inconsistências e falta de unificação nos procedimentos experimentais.

Nesta discussão serão comparados os diferentes regimes de aquecimento e colocada em evidência a ampla variedade de critérios e tipos de condições diferentes que têm sido utilizadas, começando pelos variados regimes térmicos aplicados nos testes, condições de contorno, tipo de sondas, assim como as diferentes composições de concretos e propriedades específicas consideradas para a realização dos experimentos físicos e/ou numéricos e os resultados de pressão, temperatura e perda de massa.

8.6.1 Gong e Mujumdar

Um dos trabalhos iniciais mais ilustrativos para o caso dos concretos refratários foram as simulações realizadas, para simular um bloco de concreto refratário em duas dimensões (2D) (GONG; MUJUMDAR, 1995) e em (3D) (GONG; MUJUMDAR, 1996) com aquecimento em somente uma das suas faces, que seria uma situação similar ao trabalho desta tese, onde consideraram e adequaram o modelo matemático de (BAZANT; THONGUTHAI, 1978). Eles fizeram combinações de casos para suas simulações, considerando diferentes tipos de permeabilidade relativa, espessuras dos blocos, taxas de aquecimento com e sem patamares de temperatura constante, como mostra o Quadro 10.

Quadro 10 - Diferentes parâmetros para combinações experimentais.

Permeabilidade relativa	Espessura do bloco	Taxas de Aquecimento	Taxas de Aquecimento	Patamares em temp Constante	Temperaturas meta máximas
m/s	mm	°C/hr	°C/min	°C	°C
$1,0 \times 10^{-12}$	100	15	0,3	150	600
$5,0 \times 10^{-13}$	150	19,2	0,3	175	625
$3,0 \times 10^{-13}$	200	19,6	0,3	200	
$1,5 \times 10^{-13}$	400	20	0,3	225	
		24	0,4	250	
		30	0,5	300	
		40	0,7		
		43,9	0,7		
		45	0,8		
		46,4	0,8		
		60	1,0		
		90	1,5		
		100	1,7		

Fonte: Produção do autor com dados extraídos de (GONG; MUJUMDAR, 1996).

Esse Quadro 10 pode servir de exemplo base para o desenho de programas experimentais em trabalhos futuros, podendo ser adicionada uma maior variedade de valores nos parâmetros envolvidos. Uma das simplificações do trabalho de Gong e Mujumdar (1996) é o fato de não incluírem nas combinações as diferentes condutividades térmicas que podem ter os concretos refratários e sua dependência funcional ao longo do tempo, considerando que esse parâmetro teria um efeito mínimo e desprezível; em trabalhos mais atuais foi encontrado que a condutividade térmica exibe uma mudança intensa durante o processo (FEY *et al.*, 2016).

Os experimentos de Gong e Mujumdar (1996) foram exclusivamente numéricos, utilizaram resultados experimentais de outros autores para comparar os resultados das suas simulações, onde, a maior pressão que reportaram foi de 633 kPa na combinação que considerou a menor permeabilidade relativa de $1,5 \times 10^{-13}$ m/s, num bloco de 100 mm numa taxa de 15°C/hr sem patamar. A Figura 104 (a) mostra a curva de aquecimento e a Figura 104 (b) e (c) mostra os resultados obtidos, onde se pode observar que a máxima pressão foi atingida às 14 hr, quando a temperatura estava em 230°C.

Uma das principais tarefas para quem for projetar alguma curva de aquecimento seria a determinação do uso de isotermas com temperatura constante. É necessário conhecimento profundo e experiência para determinar em qual temperatura deveria ser aplicado o patamar e durante quanto tempo. A outra tarefa crítica seria a determinação das taxas de aquecimento a serem utilizadas antes e depois desses patamares.

Figura 104 – (a) Curva de secagem. (b) Pressão vs tempo e (c) Massa vs tempo.

Fonte: (a) Produção própria do autor. (b) e (c) adaptado de (GONG; MUJUMDAR, 1996).

A predição do campo de pressões pode ajudar na determinação desses questionamentos, com a premissa de manter as pressões justo abaixo da resistência mecânica do material. Nas simulações de Gong e Mujumdar (1997) também foram utilizadas curvas com patamares e a menor pressão reportada foi obtida numa curva de aquecimento de 25 horas totais, com taxa inicial de 30°C/hr, com isoterma em 175°C por 15 hr para depois acelerar com uma taxa de 90°C/hr até atingir 625°C num bloco de 200 mm de espessura, a Figura 105 (a) mostra essa curva de aquecimento e os valores resultantes nomeados como caso 4 (*case 4*) na Figura 105 (b) e (c).

Outra simplificação deles é que consideraram somente uma fase do fluido, a do vapor da água, sem considerar sua fase líquida e a presença da massa de ar, que ao final da secagem será o único gás que irá ocupar o espaço vazio dos poros substituindo o espaço que era preenchido com vapor de água (GONG; MUJUMDAR, 1997). Sendo ainda mais estritos, na prática real essa situação irá depender do tipo de aquecimento utilizado, porque no caso de aquecimento radiativo com resistências elétricas como o utilizado nesta tese, o

único gás que entraria nos poros seria o ar quente, porém, no caso de aquecimento convectivo, as condições de contorno seriam diferentes e além do ar estaria envolvida a pressão que iriam exercer os gases produzidos pela combustão do combustível utilizado.

Figura 105 - (a) Curva de secagem. (b) Pressão vs tempo e (c) Massa vs tempo.

Fonte: (a) Produção própria do autor. (b) e (c) adaptado de (GONG; MUJUMDAR, 1997).

Nos experimentos realizados nesta tese foi comprovada (e gravada em documento audiovisual) a saída de água líquida durante o aquecimento, coincidindo com o reportado por Mindeguia (2009), o que reforça a característica multifásica do fenômeno e justifica o interesse por desenvolver modelos que consideram essa característica, como os propostos por Gawin, Pesavento e Schrefler (2014), e Fey *et al.* (2016).

É conveniente enfatizar que, para finalidades práticas deve ser considerado que o âmbito acadêmicos dos estudos teóricos tem um ritmo que efetivamente irá obter e aportar conhecimento do fenômeno cada vez mais profundo, porém, de forma gradativa, situação que é diferente do âmbito da aplicação industrial que precisa de soluções imediatas, a serem resolvidas com o conhecimento que é dominado no momento presente.

Na Figura 105 (b) pode-se encontrar que o “caso 4” com o menor pico de pressão de 186 kPa acontece na hora 12 da simulação praticamente na metade do tempo da isoterma em 175°C. Comparando com os resultados experimentais é um pouco difícil explicar porque é atingida essa pressão nesse preciso momento, já que aparentemente a maioria dos ensaios físicos mostra que os principais picos acontecem mais próximos ao início e término dos patamares. Embora o gráfico da Figura 105 (b) possa mostrar um grau de coerência com esta afirmação ao apreciar outro pico, de menor intensidade, com 168 kPa na hora 5 da simulação.

Com os experimentos físicos realizados nesta tese, para o concreto utilizado foi comprovado que a importância do patamar e o tempo estão relacionados com a condutividade térmica do material e a espessura a ser desidratada, pois além da pressão, precisa ser atingida em toda a massa uma temperatura que garanta a evaporação da água. Também fica em evidência a importância do acompanhamento da perda de massa para determinar o tempo exato no qual foi eliminada realmente toda a umidade do material.

8.6.2 Kalifa, Quenard, Menneteau e Mindeguia

Em seus experimentos, Kalifa, Menneteau e Quenrad (2000) deram peculiar importância à medição contínua da perda de massa para a validação do modelo matemático. Realizaram experimentos físicos a temperaturas de 450, 600 e 800°C, com medição simultânea e contínua da perda de massa. Eles não informaram a curva nem as taxas de aquecimento utilizadas, podendo-se assumir que o forno poderia ter sido pré-aquecido à temperatura meta antes da introdução do corpo de prova, ou que as temperaturas metas foram atingidas de forma rápida, embora o tempo não fosse informado.

O mesmo dispositivo e arranjo experimental foi utilizado depois por Mindeguia (2009), informando que utilizou um aquecimento rápido, de forma que atingiu a temperatura meta de 600°C em aproximadamente 5 minutos (120°C/min). Utilizaram diferentes tipos de concreto, incluído o de alto desempenho, feitos com misturas de cimento Portland, areia sílica e pedra brita. Não aconteceu explosão nos ensaios, mas os corpos de prova apresentaram danos por lascado. Todas essas condições são consideravelmente diferentes das utilizadas nesta tese. A Figura 106 apresenta alguns dos gráficos mais representativos desses experimentos.

O comportamento das temperaturas interiores tanto para Kalifa, Menneteau e Quenard (2000) como para Mindeguia (2009) e as do presente trabalho, podem ser considerados como coerentes em similitude como mostra o gráfico da Figura 106 (b). Nos

experimentos deles, o fornecimento de energia térmica foi retirado após serem transcorridas 6 horas do ensaio, então, as temperaturas ainda não haviam atingido seu estágio estacionário quando começou o esfriamento.

Pode-se observar na Figura 106 (c) que nos picos de pressão destes experimentos, no caso de Kalifa, Menneteau e Quenard (2000) a maior leitura de pressão que observaram foi de 3700 kPa, às 3,5 hr de um dos ensaios, obtida na profundidade de 50 mm, ou seja, na sonda com maior profundidade dentro do corpo de prova. Por outro lado, no experimento de Mindeguia (2009), a Figura 106 (d) mostra que com a mesma curva de temperatura, o pico mais alto de pressão que observou foi numa sonda próxima à face aquecida, a 20 mm de profundidade, quando tinham transcorrido aproximadamente 1,0 hr desse ensaio. Esse comportamento com a pressão maior na sonda mais próxima à face aquecida é mais semelhante ao observado nos experimentos deste trabalho de tese. De acordo com Kalifa, Menneteau e Quenard (2000), o comportamento pode ser influenciado pelo uso de diferentes tipos de concreto, a relação água/cimento, e principalmente a compactação dos concretos de alto desempenho.

Na Figura 106 (e) e (f) podem ser observados o comportamento da perda de água; o tipo de unidades que os autores utilizaram para gráficar este parâmetro é diferente. O mesmo acontece com as unidades utilizadas nos gráficos apresentados por Gong e Mujumdar (1997), pelo que é necessário interpretar para fazer comparações.

Seria recomendável unificar as unidades dos parâmetros nos relatórios e gráficos, com o intuito de facilitar as interpretações. Nos resultados do presente trabalho somente foi possível obter os valores iniciais e finais da massa dos corpos de prova após longos tempos de secagem, onde foi considerada, em teoria, a eliminação total da água livre. Recomenda-se para trabalhos futuros incluir a medição contínua da variação de massa até a eliminação da água quimicamente ligada.

O comportamento da taxa de saída de água ou perda de massa pode ser entendido como a retirada da água líquida e do vapor de água dos poros do concreto e sua substituição por ar quente em relação ao tempo, à temperatura aplicada ou à massa total. No decorrer desse processo, teoricamente, acontece o fenômeno de obstrução da umidade (*Moisture Clog*) ao qual é atribuído o lascado explosivo do concreto.

Figura 106 – Comparação dos resultados com (KALIFA; MENNETEAU; QUENARD, 2000) e (MINDEGUIA, 2009).

(a) Curva de aquecimento, sem patamar, utilizada por ambos os pesquisadores.

(b) Temperaturas em relação ao tempo. Similares para ambos os pesquisadores.

(c) Pressões (KALIFA *et al.*, 2000)

(d) Pressões (MINDEGUIA, 2009)

(e) Perda de massa (KALIFA *et al.*, 2000)

(f) Perda de massa (MINDEGUIA, 2009)

Fonte: Adaptações feitas pelo autor de (KALIFA; MENNETEAU; QUENARD, 2000) e (MINDEGUIA, 2009).

8.6.3 Stefano Dal Pont

O conhecimento do valor da pressão de saturação de vapor nas diferentes temperaturas pode ser um critério de prevenção para o risco de lascado. Este autor utilizou esta referência e a consideração da importância do calor latente de vaporização para realizar uma de suas pesquisas experimentais em concretos de alto desempenho, preparados com misturas de cimento Portland, sem a necessidade de utilizar uma curva de aquecimento com altas temperaturas como as indicadas pela curva ISO 834 para testar estruturas de concreto em situações de incêndio (DAL PONT *et al.*, 2005).

A Figura 107 mostra o gráfico da curva de aquecimento utilizada, sem patamares, com uma taxa de 90°C/hr (1,5°C/min) para atingir em menos de 4 horas uma temperatura meta final um pouco abaixo dos 300°C, similar à utilizada nesta tese. Porém o aquecimento foi aplicado na face inferior do corpo de prova cilíndrico diâmetro de 150 mm; altura de 50mm. Dal Pont reportou uma permeabilidade intrínseca desse concreto de $2 \times 10^{-17} \text{ m}^2$. Seus gráficos do comportamento da pressão ao longo do tempo incluem o gráfico da pressão de saturação como referência da pressão de gás máxima possível (DAL PONT *et al.*, 2005).

Uma importante contribuição deste pesquisador foi a consideração das possíveis flutuações que podem apresentar os resultados quando são utilizados diferentes diâmetros nos tubos das sondas e quando são preenchidos com diferentes tipos de óleo (DAL PONT *et al.*, 2005). A pressão máxima que conseguiu atingir foi de 1250 kPa quando havia percorrido aproximadamente 2 horas e 15 minutos do ensaio. Observando a curva de aquecimento, nesse momento, a temperatura atingida seria de 225°C; calculando a pressão de saturação com a Equação (5) nessa temperatura obtém-se que a pressão de saturação seria de aproximadamente 2500 kPa.

No gráfico (b) da Figura 107 foi utilizando tubo com 0,5mm de diâmetro interno e indica a pressão de saturação como a máxima pressão de vapor possível; pode ser observado que as pressões experimentais ficaram tangenciais ao gráfico da pressão de saturação de vapor. No caso dos resultados deste trabalho de tese, os valores de pressão medidos experimentalmente são baixos, porém foram obtidas leituras com comportamento similar em relação ao efeito do aquecimento. Isso pode ser explicado por haver utilizado taxas de aquecimento menores.

Figura 107 - Comparação com resultados de (DAL PONT *et.al.*, 2005) com temperatura máxima similar.

Fonte: (a) Produção do autor. (b) adaptado de (DAL PONT *et al.*, 2005).

8.6.4 Jansson

A maioria dos pesquisadores que trabalham com concreto preparado com cimento Portland utiliza a curva de aquecimento ISO 834 que simula uma situação de incêndio. Essa curva tem uma taxa de aquecimento elevada, na qual em 5 minutos atinge os 600°C, em meia hora está acima de 800°C e em uma hora já está próxima aos 1000°C. Ele utilizou essa curva para ensaios de grande escala em lajes de 600x500x200 mm e de 1800x1200x200 mm com carga de compressão, onde foram colocados sensores de pressão e temperatura a profundidades de 10, 20 e 40 mm (JANSSON, 2008). A Figura 108 (a) mostra a curva de aquecimento ISO 834 que é acompanhada pela curva do forno e as temperaturas dos termos a diferentes profundidades. O corpo de prova começou a lascar após 16 minutos de iniciado o teste.

Os gráficos (b), (c) e (d) apresentam as leituras de pressão obtidas em diferentes profundidades, cada uma para concretos de diferentes idades, 3, 6 e 9 meses. Onde se

pode observar que a maior pressão de 1700 kPa foi obtida a 10 mm na hora 20 num corpo de prova com 3 meses de idade e com 10% de sua capacidade máxima de carga mecânica externa.

Figura 108 - Comparação com resultados de Jansson.

Fonte: Adaptações feitas dos originais de (JANSSON; BOSTROM, 2010) .

8.6.5 Long T. Phan

As taxas de aquecimento podem ser um critério determinante na obtenção de leituras de pressão dos poros com valores maiores. Phan (2008) utilizou taxas de aquecimento de 300°C/hr (5°C/min) e de 1500°C (25°C/min) até uma temperatura meta máxima de 600°C para testar o lascado explosivo em corpos de prova de tamanho médio, preparadas com misturas de cimento Portland para concretos comuns, de alto desempenho e com adição de fibras de polipropileno.

É importante destacar que um dos objetivos de vários dos experimentos realizados por pesquisadores que estudam o comportamento do concreto civil preparado com cimento Portland e submetido a aquecimento é precisamente a reprodução do lascado explosivo em caso de incêndio, como é o caso de Phan; um dos principais interesses experimentais dele

é a reprodução das condições explosivas para diferentes tipos de concreto, com ou sem fibras poliméricas e sua repetibilidade (PHAN, 2008).

Resulta evidente a importância de preparar os fornos com aditamentos de proteção e segurança que possam suportar o impacto do fenômeno explosivo. A consideração desses acondicionamentos forma parte dos trabalhos futuros indicados nesta tese.

A Figura 109 mostra os gráficos das curvas de aquecimento utilizadas por Phan (2008). A duração em tempo dessas curvas tinha a previsão de terminar o ensaio no momento de acontecer a explosão ou após 5 horas de transcorrido o aquecimento, o que acontecesse primeiro.

O gráfico da Figura 109 (a) e (e) apresentam as duas curvas de aquecimento utilizadas para a realização de 18 experimentos, (b) mostra o comportamento das temperaturas no forno, na face e no interior do corpo de prova a 25 e 50 mm. Esse gráfico pode ser comparado diretamente com os gráficos de temperatura tempo obtidos nesta tese em todos os experimentos.

No gráfico (b) pode ser observada uma diferença consistente de aproximadamente 100°C ou mais entre a temperatura do forno e a temperatura da face aquecida do corpo de prova; as temperaturas no interior, a 25 e 50 mm, aparentemente não acompanharam a curva de aquecimento, nem mostraram fidelidade entre elas, o que contrasta um pouco com as curvas obtidas nesta tese que mostram um comportamento com maior fidelidade e consistente com as curvas de aquecimento (PHAN, 2008).

Isso poderia ser explicado pelas diferentes propriedades dos concretos, uma delas poderia ser precisamente a condutividade térmica. Outra possível explicação seria a sensibilidade dos termopares, destacando que nos experimentos desta tese foram utilizados até seis termopares tipo K novos e todos eles mostraram a mesma fidelidade.

A Figura 109 (c) mostra o gráfico do comportamento da pressão ao longo do tempo com aquecimento numa taxa de 300°C/hr aplicado a uma composição de concreto com adição de fibras poliméricas, onde foram atingidas leituras de pressão com valores máximos de 750 kPa e não houve lascado explosivo. Já a Figura 109 (d) mostra o gráfico de pressão-temperatura de um concreto sem fibras, aquecido com a mesma taxa e que estourou na pressão de 2100 kPa quando o termopar a 25 mm de profundidade atingiu a temperatura de 240°C. Conferindo com o gráfico (a) e (b) pode-se observar que na temperatura desse termopar, já havia transcorrido quase 3 horas, a face aquecida estava com uma temperatura de aproximadamente 400°C e o forno com 580°C.

A Figura 109 (e) apresenta gráficos de pressão vs temperatura, mostrando o comportamento de diferentes composições de concreto, todos eles sem adição de fibras poliméricas, com diferentes taxas de aquecimento. Neste caso só um deles apresentou lascado explosivo e não foi aquele exposto à maior taxa de aquecimento que é mostrada no gráfico (d) com 1500°C/hr. Aliás, esse concreto forneceu as menores leituras de pressão com um pico máximo em 840 kPa.

A Figura 109 (f) apresenta um diagrama termodinâmico (Pressão x Temperatura) onde são comparadas duas taxas de aquecimento e duas diferentes condições de cura, com e sem exposição ao ar livre.

Pode ser comprovado que para conseguir uma condição explosiva precisa-se ter uma combinação entre a preparação do corpo de prova, a sua composição e uma taxa de aquecimento que não seja tão rápida porque gera trincas por onde vasa vapor, como aconteceu com a taxa mais rápida utilizada por Phan (2008). Por outro lado, tampouco pode ser lenta demais, porque pode não atingir a pressão necessária para superar a resistência do material e gerar a condição de explosão.

Isto também foi conferido nos experimentos desta tese, também nos ensaios de Kalifa, Chéné e Gallé (2001), de Mindeguia (2009) e Phan (2008) que, embora utilizando uma taxa de aquecimento maior que a utilizada por Phan (2008) em concretos semelhantes, não experimentaram lascado explosivo. O que demonstra a necessidade de realizar uma grande quantidade de experimentos para determinar as condições que forneçam leituras altas de pressão ou o lascado explosivo e sua repetibilidade.

No caso dos concretos refratários, o objetivo é distinto, precisa-se determinar, para uma certa composição, uma curva de aquecimento que proporcione o menor tempo de secagem, eliminando qualquer risco de trincas e lascado explosivo. A ideia é desenhar essa curva monitorando as pressões internas de vapor de água nos poros para mantê-las justo abaixo do limite de resistência mecânica específica do concreto estudado.

Essa ainda é uma tarefa em processo de desenvolvimento; o suporte que poderia ser fornecido com predições de códigos numéricos seria uma excelente oferta para os usuários deste tipo de concreto. Os primeiros modelos matemáticos têm sido desenvolvidos com importantes simplificações que os coloca em dúvida para sua aplicação prática na indústria. Porém, progressivamente, está-se adquirindo maior conhecimento do fenômeno e reduzindo as simplificações ou melhorando os conceitos.

Figura 109 - Comparação resultados (PHAN, 2008) com taxas rápidas de aquecimento.

Fonte: Adaptações feitas dos originais de (PHAN, 2008)

8.6.6 Palmer *et al.*

Palmer *et al.* (2014) deram seguimento ao trabalho de Gong e Mujumdar (1996) e aplicaram novamente o modelo de Bazant e Thonguthai (1978) para desenvolver a modelagem em 1D de blocos de concreto refratário, modificando a função da permeabilidade considerando a teoria de Klikenberg para fluxo em meios porosos, adicionando a correção da permeabilidade correspondente ao deslizamento de gás antes de usar a condutividade hidráulica. O valor da permeabilidade intrínseca que utilizaram foi obtido do trabalho de Canon *et al.* (1997) para concretos refratários sem fibra polimérica.

Uma das principais contribuições de Palmer *et al.* (2014) foi definir no código computacional a permeabilidade como uma função que o usuário poderia trocar para poder realizar uma grande quantidade de testes numa ampla classe de combinações; da mesma forma, disponibilizaram essa facilidade para experimentar trocando outros dois parâmetros chaves, que são o conteúdo de água e a condutividade térmica.

Referente às condições de contorno, Palmer *et al.* (2014) assumiram em seu modelo que a água pode fluir sem resistência em direção à face fria do corpo de prova composto de duas linhas de concreto juntas, uma densa na face aquecida com espessura de 100 mm e uma menos densa na face fria, com 130 mm de espessura. Essa é uma diferença muito importante em comparação com o arranjo experimental que foi desenvolvido neste trabalho de tese, que tem como condição de contorno na face fria uma chapa de aço, simulando uma condição de serviço de um revestimento refratário.

Variar com outros tipos de condições de contorno representa uma complicação adicional, tanto numérica como experimental; a opção de colocar diferentes tipos de material refratário com diferentes propriedades na face não aquecida, por exemplo, poderia simular com maior proximidade a condição de um canal de corrida do alto-forno. O arranjo apresentado nesta tese foi desenvolvido para ajudar nos métodos experimentais a etapa da moldagem, na colocação das sondas e a eliminação de vazamentos.

Deve-se considerar que seus experimentos foram exclusivamente numéricos; testaram taxas de aquecimento de 50°C/hr (0,83°C/min) e 100°C/hr (1,66°C/hr) com e sem patamar, num bloco de 240 mm (PALMER *et al.*, 2014). Na Figura 110 podem ser observados alguns exemplos de algumas das curvas de temperatura simuladas e os resultados obtidos de temperatura *versus* tempo, pressão *versus* tempo e espessura e variação do conteúdo de água. Na Figura 110 (b) se mostra que num aquecimento com taxa de 50°C/hr com isoterma de 10 hr a 125°C foi reportada uma máxima pressão de 1250 kPa

que foi atingida na hora 19,5 quando a temperatura do forno estava em aproximadamente 425°C.

O gráfico da Figura 110 (a) pode ser imediatamente comparado com os resultados reportados dos experimentos desta tese, no gráfico (c) estão sendo reportadas as temperaturas internas através do tempo, onde pode ser apreciado um efeito interessante destas simulações, ao marcar com um círculo vermelho um ponto de quebra ou queda de temperatura que representa o efeito da mudança do calor latente de vaporização.

O gráfico (d) mostra a variação do conteúdo de água; este tipo de gráfico mostrou ser de grande utilidade para a análise detalhada do comportamento dos parâmetros resultantes do modelo, já que mostra os tempos e pontos onde podem aparecer as mudanças mais pronunciadas, rodando com as diferentes combinações possíveis. Nas suas conclusões, encontraram que a permeabilidade provavelmente é o parâmetro mais crítico para controlar a pressão interna (PALMER *et al.*, 2014).

Cabe reconhecer que devem ser controladas de forma rigorosa as operações que possam afetar a permeabilidade dos corpos de prova durante sua preparação. Deve-se considerar que nos experimentos realizados nesta tese, os corpos de prova não foram vibrados para proteger as conexões elétricas dos sensores de pressão porque em alguns ensaios houve complicações com falsos contatos.

Foi demonstrado por Innocentini e colaboradores que as amostras preparadas sem vibração resultam com maiores níveis de permeabilidade e porosidade pela falta de uniformidade no empacotado de partículas e a falta de eliminação de bolhas de ar que possam ser geradas durante a mistura (INNOCENTINI *et al.*, 2001). Portanto, na metodologia de preparação, essa operação é indispensável e deve ser considerada como crítica controlando a frequência e especificando o tempo de vibração.

A maior exigência nos métodos de preparação fica mais evidente com os concretos de alto desempenho e especificamente com os concretos refratários com baixo conteúdo de cimento e sem cimento, pois nesses produtos deve-se considerar o empacotamento de produtos nano métricos como a sílica fume ou micro sílica em suas composições e seu efeito nas propriedades.

Figura 110 - Comparação resultados (PALMER *et al.*, 2014) com isoterma em 125°C.

Fonte: Adaptações feitas dos originais de (PALMER *et al.*, 2014).

8.6.7 Zhanmim *et al.*

Prepararam corpos de prova com dimensões de 350x350x150 mm para efetuar ensaios em média escala com concreto refratário de ultra baixo conteúdo de cimento com uma mistura de partículas de corundum tabular e sílica fume, que foi submetida a aquecimento com uma taxa de 600°C/hr (10°C/min) (ZHANMIN *et al.*, 2015). Depois de percorridas duas horas de aquecimento atingiram uma pressão de 1600 kPa, e aproximadamente 3,5 horas depois apresentaram lascado explosivo do corpo de prova.

A Figura 111 esquerda mostra o gráfico da curva de aquecimento e do lado direito o gráfico do comportamento da pressão medida em diferentes profundidades ao longo do

tempo, marcando o momento do lascado explosivo aproximadamente aos 221 minutos (3,5hr). No momento da explosão a última leitura de pressão foi de 2100 kPa.

Figura 111 - Curva de secagem utilizada para concreto ULC.

Fonte: Esquerda: Produção do autor, Direita: adaptado de (ZHANMIN *et al.*, 2015).

O interesse em usar concretos com baixo teor e sem conteúdo de cimento tem sido intensificado com uso de gel de micro sílica e pela sua facilidade de preparação, armazenamento e transporte; porém esses tipos de materiais são os que podem apresentar o maior risco de lascado explosivo.

Atualmente estão sendo realizadas pesquisas em diferentes partes do mundo para reduzir os riscos de lascado nesses materiais. Uma alternativa é o estudo para a determinação das curvas de secagem como está sendo feito nesta tese; outra é o uso de aditivos químicos desenvolvidos pelos fabricantes.

8.6.8 H Peng

Os pesquisadores da empresa ELKEN trabalharam com um agente para secagem (EMSIL-DRY^{MR}) que foi desenvolvido com o intuito de poder usar taxas rápidas de secagem (PENG; MYHRE, 2017). O produto foi testado em ensaios de grande escala com corpos de prova de 800x600x200 mm com 300 kg de peso.

Utilizaram duas curvas de secagem, mostradas na Figura 112 esquerda, a curva A inicia o aquecimento com uma taxa de 20°C/hr (0,33°C/min) até 160°C com patamar de 6 horas para posteriormente aplicar uma taxa de 75°C/hr (1,25°C/min) até atingir a temperatura meta de 850°C; e a curva B, iniciando o aquecimento com uma taxa de 20°C/hr (0,33°C/min) até 220°C com patamar de 10 horas para posteriormente aplicar uma rápida taxa de 100°C/hr (1,66°C/min) até a temperatura meta de 850°C.

Na Figura 112, do lado esquerdo, podem ser observados dois diferentes tipos de curvas de aquecimento e do lado direito estão as temperaturas medidas com termopares no centro do forno e no centro do corpo de prova. O comportamento da temperatura no centro do corpo de prova pode ser comparado com as temperaturas internas medidas nos ensaios realizados para esta tese.

Segundo Peng e Myhre (2017), os sistemas de micro sílica contêm baixas quantidades de água ligada, então, após de eliminar a água livre, podem ser utilizadas taxas de aquecimento rápidas. Porém, as temperaturas e tempos de patamares devem ser avaliados cautelosamente, já que neste estudo da ELKEN reportaram que quando utilizaram a curva A, após 6 horas do patamar em 160°C, na subida com uma taxa de 75°C/hr (1,25°C/min) aconteceu a desintegração completa do bloco. Lamentavelmente, justo nesse ensaio não mediram as temperaturas internas do bloco para saber em que temperatura aconteceu a explosão.

Nos ensaios, Peng e Myhre (2017) mediram unicamente temperaturas e perda de água, não fizeram tentativas em relação à medição de pressões internas, somente assumindo que dentre os ensaios que realizaram, quando a pressão de vapor no centro dos corpos de prova excedia a resistência mecânica do material, os blocos sofreriam o lascado.

Por outro lado, quando foi utilizada a curva B, após as 10 horas do patamar a 220°C para depois aplicar uma taxa ainda mais rápida de 100°C/hr (1,66°C/min), não houve nenhum problema de lascado no bloco.

Essa experiência coincide com as observações que foram feitas com os gráficos de temperatura obtidos nos experimentos desta tese em corpos de média escala, onde foi constatado que uma isoterma com temperatura próxima aos 100°C na face aquecida, embora com longos tempos de permanência nesse patamar, dependendo da espessura do bloco, não consegue que as temperaturas internas cheguem o ponto de ebulição da água, impedindo o início real do processo de secagem, e se posteriormente são adotadas taxas agressivas de aquecimento, o risco de lascado explosivo pode ser alto.

Posteriormente, reportaram que com a combinação de (EMSIL-DRY^{MR}) e micro sílica conseguiram aquecer um bloco ainda maior, de 400 kg de 20°C até 800°C com uma taxa de 50°C/hr (0,83°C/min) sem a necessidade de nenhum patamar (PENG; MYHRE, 2017). Esse tipo de afirmação pode ser colocado em verificação para trabalhos futuros, tentando replicar com condições semelhantes em corpos de prova preparados com composições similares.

Figura 112 – Esquerda: Curva de aquecimento. Direita: comportamento das temperaturas em concretos sem cimento.

Fonte: Adaptações de (PENG; MYHRE, 2017).

8.6.9 Meunier

Para testar concretos refratários com diferentes composições da empresa Calderys, Meunier, Mindeguia e Pimienta (2008) utilizaram o mesmo dispositivo e arranjo experimental desenvolvido por Kalifa, Chéné e Gallé (2001), aplicando a mesma curva de aquecimento rápido, ou seja, atingir os 600°C em aproximadamente 5 minutos, sem patamar, algo parecido à curva ISO 834, porém ficando em 600°C.

A Figura 113 mostra os gráficos dos resultados obtidos para comparação. O gráfico (a) mostra a evolução das temperaturas do forno e as temperaturas internas no ensaio realizado com um concreto refratário convencional (CC). Reportaram que em todos os casos das diferentes composições, a temperatura dos termopares nas posições mais próximas à face aquecida (no caso deles, a 2 e 10 mm, nomeados T2 e T10) mostraram ser bastante reproduzíveis, já os termopares colocados em maiores profundidades apresentaram diferenças que são explicadas pela diferente condutividade térmica dos materiais, mas, de uma forma distintiva pelo efeito da mudança da capacidade calorífica da água ao evaporar. Perceberam que o calor foi momentaneamente consumido durante a vaporização, causando uma planície temporária que se observa no gráfico (a) na curva de temperatura principalmente de T40 e T90, entre o minuto 120 e 180 do ensaio, correspondentes ao momento de incremento na leitura de pressão das respectivas sondas (MINDEGUIA *et al.*, 2010).

Esse efeito aparentemente também foi percebido nos gráficos de temperatura do experimento nº 5 desta tese, com uma ligeira planície nos termos a 70 e 10 mm de profundidade, entre às 20 e 21 hr, justo nas proximidades dos 100°C. E pode-se afirmar que esse efeito foi confirmado com os gráficos do experimento nº 6, onde o efeito é observado de forma nítida no termopar a 110 mm de profundidade e de forma mais discreta nos termopares a 45 e 60 mm, entre às 6 e 8 hr do ensaio.

Prepararam corpos de prova de concreto refratário com diferentes misturas com e sem adição de sílica fume e com e sem adição de fibras poliméricas, (sem especificar detalhes sobre as fibras) (MEUNIER; MINDEGUIA; PIMIENTA, 2008). Os corpos de prova foram curados durante 6 dias. Reportaram, que a maior leitura de pressão foi de 2060 kPa encontrada no concreto com concentração média de cimento (MCC) e baixa relação água cimento, que pela sua vez foi o de maior densidade, com um conteúdo de 6% de sílica fume, embora esse fosse o único concreto que continha fibras poliméricas em sua composição (DF), ver Figura 113 (b).

Para comparar a perda de umidade entre diferentes concretos com diferentes conteúdos de água preferiram utilizar um gráfico do grau da secagem, onde é mostrada a relação da perda da massa de água sobre o conteúdo inicial de água utilizado na preparação, por ser mais representativo (MEUNIER; MINDEGUIA; PIMIENTA, 2008), como mostra a Figura 113 (c).

Em todos os ensaios, também foram comparadas as pressões obtidas contra a pressão de saturação de vapor durante as variações das temperaturas de cada sonda, como mostra o diagrama termodinâmico da Figura 113 (d). Esse gráfico pode ser comparado com o gráfico do experimento nº 6, a média escala desta tese. Pode ser apreciado que em seus gráficos encontra-se o ciclo completo da temperatura que pode ser observado com a curva final correspondente ao esfriamento junto com a queda de pressão final (MEUNIER; MINDEGUIA; PIMIENTA, 2008).

Nos seus achados, recomendam que, para garantir a completa secagem de um concreto com liga de aluminato de cálcio a face não aquecida deveria atingir pelo menos a temperatura de 300°C. De acordo com seus achados, presumem que o tempo de secagem deste tipo de material será sempre bastante longo e que a melhor prática seria dividi-lo em duas etapas: a primeira para eliminar a água livre com uma taxa otimizada para eliminar lascado por pressão de vapor e a segunda etapa para eliminar a água quimicamente ligada, onde é desejado o máximo coeficiente de transferência de calor superficial (MEUNIER; MINDEGUIA; PIMIENTA, 2008).

Figura 113 - Comparação com diferentes composições de concretos refratários.

Fonte: adaptações de (MEUNIER; MINDEGUIA; PIMIENTA, 2008)

Nos experimentos realizados por Meunier, Mindeguia e Pimienta (2008) embora com uma taxa muito alta de aquecimento e sem uso de fibras de polipropileno, não reportaram lascado explosivo. Uma observação relativa a esses experimentos (e aos experimentos desta tese) é que não foram repetidos para obter valores estatísticos de desvio. O que é essencial para sua reprodutibilidade, para evitar questionamentos dos resultados e argumentos de inconsistência nos métodos experimentais ou falhas nos componentes dos dispositivos.

8.6.10 Fey

Um exemplo de repetibilidade na realização de experimentos foi reportado com resultados baseados nos valores médios e desvios padrão da repetição de 16 ensaios de aquecimento com as mesmas condições e arranjos experimentais para duas diferentes curvas de aquecimento (FEY *et al.*, 2016). Utilizaram duas diferentes composições de concreto para ensaios em média e grande escala e utilizaram dois tipos de configuração no

formato dos monólitos, uma em forma de bloco e a outra em forma de “L”, para simular o canto de um forno (a união de dois blocos).

A média dos resultados estatísticos formaram as linhas dos seus gráficos apresentados, nos quais foram representados em diferentes pontos os valores máximo e mínimo obtidos do desvio padrão com indicadores visuais de variação em forma de barra.

Eles não informaram a composição das misturas utilizadas, mas indicaram que foram concretos refratários; somente reportaram todas as propriedades necessárias para a realização das simulações computadorizadas com um modelo matemático multifásico em 2-D que eles mesmos desenvolveram.

Os corpos de prova para os experimentos em média escala tiveram as mesmas dimensões que os blocos preparados nesta tese, assim como os preparados por (KALIFA; CHÉNÉ; GALLÉ, 2001; MINDEGUIA *et al.*, 2010); já os blocos para os experimentos em grande escala mediam 400x400x250 mm e os monólitos em forma de “L” tinham altura e largura de 1000 mm e diferentes camadas de revestimento que somavam uma espessura total de 400 mm.

As profundidades das sondas para os pontos de medição em relação à face aquecida foram de 7, 24, 42, 60, 78, 95 e 113 mm identificadas como S1, S2, ... S7.

Na Figura 114, o gráfico (a) mostra a primeira curva de aquecimento dos experimentos em escala média, com uma taxa de 60°C/hr (1°C/min), sem patamar, até a temperatura meta de 700°C. Os resultados de temperatura são mostrados no gráfico (b), onde se pode observar que desde os primeiros minutos houve um incremento nas temperaturas em todos os termos; durante as primeiras 3 hr as curvas de temperatura estão muito próximas uma da outra, com um comportamento próximo à linha reta e pode-se perceber que o aumento de temperaturas dos termopares inferiores mostra uma resposta rápida durante todo o aquecimento; e ao final, ao chegar aos 700°C não é apreciada a inércia que poderia se esperar no comportamento das temperaturas.

Se esse gráfico for comparado com os gráficos de temperaturas obtidas nesta tese, nos experimentos nº 5 e nº 6 poderá ser encontrado um grau de discordância. Principalmente com o gráfico do experimento nº 6, onde foi utilizada uma rampa de aquecimento similar, inclusive, ligeiramente maior, de 65°C/hr. Nesse experimento, a elevação das temperaturas se mostrou bem mais gradativa, formando uma curva de elevação com forma parabólica positiva com muito maior separação em relação à curva de aquecimento, mostrando um maior efeito de inércia térmica na resposta.

Figura 114 - Temperaturas com dados estatísticos obtidos de ensaios repetidos.

(a) Curva aquecimento 60°C/hr (1°C/min).

b) Comportamento das temperaturas.

Fonte: Esquerda: Produção do autor. Direita: Adaptado de (FEY, 2015)

Para uma melhor apreciação, a Figura 115 apresenta uma ampliação do gráfico do aquecimento do Experimento nº 6 desta tese até a hora 7, onde se pode conferir a diferença no comportamento das temperaturas em todos os termopares. Maiores comparações para corroborar podem se observar com os gráficos de Jansson (2008), Phan (2008) e o início das curvas de Palmer *et al.* (2014), onde se aprecia um comportamento similar.

Figura 115 - Comparação com temperaturas dentro do espécime e a curva de aquecimento do experimento nº 6. Ampliação até a hora 7 do ensaio.

Fonte: Produção própria do autor.

Nas simulações numéricas de Fey *et al.* (2016), os valores da condutividade térmica de seu modelo matemático foram ajustados com o intuito de empatar os valores obtidos nos experimentos físicos (informação pessoal)¹⁵. Utilizaram o valor que resultasse maior de entre seja 2,5 W/mK ou o resultado obtido de uma equação escalonada que é função da temperatura e da porcentagem de saturação do poro com água líquida.

Assumiram que o comportamento experimental das temperaturas é causado por mudanças significativas na condutividade térmica, que decresce pelas mudanças na microestrutura resultante dos processos químicos, pelas trincas e pela queima das fibras de polipropileno (o que faz entender que na composição do concreto que utilizaram tinha alguma porcentagem de fibras, porém não informaram quais, que porcentagem nem as características).

Também afirmaram que a condutividade térmica dos agregados do concreto diminuía no decorrer dos experimentos, embora não indicassem quais foram esses agregados. Informaram que através de medições próprias e por medições reportadas na tese de Großwendt (2007) foi demonstrado que a condutividade térmica de um concreto similar ao que utilizaram, quando está em estado “verde”, é maior até quatro vezes que a reportada pelos fabricantes de concretos refratários; isto porque os fabricantes frequentemente medem a condutividade após a queima do material, acima dos 1000°C.

Em relação ao material utilizado nos experimentos nº 5 e nº 6 desta tese, a condutividade térmica do concreto refratário utilizado reportada pelo fabricante, de acordo com o Quadro 6, até os 900°C é de 1,34 W/mK; e acima de 1100°C cai para 1,24 W/mK.

Aparentemente os autores estão utilizando um critério alto na definição da condutividade térmica. Para ter um critério de comparação, Gong e Mujumdar (1996) nas suas simulações utilizaram um valor de condutividade térmica de 1,67 W/mK. Por outro lado, Palmer *et al.* (2014) não reportaram qual valor de condutividade foi utilizado nas suas simulações, embora comentassem que haviam concluído que a condutividade térmica influencia em grande forma os resultados de pressão.

Fazendo uma pesquisa referente aos comentários de Gong e Mujumdar (1997) sobre a condutividade térmica, eles assumiram que a variação da condutividade térmica de alguns concretos refratários é pequena e a desprezaram concordando com os achados de Harmathy (1965) e de Dhatt, Jacquemier e Cadje (1986); isso contradiz o comentário de Palmer *et al.* (2014).

¹⁵ Informação obtida em comunicação por e-mail com Karl-Georg Fey, 22 out. 2018.

Em relação à dependência da condutividade térmica em função da temperatura Gong e Mujumdar (1997) comentaram que, pelo menos até o ano 1996 não havia alguma referência disponível. Dez anos depois, no seu artigo de revisão confirmaram novamente sua posição utilizando o mesmo valor e considerações relativas a esse parâmetro.

Após esta discussão será conveniente abrir novamente o tópico para uma pesquisa com maior profundidade e obtenção de maiores evidências; isto é indicado para os trabalhos futuros. No caso dos artigos publicados, para finalidade de comparar, seria interessante sempre informar, pelo menos em termos gerais, qual é a composição dos concretos refratários que são simulados para poder confirmar com estudos próprios os valores das condutividades térmicas.

Continuando com a análise e comparação do comportamento das temperaturas, na Figura 114 (b) observa-se que aproximadamente a partir das 3,5 hr as temperaturas dos termopares mais profundos mostram um pequeno declive que Fey *et al.* (2016) assumiram que foi devido ao efeito da mudança da capacidade calorífica da água ao evaporar, ou seja, à grande quantidade de energia que precisa a água capilar para sua evaporação; o que coincide com o comportamento e comentários de gráficos previamente analisados.

Com referência às pressões, a Figura 116 (a) mostra as pressões *vs* tempo nas diferentes profundidades, média e desvio padrão dos experimentos feitos com a curva de aquecimento da Figura 114 (a), nestes gráficos pode ser observado o pico com valor máximo de 1800 kPa (18 bar) no sensor (S4) a 60 mm de profundidade, que é o centro do bloco, onde o vapor enfrenta a maior distância para sair.

Figura 116 - Comparação de pressões com taxa de 60°C/hr sem isoterma.

Fonte: Adaptações (FEY, 2015) de.

Atrai a atenção observar que em alguns momentos a pressão próxima à superfície quente (S2) seja menor em comparação com a pressão próxima à superfície fria (S6). Esse comportamento não é coincidente com as leituras de pressão obtidas nos experimentos nº 5 e nº 6 desta tese, onde se registrou em ambos os experimentos que os valores maiores de pressão aconteciam nas sondas mais próximas à face quente, porém com valores de pressão muito menores. Os baixos valores de pressão e a falta de repetição nos ensaios desta tese não permitem contar com os suficientes argumentos para questionar estes comportamentos.

Fey *et al.* (2016) explicam que embora somente esteja sendo aquecida uma face, apresentam-se duas frentes de secagem se movendo em sentidos opostos na direção paralela à direção do aquecimento (que nestes dois arranjos experimentais que estão sendo comparados é vertical). Em teoria, uma segunda frente de secagem está se movendo dentro do bloco, proveniente da face fria, com uma velocidade muito menor devido às temperaturas mais baixas.

Outra explicação que comentaram é relacionada à menor permeabilidade existente nas zonas com menor temperatura no corpo de prova e uma última explicação é a quantidade crescente de água líquida no lado frio do concreto. De acordo com eles, a pressão nos poros força a água líquida e vaporizada a se mover cada vez mais fundo. Quando o vapor encontra a frente contrária, é condensado novamente. Esses mecanismos fornecem constantemente água nova para a segunda frente de secagem, dando como resultado pressões mais altas e movimentos mais lentos da frente de secagem. Essas explicações coincidem com a teoria de obstrução da umidade (*moisture clog*) de Shorter e Harmathy (1961).

Os valores de pressão da parte ascendente ficaram praticamente iguais aos valores da pressão de saturação do vapor, como pode ser observado no gráfico de pressões vs temperaturas, da Figura 116 (b), onde também é mostrada a pressão de saturação. Este fato indica que ao longo dessa linha praticamente não há ar dentro do corpo de prova (FEY *et al.*, 2016).

A extensão das barras mostra a dispersão dos valores obtidos, notando uma maior variação na parte descendente, diferentemente da parte ascendente das curvas onde foram medidas pequenas variações.

No gráfico da Figura 116 (a), aproximadamente às 6 hr do ensaio, podem ser observadas barras com ampla dispersão nos momentos em que as pressões estão decrescendo. Segundo Fey *et al.* (2016) é causado por uma ligeira mudança no tempo das diferentes experiências. Também afirmaram que a dispersão nas leituras de pressão se deve

a pequenas diferenças no procedimento de aquecimento, e que o espalhamento mais forte dos picos e da parte decrescente é devido a pequenas variações nas propriedades dos diferentes corpos de prova.

No seguinte grupo de experimentos, aplicaram uma curva de aquecimento descrita da seguinte forma:

A primeira subida forte das curvas durante a taxa inicial de aquecimento de 75K/hr detém-se em 200°C. Iniciando daí o incremento de temperaturas muito devagar com aproximadamente 5 K/hr até que é assumido que o bloco está seco depois de aproximadamente 7 horas. Depois outro período de aquecimento forte com 75 K/hr termina com uma temperatura de 700°C na superfície (Fey *et al.*, 2016, p. 111-112, tradução nossa).

Neste trabalho de tese, assumiu-se que nessa descrição as unidades de K/hr em realidade sejam °C/hr e que está sendo considerado um patamar de aproximadamente 7 horas. A Figura 117 (a) mostra de forma gráfica essa curva de aquecimento descrita, e a Figura 117 (b) mostra o gráfico dos valores médios resultantes dos experimentos realizados por Fey *et al.* (2016). Analisando ambos os gráficos, consegue-se perceber que, aparentemente, o patamar deve ter sido de um menor tempo de duração; máximo de 5,5 hr. O que pode representar uma diferença importante no comportamento das temperaturas e para o efeito do secado. Considerando que o aquecimento é somente pela face superior.

A Figura 117 (c) mostra uma curva de aquecimento com patamar de 5 hr para comparação. Pode-se notar que neste caso, às 9 hr do ensaio a temperatura na face superior se encontra em 300°C, como também pode ser corroborado no gráfico (b) das temperaturas dos termos. Assim como também coincide que às 14 hr já são atingidos os 700°C.

Na Figura 117 (b) pode ser analisado e discutido o comportamento das temperaturas nas diferentes profundidades da mesma forma que foi feito com o aquecimento sem patamar. Observa-se espalhamento nas curvas de temperatura registradas pelos termos ao longo do tempo, porém aparentemente mostram uma resposta muito rápida, praticamente sem inércia, o que contrasta com os comportamentos observados nesta tese, onde há maior inércia e uma separação maior entre a curva de aquecimento e as temperaturas registradas nos termos, ou seja, entre a temperatura da face aquecida e a curva dos termos a diferentes profundidades. Resulta evidente a necessidade de maior experimentação, inclusive colocando os termopares de forma horizontal, nas isothermas para maiores comparações.

Figura 117 – Curvas e temperaturas obtidas com taxa de 75°C/hr e isoterma em 200°C.

Fonte: (a) e (c) Produção do autor com dados de (FEY *et al.*, 2016); (b) (FEY, 2015).

Essa curva com patamar a 200°C foi desenvolvida pelos autores para tentar gerar uma pressão constante máxima de cerca de 1000 kPa durante todo o processo de aquecimento com o intuito de evitar o risco de lascado explosivo (FEY *et al.*, 2016). Na Figura 118 (a) podem ser observadas as leituras de pressão resultantes a diferentes profundidades, junto com suas barras de dispersão.

Pode-se perceber que a partir do primeiro pico, que aparece às 3 hr, até aproximadamente às 7 hr do ensaio, nenhuma pressão superou os 1000 kPa (10 bar) e a partir dessa hora, os sensores (S5) a 78 mm e (S6) a 95 mm de profundidade começaram a sobrepassar essa pressão.

O sensor (S5), aproximadamente às 8,5 hr do ensaio atingiu uma pressão média máxima de aproximadamente 1400 kPa (14 bar), com uma dispersão de 1200 a 1550 kPa (12 a 15,5 bar). Eles assumiram que esse aumento de pressão é causado pelo aumento da taxa de aquecimento em um momento em que o corpo de prova ainda não estava completamente seco (FEY *et al.*, 2016).

Figura 118 - Pressões com taxa de 75°C/hr e isoterma em 200°C.

Fonte: Adaptações de (FEY, 2015) e (FEY *et al.*, 2016).

Embora não tenham conseguido manter as pressões abaixo de 1000 kPa, demonstraram que utilizando um patamar, as pressões geradas são menores pelo tempo que o vapor tem para fluir e sair do meio poroso (FEY *et al.*, 2016). Ainda fica em questão o cálculo do tempo e a determinação da temperatura necessária do patamar para evitar aumentos de pressão e riscos posteriores. Esse objetivo pretende ser atingido com o desenvolvimento dos modelos matemáticos para prever os comportamentos dos parâmetros resultantes com auxílio de simulações numéricas e obter de forma previsível uma pressão máxima constante dentro do concreto durante a secagem.

Para isso, devem ser considerados os diferentes tipos de água dentro do concreto, pois teoricamente o fenômeno consta de no mínimo três etapas: a primeira de evaporação (da temperatura ambiente até 100°C); a segunda de ebulição para a eliminação da água livre (de 100°C até 250-300°C) e a terceira de desidratação para eliminar a água quimicamente ligada (acima de 250-300°C) (INNOCENTINI *et al.*, 2003).

Analisando o comportamento de todos os sensores na parte descendente dos gráficos de pressão pode-se observar que aparece uma segunda elevação ou um segundo pico de pressão, com valor menor que o do pico máximo, um pouco mais notório nos sensores mais próximos à face aquecida (S3) e (S2) na Figura 118 gráfico (a) às 9 hr do ensaio, que também já foi identificado no experimento nº 5 desta tese, onde aparece notoriamente esse comportamento entre as 20 e 21 hr do ensaio. Assumindo que pode ser devido à liberação de água quimicamente ligada.

Outro detalhe que pode ser detectado nos gráficos de pressão de Fey *et al.* (2016), também nos gráficos de pressão de Dal Pont (2004), é que o valor inicial das leituras de

pressão não inicia em zero. Aliás, aparentemente o valor inicial é de aproximadamente 100 kPa (1 atm). Dentre todos os trabalhos publicados que estão sendo considerados nesta discussão, esses dois são os únicos onde são identificados esse detalhe. A pressão medida neste trabalho de tese é manométrica, como se assume que é a de todos os autores considerados nesta discussão.

Outro dos parâmetros que Fey *et al.* (2016) conseguiram comprovar com a repetibilidade dos experimentos foi o efeito da relação água/concreto no desenvolvimento de pressão durante a secagem. A Figura 119 mostra o comportamento da pressão no sensor (S3) com profundidade de 42 mm para três diferentes conteúdos de água, com experimentos feitos por duplicado. Onde pode ser observado que a leitura de pressão diminui com o aumento do teor de água. E pode-se corroborar que as leituras mais altas de pressão, na faixa dos 2300 kPa (23 bar) foram obtidas com o menor conteúdo de água 4,6 lt/100kg (4,3 % massa).

A razão está na permeabilidade do concreto, que aumenta com o aumento do teor de água da mistura. Esse comportamento foi demonstrado para um concreto refratário (RAMAL JR.; SALOMAO; PANDOLFELLI, 2004). Essas leituras experimentais de pressão foram consistentes com os resultados das simulações do modelo matemático multifásico desenvolvido por (FEY *et al.*, 2016).

O conhecimento objetivo do efeito das diferenças no teor de água na mistura é importante, pois na prática industrial, os fabricantes de concreto refratário somente indicam um valor mínimo e máximo de água a ser utilizada na mistura. Na operação, o pessoal responsável inicia colocando o teor de água mínimo e vai adicionando água de forma gradativa até que a massa adquira uma consistência plástica.

Na indústria, dependendo da aplicação, do tamanho dos sacos de concreto e do tamanho dos monólitos ou dos fornos ou das partes que serão moldadas, geralmente a peça inteira não é vertida em uma única mistura, normalmente são feitas várias misturas. Então, a quantidade de água usada em cada mistura pode variar dentre as misturas individuais, pois vai depender do pessoal operacional, do misturador de concreto, e do peso real da massa seca pré-acabada embalada.

Outro fator que pode ser avaliado com experimentos repetitivos é o efeito da data fabricação, do tempo de estoque e a data de validade do concreto. Fey (2015) percebeu o efeito quando utilizou concreto novo e concreto com datas próximas ao vencimento.

Figura 119 - Efeito comparativo do conteúdo de água na pressão durante a secagem.

Fonte: Adaptado de (FEY, 2015).

Outra diferença entre os arranjos são as condições de contorno com diferentes tipos de regime de estresse térmico, ou seja, o tipo de aquecimento a ser fornecido, que pode ser radiativo (KALIFA; CHÉNÉ; GALLÉ, 2001), convectivo (JANSSON, 2013), ou condutivo (DAL PONT, 2004; TOROPOVS *et al.*, 2015).

Por exemplo, referente ao comportamento do lascado, comentado previamente no capítulo 4.1.3, o tipo de regime que se utiliza pode ter um efeito determinante na profundidade e tipo de lascado (JANSSON, 2013). Um aquecimento convectivo com uma chama forte e direcionada ao material terá um diferente efeito do aquecimento com resistências elétricas ou com micro-ondas e ou combinações. Aliás, utilizando somente gás e ar na combustão, a relação ar/gás, e a velocidade da chama poderiam ter efeitos distintos no comportamento do lascado do concreto. Acredita-se que não será igual aquecer o ambiente de um forno do que aquecer diretamente a face do concreto. Todas essas considerações são obrigatórias para as análises e produção de resultados numéricos.

De acordo com Connolly (1995), a especificação de um regime térmico, simplesmente em termos de temperatura-tempo é inadequada, já que a resposta de temperatura de um corpo de prova de concreto será governada pelo fluxo líquido total de calor incidente na sua superfície, teoricamente a especificação apropriada do ambiente de aquecimento deverá ser baseada sobre o critério do fluxo de calor. A especificação de um regime de tempo-temperatura não considera nem a variação de emissividades de diferentes fontes de calor, nem a variação nas emissividades da superfície e os dos coeficientes de transmissão de calor do espécime de concreto.

8.7 Comentários sobre as medições de pressão

Apesar das diferenças mencionadas e as complicações presentes, os diferentes estudos de medição de pressão de varios autores até o momento mostraram que:

- a) há uma necessidade de realizar mais experimentos medindo a pressão interna em concretos refratários, a maior parte das pesquisas realizadas foi em concreto civil utilizando uma curva padrão. Os estudos com refratário, além de utilizar distintos tipos de concreto, têm aplicado diferentes arranjos e regímenes térmicos, o que dificulta fazer associações (FEY *et al.*, 2016; ZHANMIN *et al.*, 2015; MEUNIER; MINDEGUIA; PIMIENTA, 2008; TAIRA; NAKAMURA, 2008; HIPPS; BROWN, 1984; NEKRASOV; ZHUKOV; SHEVCHENKO, 1967).
- b) a pressão nos poros durante o aquecimento de HPC é superior ao concreto normal, (KALIFA; CHÉNÉ; GALLÉ, 2001; MINDEGUIA, 2009; PHAN, 2008);
- c) concretos comuns com alto teor de água, curados sem cobertura, embora com umidade inicial baixa, consistentemente apresentam menores pressões durante o aquecimento, se comparados com concretos de alto desempenho (curados com cobertura), (PHAN, 2008). No caso de concretos refratários com maior teor de água também foram registradas menores leituras de pressão (FEY *et al.*, 2016);
- d) o aquecimento lento geralmente gera a uma pressão nos poros mais alta do que o aquecimento rápido (Curva ISO 834), provavelmente devido a danos térmicos induzidos durante o aquecimento rápido, (PHAN, 2008; MINDEGUIA *et al.*, 2010). Em algumas profundidades, esses resultados são contraditórios com os resultados de Bangi (2010), mas nesses experimentos a taxa de aquecimento mais rápida foi menor que a do fogo padrão;
- e) a adição de fibra de polipropileno tem mostrado ser eficiente para reduzir a pressão no concreto civil, (MINDEGUIA *et al.*, 2010; PHAN, 2008; KALIFA; CHÉNÉ; GALLÉ, 2001), porém, para concretos refratários deve ser avaliado seu efeito em relação à resistência à corrosão;
- f) não foi encontrada uma forte relação entre a pressão nos poros e a fragmentação térmica durante a exposição ao fogo de grandes amostras que são carregadas externamente, ou seja, o concreto com a adição de fibras de polipropileno que não fragmenta ocasionalmente exibe uma pressão nos poros maior do que um concreto fragmentado sem fibras (PHAN, 2008; JANSSON, 2008; MINDEGUIA *et al.*, 2010; BOSTRÖM; JANSSON, 2008).

9 MÉTODOS MATEMÁTICOS E NUMÉRICOS

Neste capítulo foi intensificado o conhecimento de alguns dos princípios e leis específicas que governam os fenômenos simultâneos envolvidos na secagem de concretos refratários revisados no capítulo 3. A modelagem matemática e posteriores simulações do processo com diferentes condições e propriedades foram úteis para entender mais a fundo o problema.

O presente trabalho de tese considerou somente a etapa correspondente ao aquecimento para a eliminação da água livre até a temperatura de 350°C. Foi realizado um estudo para entender os fenômenos de transporte que acontecem com o intuito de poder contribuir para a determinação de curvas de secagem de concretos em função das suas propriedades mais influentes, através de simulações realizadas com um código computadorizado próprio que foi desenvolvido aplicando o método dos volumes finitos.

O modelo da secagem de concreto refratário está baseado no sistema de duas equações diferenciais parciais parabólicas, proposto por Bazant e Thonguthai (1978) e confirmado por Bazant e Jirásek (2018), onde as variáveis incógnitas são os campos de temperatura T e pressão P . O sistema representa o fluxo monofásico de vapor d'água ao longo do tempo, em um meio poroso com alterações estruturais representadas pelas mudanças da permeabilidade ocasionadas pelo aumento de temperatura de acordo com uma curva de aquecimento.

9.1 Estabelecimento das equações diferenciais

O sistema de equações representa a conservação da massa (neste caso vapor d'água) e a conservação de energia. As incógnitas a serem resolvidas são o campo de temperaturas e o campo de pressões. Os termos das equações diferenciais são considerados com base a unidades de volume. Por exemplo, $\vec{J}$ denota o fluxo de massa em um volume de controle com dimensões dx, dy, dz como mostra a Figura 120. O componente $\vec{J}_x$ do fluxo entra numa face e sai pela outra face como $J_x + \frac{\partial J_x}{\partial x} dx$.

As taxas de variação também estão expressas na base de unidades de volume, por exemplo, $\frac{\partial(W)}{\partial t}$ é a variação da massa de vapor d'água por unidade de volume de concreto. O método foi construído fazendo os balanços sobre um volume de controle.

Figura 120- Volume de controle para formulação das equações de conservação (dx, dy, dz) e balanço do fluxo num volume de controle.

Fonte: Adaptado de (PATANKAR, 1980).

Então, o fluxo de massa total por unidade de volume é dado pela Equação (67):

$$\frac{\partial J_x}{\partial x} + \frac{\partial J_y}{\partial y} + \frac{\partial J_z}{\partial z} = \nabla \cdot \vec{J} \quad (67)$$

E o fluxo de calor total por unidade de volume é dado pela Equação (68):

$$\frac{\partial q_x}{\partial x} + \frac{\partial q_y}{\partial y} + \frac{\partial q_z}{\partial z} = \nabla \cdot \vec{q} \quad (68)$$

9.1.1 Balanço de massa

A Equação (69) efetua o balanço da massa identificando-a como o conteúdo de umidade, utiliza a lei de Darcy, Equação (70), para representar o fluxo de água e vapor gerado pelo gradiente do campo de pressão interna nos poros do concreto e considerando como termo fonte a saída de água quimicamente ligada pela desidratação do concreto.

$$\frac{\partial W}{\partial t} = -\nabla \cdot \vec{J} + \frac{\partial W_d}{\partial t} \quad (69)$$

Com:

$$\vec{J} = -\frac{a}{g} \nabla P \quad (70)$$

Onde W é o conteúdo de água livre e W_d é a água liberada pela desidratação, t é o tempo. Assume-se que o fluxo de vapor d'água, $\vec{J}$ é proporcional ao gradiente de pressão de vapor ∇P . O coeficiente g é a aceleração da gravidade $9,806 \text{ m/s}^2$; e o coeficiente a com unidades

em m/s é a permeabilidade do concreto relativa ao vapor, fortemente dependente da estrutura do meio poroso, das propriedades do fluido e da temperatura. Como revisado na Equação (42) do capítulo 3.8, tem a mesma interpretação que a condutividade hidráulica K_h , descrita na Equação (32) do capítulo 3.7.3 da lei de Darcy.

Em temperaturas muito abaixo de 100°C, o calor é transferido apenas por condução e a difusividade do calor no concreto à temperatura ambiente é cerca de 3 a 4 ordens de magnitude maior que a difusividade da umidade. Consequentemente, em comparação com a difusão de umidade, os intervalos de tempo do processo de condução de calor também são de 3 a 4 ordens de magnitude mais curtas, portanto, em momentos comparáveis, as profundidades de penetração de calor são de 30 a 100 vezes maiores (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

Esses fatores contribuem para os cálculos, fazendo com que os problemas de valor inicial da difusão de calor e umidade sejam desacoplados e o problema de transferência de calor possa ser resolvido antes do da difusão de vapor d'água (assumindo-se que as trincas sejam tão finas que aumentam a permeabilidade efetiva apenas em menos de uma ordem de magnitude).

Com o aumento da temperatura, a transferência de umidade é acelerada. A maior aceleração ocorre após exceder 100°C. Ao passar por perto de 95-105°C a permeabilidade ao vapor d'água aumenta em duas ordens de magnitude. Além da condução, o calor também pode ser transferido por convecção na difusão do vapor d'água dos poros, e as transferências de calor e o vapor d'água através do concreto tornam-se acopladas nos dois sentidos.

9.1.2 Balanço de energia

A Equação (71) representa o balanço de energia considerando as entalpias do sistema e como mecanismos de transferência de energia a condução de calor gerada pelo gradiente de temperaturas, utilizando a lei de Fourier, Equação (72), e a convecção de calor gerada pelo fluxo da massa de vapor através do meio poroso.

A secagem é um fenômeno de transporte simultâneo de massa e calor, onde a equação de conservação de massa deve ser complementada com uma equação de conservação de energia apropriada. Basicamente, a conservação de energia refere-se à primeira lei da termodinâmica, segundo a qual o aumento da energia total é igual à soma do trabalho e do calor fornecidos. A energia total é a soma da energia interna e a energia cinética.

Para cálculos práticos, após certas transformações e simplificações, a equação do balanço energético pode ser convertida na equação do calor. A seguinte forma simplificada da equação do calor considera o concreto como um meio multifásico que consiste em um esqueleto sólido com poros preenchidos por água e gás líquido (ar úmido) foi proposta originalmente por Bazant e Thonguthai (1978) e confirmada por Bazant e Jirásek (2018):

$$\rho C \frac{\partial T}{\partial t} - C_a \frac{\partial W}{\partial t} = -\nabla \cdot \vec{q} + C_w \vec{J} \cdot \nabla T \quad (71)$$

Com:

$$\vec{q} = -\lambda \nabla T \quad (72)$$

Onde ρ é a densidade do concreto, C é o calor específico a pressão constante do concreto, C_a é o calor latente de evaporação da água livre, e C_w é o calor específico da água. O fluxo de calor $\vec{q}$ é igual ao gradiente de temperaturas ∇T multiplicado pela condutividade térmica λ do concreto.

A equação de energia pode ser interpretada como a expressão do balanço de calor fornecido e consumido por unidade de tempo, definido para um volume de controle infinitesimal fixo no espaço.

O primeiro termo do lado esquerdo é o calor consumido pelo aumento de temperatura, por volume unitário e tempo unitário. A capacidade térmica específica de uma substância pura (por exemplo, a água) é formalmente definida como a derivada parcial de entalpia específica em relação à temperatura, sobre pressão constante. A entalpia específica é um potencial termodinâmico obtido da energia interna específica pela transformação de Legendre e está ligada à energia livre específica de Gibbs por outra transformação de Legendre. A entalpia pode ser pensada como a energia armazenada no material (a energia interna) mais o trabalho da pressão no volume ocupado pelo material.

O segundo termo no lado esquerdo, corresponde à taxa de calor consumida pelo processo de vaporização. Quando a água líquida atinge o ponto de ebulição precisa de uma quantidade de energia adicional para ser convertida em vapor, o calor latente da vaporização (entalpia da vaporização).

O primeiro termo do lado direito é a taxa de calor fornecido por condução. E o segundo termo de lado direito representa o efeito do calor de convecção gerado pelo fluxo de vapor aquecido através de um volume infinitesimal do meio poroso e realiza um acoplamento com a equação do balanço de massa.

9.2 Simplificações

Deve-se considerar que este modelo matemático tem simplificações importantes. Por exemplo, o balanço de massa considera o conceito de umidade como fluido que envolve o ar, a água líquida e o vapor, cada um dessas fases poderia ter sua própria equação de balanço de massa. Porém, no caso do primeiro aquecimento de concreto refratário, justamente após a cura, a existência de ar realmente pode ser assumida como mínima. Provavelmente só até atingir temperaturas acima de 250 ou 300°C, quando o vapor de água esteja saindo do meio poroso, é que o ar entraria em ação, precisamente substituindo o vapor de água para ocupar o espaço oco da microporosidade.

Na equação do balanço de energia, o calor específico do concreto e da água líquida foi considerado constante, sendo que suas contribuições podem variar em função da temperatura e as aportações de gases possivelmente presentes foram negligenciadas.

Outra simplificação, neste modelo específico é que na equação de energia não está considerando o calor fornecido por alguma fonte de aquecimento à unidade de volume do concreto por unidade de tempo. Essa fonte é considerada somente nas condições de contorno (BAZANT; THONGUTHAI, 1978). Tampouco está considerada a taxa de calor consumida pelo processo específico de desidratação. Nas formulações posteriores do modelo apresentado por Bazant e Jirásek (2018) esses termos foram adicionados. Porém, no desenvolvimento deste trabalho de tese foi considerada a formulação original pela maior simplicidade para implementar.

Outra simplificação é que no caso do primeiro aquecimento de concreto refratário, a estrutura porosa pode estar sofrendo outras transformações próprias do tipo de solidificação (cristalização) dos componentes específicos, então, em realidade é uma estrutura porosa ainda em estado transiente.

Embora seja simplificado, para Gong e Mujumdar (2007) o modelo matemático aplicado neste trabalho de tese é uma aproximação considerada apropriada para aplicações de engenharia, como utilizado em (GONG; MUJUMDAR, 1993). Tradicionalmente tem sido resolvido com soluções aproximadas obtidas numericamente, utilizando o método dos elementos finitos; neste trabalho de tese foi resolvido num campo tridimensional (3-D), utilizando o método numérico conservativo dos volumes finitos com uma discretização implícita do domínio, para isso, o sistema de EDP foi acondicionado como será explicado.

9.3 Manipulação das equações

A seguir são apresentadas as principais operações algébricas e de cálculo e considerações necessárias para primeiramente obter equações gerais acondicionadas para a aplicação do método dos volumes finitos, posteriormente o sistema de EDP foi convertido em sistemas de múltiplas equações lineares resolvidas por computador com um método iterativo, utilizando um código próprio desenvolvido em linguagem Fortran 90.

9.3.1 Equação da conservação da massa

Substituindo a Equação (70) na Equação (69) obtém-se a Equação (73):

$$\frac{\partial W}{\partial t} = \nabla \cdot \left(\frac{a}{g} \nabla P \right) + \frac{\partial W_d}{\partial t} \quad (73)$$

Para um campo tridimensional, a equação (73) teria a forma da Equação (74):

$$\frac{\partial W}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{a}{g} \frac{\partial P}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\frac{a}{g} \frac{\partial P}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\frac{a}{g} \frac{\partial P}{\partial z} \right) + \frac{\partial W_d}{\partial t} \quad (74)$$

Pela equação termodinâmica de estado da água, o conteúdo de água W , é função da temperatura T e da pressão P , ou seja, $W = W(P, T)$, podendo escrever a Equação (75):

$$\frac{\partial W}{\partial t} = \frac{\partial W}{\partial P} \frac{\partial P}{\partial t} + \frac{\partial W}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (75)$$

Substituindo $\frac{\partial W}{\partial t}$ na equação (74), obtem-se a Equação (76):

$$\frac{\partial W}{\partial P} \frac{\partial P}{\partial t} + \frac{\partial W}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{a}{g} \frac{\partial P}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\frac{a}{g} \frac{\partial P}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\frac{a}{g} \frac{\partial P}{\partial z} \right) + \frac{\partial W_d}{\partial t} \quad (76)$$

Por praticidade são determinados os coeficientes A_1 e A_3 , na Equação (77):

$$A_1 = \left. \frac{\partial W}{\partial P} \right|_T; \quad A_3 = \left. \frac{\partial W}{\partial T} \right|_P \quad (77)$$

Os valores de $\frac{\partial W}{\partial P}$ e $\frac{\partial W}{\partial T}$ podem ser calculados utilizando aproximação de diferenças centradas, utilizando as Equações (78) para calcular o passo n :

$$\begin{aligned} \left(\frac{\partial W}{\partial P} \right)_{n+1} &= \frac{W(P_{n+1}, T) - W(P_{n-1}, T)}{P_{n+1} - P_{n-1}} \\ \left(\frac{\partial W}{\partial T} \right)_{n+1} &= \frac{W(P, T_{n+1}) - W(P, T_{n-1})}{T_{n+1} - T_{n-1}} \end{aligned} \quad (78)$$

Logo, substituindo os coeficiente A_1 e A_3 na Equação (76) e desenvolvendo para um campo tridimensional obtém-se a Equação (79):

$$A_1 \frac{\partial P}{\partial t} + A_3 \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{a}{g} \frac{\partial P}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\frac{a}{g} \frac{\partial P}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\frac{a}{g} \frac{\partial P}{\partial z} \right) + \frac{\partial W_d}{\partial t} \quad (79)$$

Que, na nomenclatura compacta, teria a forma da Equação (80):

$$A_1 \frac{\partial P}{\partial t} + A_3 \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot \left(\frac{a}{g} \nabla P \right) + \frac{\partial W_d}{\partial t} \quad (80)$$

Depois, isolando o termo transiente da pressão e ordenando, obtém-se uma equação geral para a conservação de massa, a Equação (81):

$$\frac{\partial P}{\partial t} = \nabla \cdot \left(\frac{a/g}{A_1} \nabla P \right) + \frac{1}{A_1} \frac{\partial W_d}{\partial t} - \frac{A_3}{A_1} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (81)$$

Onde:

$\frac{\partial P}{\partial t}$ É o termo transiente;

$\nabla \cdot \left(\frac{a/g}{A_1} \nabla P \right)$ É o termo difusivo;

$\frac{1}{A_1} \frac{\partial W_d}{\partial t} - \frac{A_3}{A_1} \frac{\partial T}{\partial t}$ É o termo fonte.

9.3.2 Equação de conservação da energia

Substituindo a Equação (74) na Equação (73) obtém-se a Equação (82):

$$\rho C \frac{\partial T}{\partial t} - C_a \frac{\partial W}{\partial t} = \nabla \cdot (\lambda \nabla T) - C_w \left(\frac{a}{g} \nabla P \right) \cdot \nabla T \quad (82)$$

Para um campo tridimensional, a equação da energia, Equação (83), teria o seguinte desenvolvimento:

$$\rho C \frac{\partial T}{\partial t} - C_a \frac{\partial W}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial z} \right) - C_w \frac{a}{g} \left(\frac{\partial P}{\partial x} \frac{\partial T}{\partial x} + \frac{\partial P}{\partial y} \frac{\partial T}{\partial y} + \frac{\partial P}{\partial z} \frac{\partial T}{\partial z} \right) \quad (83)$$

Pela equação termodinâmica de estado da água, o conteúdo de água W , é função da temperatura T e da pressão P , ou seja, $W = W(P, T)$, então é possível escrever a Equação (84):

$$\frac{\partial W}{\partial t} = \frac{\partial W}{\partial P} \frac{\partial P}{\partial t} + \frac{\partial W}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (84)$$

Substituindo $\frac{\partial W}{\partial t}$ na equação de conservação de energia, na nomenclatura compacta, tem-se a Equação (85):

$$\rho C \frac{\partial T}{\partial t} - C_a \frac{\partial W}{\partial P} \frac{\partial P}{\partial t} - C_a \frac{\partial W}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot (\lambda \nabla T) - C_w \left(\frac{a}{g} \nabla P \right) \cdot \nabla T \quad (85)$$

Agrupando, obtém-se a Equação (86):

$$- C_a \frac{\partial W}{\partial P} \frac{\partial P}{\partial t} + \left(\rho C - C_a \frac{\partial W}{\partial T} \right) \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot (\lambda \nabla T) - C_w \left(\frac{a}{g} \nabla P \right) \cdot \nabla T \quad (86)$$

Por praticidade são determinados os coeficientes A_2 e A_4 , Equação (87), fazendo:

$$A_2 = -C_a \frac{\partial W}{\partial P} \Big|_T ; \quad A_4 = \rho C - C_a \frac{\partial W}{\partial T} \Big|_P \quad (87)$$

Os valores de $\frac{\partial W}{\partial P}$ e $\frac{\partial W}{\partial T}$ foram calculados utilizando aproximação de diferenças centradas Equação (78). Logo, substituindo os coeficientes obtém-se a equação da conservação de energia; desenvolvida para um campo tridimensional na Equação (88):

$$A_2 \frac{\partial P}{\partial t} + A_4 \frac{\partial T}{\partial t} = -C_w \frac{a}{g} \left(\frac{\partial P}{\partial x} \frac{\partial T}{\partial x} + \frac{\partial P}{\partial y} \frac{\partial T}{\partial y} + \frac{\partial P}{\partial z} \frac{\partial T}{\partial z} \right) + \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial z} \right) \quad (88)$$

Na nomenclatura compacta teria a forma da Equação (89):

$$A_2 \frac{\partial P}{\partial t} + A_4 \frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot (\lambda \nabla T) - C_w \left(\frac{a}{g} \nabla P \right) \cdot \nabla T \quad (89)$$

Isolando o termo transiente da temperatura e ordenando, obtém-se a uma equação geral para a conservação de energia, a Equação (90):

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \nabla \cdot \left(\frac{\lambda}{A_4} \nabla T \right) - \frac{C_w}{A_4} \left(\frac{a}{g} \nabla P \right) \cdot \nabla T - \frac{A_2}{A_4} \frac{\partial P}{\partial t} \quad (90)$$

Onde:

$\frac{\partial T}{\partial t}$ É o termo transiente;

$\nabla \cdot \left(\frac{\lambda}{A_4} \nabla T \right)$ É o termo difusivo;

$-\frac{C_w}{A_4} \left(\frac{a}{g} \nabla P \right) \cdot \nabla T - \frac{A_2}{A_4} \frac{\partial P}{\partial t}$ É o termo fonte.

9.4 Método de discretização

Foi utilizado o método totalmente implícito proposto por Patankar (1980), onde as equações diferenciais foram manipuladas para corresponder a uma equação geral que será discretizada num domínio que representa o corpo de prova dos experimentos realizados, que foi dividido em uma série de volumes de controle representativos não sobrepostos, como mostra a Figura 121: (a) Representação próxima à realidade e (b) Discretização para malha cartesiana. Posteriormente, é colocado cada nó da malha (*grid*) no centro de cada volume de controle, como mostra a Figura 122.

Figura 121 – Volume de controle representativo do refratário.

Fonte: Adaptado de (ZEHMISCH *et al.*, 2014).

9.4.1 Criação da malha

A solução numérica consistirá num conjunto de números com os quais poderá ser construída a distribuição que represente os campos de solução. Os resultados das análises numéricas, assim como os resultados dos experimentos de laboratório, estão representados pelas coordenadas dos pontos de leitura de pressão e temperatura dentro do corpo de prova. A discretização do domínio foi realizada em 3D, utilizando um *cluster* de pontos da grade num estêncil de relação entre os volumes, como mostra a Figura 122 onde as letras minúsculas representam as fronteiras e as maiúsculas os nós contíguos. Note-se o nó central nomeado ponto P.

Com a representação dos nós da malha foram obtidas as equações de discretização, considerando cada um dos princípios de conservação de massa e de energia em cada volume de controle, como o mostrado na Figura 122. A solução implica que a conservação integral das quantidades de massa e energia seja satisfeita em todos os volumes de controle em todo o domínio de cálculo, seja para uma solução grossa ou fina.

Figura 122 - Estêncil empregado para simulação 3-D com notação W, E, N, S, T e B para as direções oeste, leste, norte, sul, acima e abaixo. Onde c é a distância do nó para a interface.

Fonte: Adaptado de (ZEHMISCH *et al.*, 2014).

As fronteiras dos estêncis ficam no intervalo entre os nós da malha. A Figura 123 mostra o nó central nomeado como ponto P que tem como vizinhos os nós de malha E (leste) e W (oeste) e as interfaces w e e . Em relação ao estêncil da Figura 122, tem-se que na direção x , $(\delta x)_w = (\delta x)_e = 2c$; e nesta imagem, as interfaces ou fronteiras w e e estão à metade.

Figura 123 - Nós de malha mostrando as fronteiras de cada segmento, na dimensão x .

Fonte: Adaptado de (PATANKAR, 1980).

Se forem fornecidos os valores de $j=1, 2, 3...n$ para os segmentos de volume de controle que contém os nós W, P e E, sucessivamente; entendendo que no centro do segmento j está localizado o nó P, a Figura 124 mostra um esquema com as relações entre segmentos contínuos até as condições de contorno, considerando aquecimento em uma face do corpo de prova, neste exemplo, no lado esquerdo.

Figura 124 - Exemplo de arranjo geral de uma linha da malha para o modelo de secagem.

Fonte: Adaptado de (KLINGSCH, 2014).

A Figura 125 mostra o esquema distribuição dos pontos de pressão P de poros representativos para a determinação do gradiente de pressão, onde a fronteira esquerda do intervalo j é w e a fronteira direita do intervalo j é e .

Figura 125 - Pressão e seu gradiente para diferentes segmentos de volume.

Fonte: Adaptado de (KLINGSCH, 2014).

A Figura 126 mostra o esquema distribuição dos pontos de temperatura T nos nós representativos para a determinação do gradiente de pressão entre os segmentos.

Figura 126 - Temperatura e sua gradiente para diferentes segmentos de volume.

Fonte: Adaptado de (KLINGSCH, 2014).

9.4.2 Discretização no espaço

As EDP (81) e (90) foram integradas em cada volume de controle; utilizando perfis por partes para expressar a variação da P e T entre os pontos da grade. Como exemplo, segue a derivação da equação de discretização para o termo difusivo, como seria feita para a equação geral da conservação de energia, a Equação (91), somente na coordenada x para abreviar espaço:

$$\rho C \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) \quad (91)$$

Onde T é temperatura, λ é condutividade térmica, ρ e C massa e calor específicos.

Começando pelo termo espacial do lado direito, integrando sobre o volume de controle, obtém-se a Equação (92):

$$\int_w^e \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) = \left(\lambda \frac{dT}{dx} \right)_e - \left(\lambda \frac{dT}{dx} \right)_w + \int_w^e S dx \quad (92)$$

Onde S é uma taxa de geração (o termo fonte) por unidade de volume. Patankar (1980) propõe utilizar funções de interpolação linear (*piece-wise linear profile*) entre os nós da malha, como mostra a Figura 127 onde a pendente $\frac{dT}{dx}$ é definida através das fronteiras dos volumes de controle, que neste caso, numa malha regular, consideram-se localizadas na metade da distância entre os nós.

Figura 127 - Funções de interpolação linear espacial com as interfaces (fronteiras) dos volumes de controle colocadas entre nós adjacentes.

Fonte: Adaptado de (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

Avaliando as derivadas $\frac{dT}{dx}$ da Equação (92) com interpolação linear, resultará na Equação (93):

$$\lambda_e \frac{T_E - T_P}{(\delta x)_e} - \lambda_w \frac{T_P - T_W}{(\delta x)_w} + \bar{S} \Delta x = \rho C \frac{\partial T}{\partial t} \quad (93)$$

Onde λ_e é o valor da condutividade térmica pertencente ao segmento do controle de volume até a fronteira e ; e λ_w é o pertinente até a fronteira w ; e $\bar{S}$ é o valor médio de S no volume de controle. Então, agrupando tem-se a Equação (94):

$$-\left(\frac{\lambda_e}{(\delta x)_e} + \frac{\lambda_w}{(\delta x)_w}\right) T_P + \frac{\lambda_e}{(\delta x)_e} T_E + \frac{\lambda_w}{(\delta x)_w} T_W + \bar{S} \Delta x = \rho C \frac{\partial T}{\partial t} \quad (94)$$

Agora, para dar forma de uma equação linear, da Equação (94) são determinados os coeficientes das Equações (95):

$$a_P = \frac{\lambda_e}{(\delta x)_e} + \frac{\lambda_w}{(\delta x)_w} ; \quad a_E = \frac{\lambda_e}{(\delta x)_e} ; \quad a_W = \frac{\lambda_w}{(\delta x)_w} \quad (95)$$

Dessa forma e utilizando os pontos da *grid* é gerado um sistema de equações lineares de discretização espacial na forma da Equação (96):

$$a_P T_P = a_E T_E + a_W T_W + b \quad (96)$$

A temperatura no nó central T_P da *grid* aparece do lado esquerdo da Equação (96); as temperaturas dos nós vizinhos e o termo b , relacionado com o termo fonte S , estão do lado direito. Para o caso 3D, o número de vizinhos incrementa, ficando a Equação (97):

$$a_P T_P = a_E T_E + a_W T_W + a_N T_N + a_S T_S + a_T T_T + a_B T_B + b \quad (97)$$

A forma abreviada da Equação (97) fica conforme a Equação (98):

$$a_P T_P = \sum a_{nb} T_{nb} + b \quad (98)$$

Onde, nb representa o nó vizinho e a somatória envolve toda a vizinhança.

Note-se que na derivação desta equação foi utilizada a suposição mais simples do perfil para avaliar $\frac{dT}{dx}$. Porém, podem ser utilizadas outras funções de interpolação. Tampouco é obrigatório utilizar o mesmo perfil para todas as quantidades envolvidas (PATANKAR, 1980).

9.4.3 Discretização no tempo

Para considerar o termo transiente na derivação das EDP (81) e (90) tem-se que o tempo trabalha somente com um sentido de coordenada, resolvendo-se andando no tempo a partir da distribuição inicial de temperaturas. Então, em cada passagem de tempo, dados os valores T dos nós da malha no tempo t são calculados os valores T dos nós no tempo $t+\Delta t$.

Os valores passados (conhecidos) de T são T_P^0 , T_E^0 , T_W^0 ...; e os novos valores (desconhecidos) de T no tempo $t+\Delta t$ são T_P^1 , T_E^1 e T_W^1 ...

Como exemplo, para considerar o termo transiente na discretização (como seria feito para a equação geral da conservação de energia), integra-se o lado esquerdo da Equação (91) sobre o volume de controle, de w a e no eixo x , agora também integrando no intervalo de tempo de t a $t+\Delta t$. Então, obtém-se a Equação (99):

$$\rho C \int_w^e \int_t^{t+\Delta t} \frac{\partial T}{\partial t} dt dx = \int_w^e \int_t^{t+\Delta t} \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) dx dt \quad (99)$$

Onde a ordem das integrações é eleita em função da natureza de cada termo.

Para todo o termo do lado esquerdo, considera-se que para a representação do termo $\frac{\partial T}{\partial t}$ assume-se que o valor do nó T mantém-se ao longo de todo o volume de controle, então, integrando o lado esquerdo obtém-se a Equação (100):

$$\rho C \int_w^e \int_t^{t+\Delta t} \frac{\partial T}{\partial t} dt dx = \rho C \Delta x (T_P^1 - T_P^0) \quad (100)$$

Para as integrais do lado direito da Equação (99), assumindo um perfil linear ao longo das interfaces, obtém-se a Equação (101):

$$\int_w^e \int_t^{t+\Delta t} \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) dx dt = \int_t^{t+\Delta t} \left[\frac{\lambda_e (T_E - T_P)}{(\delta x)_e} - \frac{\lambda_w (T_P - T_W)}{(\delta x)_w} \right] dt \quad (101)$$

Neste ponto, é feita uma suposição do comportamento de T_P , T_E e T_W ao longo do tempo t para $t+\Delta t$, Patankar (1980) faz uma proposta generalizada é apresentada na Equação (102):

$$\int_t^{t+\Delta t} T_P dt = [f T_P^1 + (1-f) T_P^0] \Delta t \quad (102)$$

Onde f é um fator de peso com valor que vai de 0 a 1.

Utilizando fórmulas similares para integrar T_E e T_W , obtém-se a Equação (103):

$$\rho C \frac{\Delta x}{\Delta t} (T_P^1 - T_P^0) = f \left[\frac{\lambda_e (T_E^1 - T_P^1)}{(\delta x)_e} - \frac{\lambda_w (T_P^1 - T_W^1)}{(\delta x)_w} \right] + (1-f) \left[\frac{\lambda_e (T_E^0 - T_P^0)}{(\delta x)_e} - \frac{\lambda_w (T_P^0 - T_W^0)}{(\delta x)_w} \right] \quad (103)$$

Agora, tomando as formulações dos coeficientes das Equações (95) do espaço, e depois ordenando e agrupando pode-se gerar um sistema de equações lineares de discretização espacial e temporal, a Equação (104):

$$a_P T_P^1 = a_E [f T_E^1 + (1-f) T_E^0] + a_W [f T_W^1 + (1-f) T_W^0] + [a_P^0 - (1-f)a_E - (1-f)a_W] T_P^0 \quad (104)$$

Ainda é necessário definir o valor do fator de peso f . Para certos valores, a equação de discretização é reduzida a algum dos esquemas conhecidos das equações diferenciais parabólicas: explícito, Crank-Nicolson ou totalmente implícito (PATANKAR, 1980). Neste trabalho de tese adotou-se o esquema totalmente implícito para o comportamento da variável no intervalo ou passo. Neste esquema assume-se que no tempo t , T_P repentinamente vai do valor T_P^0 para o valor T_P^1 e mantém-se nesse valor ao longo da passagem de tempo, como mostra a Figura 128. No esquema implícito $f = 1$, então, com essa suposição a Equação (104) fica na forma da Equação (105):

$$a_P T_P^1 = a_E T_E^1 + a_W T_W^1 + b \quad (105)$$

Onde a_E e a_W estão definidas nas Equações (95).

Figura 128 - Funções de interpolação no tempo.

Fonte: Adaptado de (MALISKA, 2004).

Com isso pode ser gerado um sistema de equações algébricas lineares de discretização espacial e temporal onde a incógnita do nó central T_P^1 da passagem em

avanço de tempo aparece do lado esquerdo da Equação (105) e é obtida em termos dos valores conhecidos dos vizinhos e o termo b que traz informações do tempo fonte e da passagem de tempo prévio. Para uma malha cartesiana em 3D, o número de vizinhos incrementa, ficando na forma da Equação (106):

$$a_P T_P^1 = a_E T_E^1 + a_W T_W^1 + a_N T_N^1 + a_S T_S^1 + a_T T_T^1 + a_B T_B^1 + b \quad (106)$$

Onde:

$$\begin{aligned} a_E &= \frac{\lambda_e \Delta y \Delta z}{(\delta x)_e}; & a_W &= \frac{\lambda_w \Delta y \Delta z}{(\delta x)_w}; \\ a_N &= \frac{\lambda_n \Delta z \Delta x}{(\delta y)_n}; & a_S &= \frac{\lambda_s \Delta z \Delta x}{(\delta y)_s}; \\ a_T &= \frac{\lambda_t \Delta x \Delta y}{(\delta z)_t}; & a_B &= \frac{\lambda_b \Delta x \Delta y}{(\delta z)_b} \\ a_P^0 &= \frac{\rho C \Delta x \Delta y \Delta z}{\Delta t} \\ b &= S_C \Delta x \Delta y \Delta z + a_P^0 T_P^0 \\ a_P &= a_E + a_W + a_N + a_S + a_T + a_B + a_P^0 - S_P \Delta x \Delta y \Delta z \end{aligned}$$

Onde S_C e S_P formam parte do termo fonte linearizado: $S = S_C + S_P T_P$ (PATANKAR, 1980). As mesmas operações e considerações foram repetidas para os demais componentes das EDP e para a obtenção das equações discretizadas dos nós das pressões e foram resolvidas alternadamente com um método iterativo no computador.

9.5 Condições de contorno

9.5.1 Condições de contorno para o transporte de vapor d'água.

Para resolver as EDP foram especificadas condições de contorno para cada nó das fronteiras da malha do corpo de prova, veja a Figura 129. Assume-se que as superfícies de um corpo de prova de concreto são contornos permeáveis, porém, no arranjo experimental, a face inferior encontra-se em contato com uma chapa de aço, pelo que foi considerada como um contorno impermeável onde os fluxos normais a esse contorno desaparecem com uma condição de contorno do tipo Neumann, representada na Equação (107):

$$\vec{j} \cdot \mathbf{n} = 0 \quad (107)$$

Onde $\mathbf{n}$ é o vetor unitário normal ortogonal da superfície de contorno; $\vec{j}$ é o fluxo de massa de umidade.

Figura 129 - Composição das condições de contorno.

Fonte: Adaptado de (ZADEH; HEJAZI, 2012).

Observou-se que a fibra de vidro que cobriu as superfícies laterais do corpo de prova não mostrou nenhuma resistência ao fluxo de água, nem de vapor, pelo que essas faces foram consideradas como contornos permeáveis em contato com a atmosfera, assim como a face superior. Nesses contornos assumiu-se que a pressão do poro é igual à pressão atmosférica e que a umidade relativa no poro é igual à umidade relativa do meio ambiente h_{amb} . Essas observações vêm da suposição de que, no contorno, a pressão de vapor P nos poros parcialmente saturados é igual à pressão de vapor do ambiente P_{amb} e que a temperatura e a pressão de saturação $P_s(T)$ no contorno são as mesmas que seus valores ambientais.

Neste trabalho de tese foi considerado que nas condições de contorno a troca de vapor entre a superfície e o meio ambiente não são instantâneas, definindo que o fluxo normal é proporcional à diferença de pressões, representado na Equação (108):

$$\vec{j} \cdot \mathbf{n} = B_w (P - P_{amb}) \quad (108)$$

Onde, o fator de proporcionalidade é o coeficiente de transferência de vapor da superfície B_w que depende da movimentação do ar, a iluminação ou o isolamento parcial, como o caso da fibra de vidro em contato com as faces laterais; neste trabalho de tese $B_w = 1,0 \times 10^{-6}$ s/m (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

9.5.2 Condições de contorno para a transferência de calor

Como foi apresentado no capítulo 5, a face superior do corpo de prova recebe estresse térmico de uma fonte de radiação, de acordo com a curva de aquecimento programada no forno. A condição de radiação é descrita pela lei de Stefan-Boltzmann (BOLTZMANN, 1884), Equação (109).

$$\vec{q}_r \cdot \mathbf{n} = \epsilon_c \sigma_{SB} (T^4 - T_{amb}^4) \quad (109)$$

Onde $\mathbf{n}$ é o vetor unitário normal ortogonal da superfície de contorno; $\vec{q}_r$ é o fluxo de calor por radiação; T é a temperatura do corpo radiante; T_{amb} é a temperatura ambiente $\sigma_{SB} = 5,67 \times 10^{-8} \text{ W/(m}^2 \text{ K}^4)$ é a constante de Stefan-Boltzmann; e o valor de emissividade de calor da superfície de concreto $\epsilon_c = 0,9$ (JONES, 2000).

As faces laterais do corpo de prova foram cobertas com fibra de vidro de baixa condutividade térmica (aprox. 0,04 W/mK) e posteriormente, ficam em contato com as paredes laterais da câmara montadas com tijolos de refratário silico aluminoso de baixa condutividade térmica (aprox. 0,29 W/mK), pelo que foram consideradas como superfícies isoladas com uma condição de contorno do tipo Neumann, Equação (110):

$$\vec{q} \cdot \mathbf{n} = 0 \quad (110)$$

A face inferior do corpo de prova está em contato com uma chapa de aço de 4 mm de espessura com condutividade térmica aproximada de 50,2 W/mK e posteriormente, com o ar do meio ambiente onde foi utilizada a lei de Newton de esfriamento para a condição de transferência de calor, como mostra a Equação (111):

$$\vec{q}_c \cdot \mathbf{n} = B_T(T - T_{amb}) \quad (111)$$

Onde T é a temperatura da superfície do corpo de prova; B_T é o coeficiente de transferência de calor da superfície. Foi considerada convecção livre próxima à superfície, com valor de $B_T = 1,0 \text{ W/(m}^2 \text{ K)}$ (CHAPMAN, 1987).

Já que o corpo de prova está em ausência de vácuo, a radiação e a transferência de calor acontecem simultaneamente, pelo que o fluxo total de calor no contorno é obtido com a soma das equações Equação (110) e Equação (111).

9.6 Modelagem computacional da secagem

Nesta seção são discutidos os processos físicos dentro do concreto úmido durante a secagem. Devido às propriedades não lineares do material, dependentes da temperatura, saturação, composição ou pressão, não é possível formular declarações gerais do fenômeno. Portanto, foi utilizado o conjunto de dados, relações e formulações das propriedades do concreto em estudo que foi possível obter com os ensaios disponíveis, ou utilizando dados disponibilizados na literatura, ou considerando as curvas medidas de pressão e temperatura durante um aquecimento inicial típico. Para fornecer os parâmetros nas simulações foram utilizadas as propriedades físicas do concreto refratário utilizado nos experimentos de média escala obtidas com os ensaios descritos no APÊNDICE E. Foi definida uma malha do bloco prismático para representar o corpo de prova com suas dimensões. O Quadro 11 especifica as dimensões da área de cálculo, bem como as condições iniciais e de contorno. A Figura 130 mostra o volume de cálculo.

Quadro 11 - Dados da área de cálculo.

Dimensões, Tempo e Discretização		
Dimensões do bloco	300x300x120	mm
Duração da simulação	$t_T = 40$	hr
Tamanho de passo espacial	0,25	mm
Tamanho do passo temporal	0,25	s
Condições iniciais		
$T(x,y,z, t=0)$	$T_0 = 20$	°C
$\rho (T_0, P_0)$	2380	kg/m ³
$P(x,y,z, t=0)$	1	atm

Fonte: Produção própria do autor.

9.6.1 Programa de simulações numéricas

As simulações numéricas realizadas representam as condições e parâmetros dos experimentos nº 5 e nº 6, especificamente as curvas de aquecimento. O Quadro 12 mostra o programa de simulações para o prognóstico do comportamento termo hídrico do concreto refratário submetido a estresse térmico, que consiste nas combinações de condições e valores de algumas das propriedades utilizadas que são consideradas como as mais influentes no comportamento do fenômeno, tais como a permeabilidade, a condutividade térmica e o conteúdo de água.

Figura 130 - Malha do volume de cálculo.

Fonte: Produção própria do autor.

As simulações permitiram a oportunidade de comparação relativamente rápida entre as diferentes condições de parâmetros utilizados e as diferentes formulações utilizadas para sua obtenção.

Quadro 12 - Programa de simulações com condições e parâmetros associados.

Simulação número	Experimento Físico Relacionado	Curva de Aquecimento	Modelo de Permeabilidade	Permeabilidade Intrínseca [m ²]	Permeabilidade Relativa [m/s]	Modelo de Condutividade Térmica	Condutividade Térmica [W/mk]	W ₀ /W _c	W ₀ [kgm ³]	W _c [kgm ³]
1ª	No. 5	Com patamar Até 300°C	Acordo [Bazant e Thonguthai, 1978]	1,45x10 ⁻¹⁵	1,59x10 ⁻⁸	Acordo [Gong e Mujumdar, 1996]	1,34 Constante	0,117	100	857
2ª	No. 5	Com patamar Até 300°C	Acordo [Bazant e Thonguthai, 1978]	2,79x10 ⁻¹⁵	3,06x10 ⁻⁸	Acordo [Gong e Mujumdar, 1996]	1,34 Constante	0,117	100	857
3ª	No. 5	Com patamar Até 300°C	Acordo [Bazant e Thonguthai, 1978]	1,45x10 ⁻¹⁵	1,59x10 ⁻⁸	Interpolação da curva obtida com método da norma ISO 8894-2	Variável acordo Equação (122)	0,117	100	857
4ª	No. 6	Sem Patamar Até 350°C	Acordo [Bazant e Thonguthai, 1978]	1,45x10 ⁻¹⁵	1,59x10 ⁻⁸	Acordo [Gong e Mujumdar, 1996]	1,34 Constante	0,125	100	800
5a	No. 6	Sem Patamar Até 350°C	Acordo [Bazant e Thonguthai, 1978]	2,79x10 ⁻¹⁵	3,06x10 ⁻⁸	Acordo [Gong e Mujumdar, 1996]	1,34 Constante	0,125	100	800
6ª	No. 6	Sem Patamar Até 350°C	Acordo [Bazant e Thonguthai, 1978]	1,45x10 ⁻¹⁵	1,59x10 ⁻⁸	Interpolação da curva obtida com método da norma ISO 8894-2	Variável acordo Equação (122)	0,125	100	800

Fonte: Produção própria do autor.

Assim que houver maior conhecimento dos diferentes tipos de modelos poderão ser avaliadas as possibilidades de retirar simplificações e utilizar conceitos mais sofisticados e a adição de outros campos de incógnitas para a pesquisa, como a previsão dos esforços internos e a predição da falha do material em forma de trinca ou explosão em algum momento hipotético no tempo.

10 RESULTADOS NUMÉRICOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos com a aplicação do modelo matemático utilizado e sua execução num código próprio em linguagem FORTRAN 90, desenvolvido na Escola de Engenharia Industrial de Volta Redonda, da Universidade Federal Fluminense. Os gráficos são apresentados em Excel e TecPlot.

O desenvolvimento do código passou por uma etapa inicial em 1-D, para posteriormente obter um código funcional em 3-D. A importância de realizar as simulações em 3-D foi para poder observar o comportamento da perda de massa e a liberação de água quimicamente ligada na desidratação. Uma vez estabilizado o código foi possível rodar simulações com diferentes valores das propriedades de acordo com o programa de simulações do Quadro 12 para conferir as diferenças no comportamento e poder fazer uma rápida comparação do modelo com os resultados experimentais.

Como mostra o Quadro 12, para estes resultados foi utilizado o modelo de permeabilidade proposto por Bazant e Thonguthai(1978), com $a = a(h, T)$; para comparar seu efeito, foram utilizados dois valores de permeabilidade inicial obtidos com o método de medição em temperatura ambiente, conforme descrito no APÊNDICE E. O valor obtido da permeabilidade intrínseca inicial (concreto somente curado) foi de $\kappa = 1,45 \times 10^{-15}$ m/s; e o valor do concreto seco, após o aquecimento até 300°C foi de $\kappa = 2,79 \times 10^{-15}$ m/s.

Nestes resultados, também como mostra o Quadro 12, será discutida a diferença obtida ao utilizar o critério referido por Gong e Mujumdar (1997) em relação ao uso de uma condutividade térmica constante, aqui comparando com a condutividade térmica variável obtida com o método do fio quente paralelo da norma ISO 8894-2 para medir a condutividade térmica a quente, descrito no APÊNDICE E.

Os parâmetros fornecidos ao modelo corresponderam às mesmas propriedades do corpo de prova de cada um dos experimentos, assim como às condições de contorno experimentais e curva de aquecimento do forno.

Para os resultados das simulações numéricas a seguir foram utilizados os valores de dimensões do corpo de prova e profundidade da posição dos pontos de medição dos sensores de pressão e temperatura estabelecidos no Quadro 4 do capítulo 5.4, com a curva de aquecimento descrita na Figura 83 do capítulo 7.1.1 e o conteúdo de água do Quadro 7 do capítulo 7.1.4, todos correspondentes ao experimento físico nº 5. Portanto, os resultados experimentais podem ser usados para uma rápida e direta validação destes resultados

numéricos. O Quadro 13 é um resumo dos parâmetros necessários para os cálculos, relacionando os capítulos onde está descrita a sua obtenção e as equações correspondentes.

Quadro 13 – Parâmetros para as simulações da secagem de concreto refratário.

Parâmetro	Símbolo	Valor	Unidade	Obtenção
Permeabilidade intrínseca do concreto	κ	$1,45 \times 10^{-15}$	m ²	APÊNDICE E.1.2.1
Permeabilidade relativa inicial; temp. amb	a_0	$1,59 \times 10^{-8}$	m/s	Equação (33)
Permeabilidade relativa variável	$a(h,T)$	Equação (47)	m/s	Capítulo 3.8.1
Massa de água liberada quimicamente	W_d	Equação (26)	kg/m ³	APÊNDICE E.4
Condutividade térmica inicial do concr.	λ	1,34	W/m K	Quadro 6
Condutividade térmica variável	$\lambda(T)$	Equação (124)	W/m K	APÊNDICE E.2
Massa específica do concreto	ρ	2380	kg/m ³	APÊNDICE E.3
Porosidade do concreto	n	23,17	%	APÊNDICE E.3
Conteúdo de água, isoterma de dessorção	$W(h,T)$	Equação (24)	kg/m ³	Capítulo 3.5
Umidade do poro	h	Equação (2)	%	Capítulo 3.3.2
Pressão de saturação de vapor	$P_s(T)$	Eq. (4) e (5)	Pa	Capítulo 3.3.4
Calor específico isobárico concreto, 25°C	C	1100	J/kg K	Capítulo 3.10
Calor específico isobárico da água, 25°C	C_w	4182	J/kg K	Heat Atlas
Calor latente de evaporação da água	$C_d(T)$	Equação (64)	J/kg	Capítulo 3.11
Resistência mecânica à flexão do concreto	σ	$11,5 \times 10^6$	Pa	Quadro 6
Massa específica da água, 25°C	ρ_a	997,05	kg/m ³	Heat Atlas
Viscosidade da água, 25°C	η_a	890×10^{-6}	N s/m ²	Heat Atlas
Viscosidade do vapor, 99,6°C	η_v	$282,7 \times 10^{-6}$	N s/m ²	Heat Atlas
Temperatura atmosférica ambiental	T_{amb}	29,2	°C	Capítulo 6.2.5
Umidade relativa ambiental	h_{amb}	56	%	Capítulo 6.2.5
Pressão atmosférica ambiental	P_{amb}	101325	Pa	IUPAC
Coefic. transf vapor por convecção	B_w	1×10^{-6}	s/m	Capítulo 9.5.1
Coefic. transf calor da superf convecção	B_T	1	W/m ² K	Capítulo 9.5.2
Constante de Stefan-Boltzmann	σ_{SB}	$5,67 \times 10^{-8}$	W/m ² K ⁴	Capítulo 9.5.2
Emissividade calor superfície de concreto	ϵ_c	0,9	-	Capítulo 9.5.2
Condutividade térmica isolante	λ_i	0,29	W/m K	Capítulo 5.1
Condutividade térmica chapa de aço	λ_a	50,2	W/m K	Capítulo 9.5.2

Fonte: Produção própria do autor.

Além das simplificações descritas no capítulo 9.2, o modelo utilizado neste trabalho de tese não considera parâmetros que são utilizados em outros modelos como o fator de tortuosidade e o fator de Klinkenberg, a consideração da sua influência fica indicada para trabalhos futuros.

10.1 Temperaturas simuladas a diferentes profundidades

A Figura 131 mostra em vermelho a curva de aquecimento do forno utilizada no experimento nº 5, descrevendo o estresse térmico fornecido à superfície superior em função do tempo; também pode ser observado o comportamento das temperaturas simuladas em diferentes profundidades (distância à superfície aquecida). Nota-se que nos períodos de $t=15$ hr a $t=35$ hr houve somente uma pequena dissipação das temperaturas. Já nos gráficos da Figura 132, onde foi utilizada a condutividade térmica variável, as temperaturas ficaram mais próximas umas das outras. Este comportamento pode ser comparado com os gráficos obtidos nas medições experimentais das temperaturas da Figura 85 do capítulo 7.1.2. A dispersão entre as temperaturas é uma das diferenças mais importantes entre os dados simulados e experimentais, pois nas medições experimentais pode-se observar a separação entre as temperaturas em $t=19$ hr e o início do estado estacionário em $t=28$ hr do experimento. As temperaturas simuladas não mostram a chegada ao estado estacionário e sim uma tendência a se aproximar entre elas e à temperatura do forno quando $t \rightarrow \infty$.

Figura 131 - Curva de secagem e temperaturas em diferentes profundidades. 1ª Simulação

Fonte: Produção própria do autor.

A simulação reproduz a conservação de energia, assumindo zero perda nas laterais, pelos tijolos isolantes e com pouca perda no inferior pela chapa de aço; porém, as medições experimentais mostraram que em realidade houve uma maior perda de energia, mostrando a necessidade de fazer futuros ajustes nas condições de contorno. A falta de dispersão dos gráficos das temperaturas para as diferentes profundidades pode estar

também influenciada pela condutividade térmica do concreto; o valor que foi obtido pelo método do fio quente paralelo foi quase quatro vezes maior que a condutividade térmica reportada pelo fabricante, conforme mostrado no gráfico da Figura 248 do APÊNDICE E e no Quadro 6 do capítulo 6.2.

Figura 132 - Curva de secagem e temperaturas em diferentes profundidades. 3ª Simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

No entanto, os valores das temperaturas simuladas podem ser considerados aceitáveis. A Figura 133 mostra a comparação dos valores de temperatura do termo a 20mm de profundidade até a hora 25, obtidos na simulação e experimentalmente.

Figura 133 – Comparação do T20 simulado vs experimental

Fonte: Produção própria do autor.

A Figura 134 mostra os gráficos de temperaturas da 1ª simulação do experimento nº 5 em cada um dos termos a diferentes profundidades do corpo de prova. Podem ser observados detalhes onde as curvas replicam o efeito do patamar em 110°C, mostrando uma inclinação menor entre $0 < t < 14$ hr e maior inclinação quando $t > 15$ hr.

Figura 134 - Temperaturas em diferentes profundidades. 1ª Simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

A Figura 135 mostra o comportamento das temperaturas da 3ª simulação do experimento nº 5 em diferentes momentos e profundidades. Não há platôs de temperatura para reconhecer, como seria de esperar, pela mudança de capacidade calorífica da água na sua evaporação. Isso pode ser justificado pela dependência da temperatura com a pressão do vapor saturado. A evaporação da água leva a um aumento na pressão e, portanto, a um

aumento na temperatura de saturação. Em um exame mais atento, são visíveis desvios leves nas curvas, indicando provavelmente a posição da frente de evaporação.

A temperatura da face superior do bloco é determinada pela curva de aquecimento do forno e o valor de condutividade térmica fornecido para o concreto irá influenciar a transferência de calor dentro do bloco.

Figura 135 - Temperaturas em diferentes profundidades. 3ª Simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

As Figura 136 e Figura 137 mostram as temperaturas em diferentes profundidades quando $t = 25$ hr do ensaio. Os perfis de temperatura mostram apenas pequenos gradientes. Nesse momento, no experimento nº 5 físico, iniciou-se uma maior dispersão nas temperaturas. Com este gráfico pode ser comparada a diferença da dispersão de temperaturas entre a 1ª e a 3ª simulação.

Figura 136 - Temperaturas em diferentes profundidades com $t = 25$ hr; 1ª simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

Figura 137 - Temperaturas em diferentes profundidades com $t = 25$ hr, 3ª simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

Os gráficos aqui apresentados correspondem às comparações entre a 1ª simulação e a 3ª simulação. A 2ª simulação deu resultados praticamente iguais à 1ª simulação, mostrando que nesta programação e nestas condições, como as diferentes permeabilidades intrínsecas encontram-se na mesma escala de magnitude 10^{-15} m^2 , não houve prognóstico de algum efeito que pudesse ser detectado, já com condutividades térmicas variáveis, este desenvolvimento prognosticou diferenças notórias.

A comparação dos gráficos de pressão e temperatura entre a 1ª e a 3ª simulação mostra o efeito da condutividade térmica na evolução temporal da pressão máxima. Quanto maior a condutividade térmica, mais rapidamente é atingida a extremidade de secagem e o pico de pressão máxima.

10.2 Pressões simuladas a diferentes profundidades

Um dos diagramas mais interessantes destas experiências pode ser encontrado nas Figura 138 e onde se pode observar a mudança temporal da pressão total em diferentes profundidades dentro de um bloco de concreto (distância à superfície aquecida) da 1ª simulação do experimento nº 5. Pode-se ver que em toda posição, em um determinado momento, há uma pressão máxima pronunciada. Teoricamente a pressão máxima é quando a frente de evaporação passa pelo respectivo local. Após a evaporação da água capilar, a pressão cai. Esse comportamento em forma de sino nas curvas de pressão é observado em praticamente todos os trabalhos disponíveis na literatura, independentemente do modelo matemático utilizado.

Figura 138 - Evolução da pressão a diferentes profundidades. 1ª Simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

Comparando os gráficos da 1ª e 3ª simulação e a Figura 138 e a Figura 139 respectivamente, pode-se observar que na 3ª simulação a prolongação do pico e o valor das pressões foram menores, refletindo o efeito do uso de diferentes critérios da condutividade térmica.

A simulação foi computada até a hora 40, considerando que a fonte de temperatura continuou em 300°C indefinidamente, para tentar replicar a condição de equilíbrio térmico. Como pode ser observado na Figura 138 e na Figura 140 em todos os gráficos, pela queda de pressão pode-se considerar que o modelo conseguiu replicar a eliminação da água livre disponível, ou seja, não há mais água capilar, nestas condições, quando a pressão cai em $t=40\text{hr}$ poderia ser considerado o fim da secagem.

Figura 139 - Comparação de pressões a diferentes profundidades. 3ª Simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

Uma curva de pressão máxima confiável poderia ser uma fonte de informações chave para operação de secagem. Fica claro que a pressão máxima (total) sempre prevalece no local da frente de evaporação. Pode-se observar nas diferentes curvas como o pico de pressão muda de posição no tempo, demonstrando como a frente de umidade vai avançando através do corpo de prova.

Nos gráficos da Figura 140 na profundidade de 100 mm, aparece uma leve queda de pressão de vapor em $t=33$ hr. Nos demais gráficos pode-se observar uma leve descontinuidade nas curvas. Nesse momento, provavelmente estava atravessando uma frente de evaporação; no entanto, gerada a partir de uma segunda frente que estava se movimentando do lado mais frio. Depois de passar esta segunda frente, a pressão aumenta novamente. A partir deste ponto, a água capilar é de fato vaporizada, mas o vapor de água continua a fluir do interior para o lado frio. Como a permeabilidade (dependente da temperatura) é mais baixa no lado frio do que no lado quente, um aumento da pressão pode ser observado aqui novamente.

Nestas simulações, os valores de pressão na faixa entre 10 e 25 bar são coincidentes com os valores encontrados na literatura para as diferentes profundidades, porém é interessante observar que nestas simulações, a pressão mais elevada foi prognosticada para acontecer na posição mais profunda do corpo de prova. Este comportamento é contrário ao que foi detectado nos experimentos físicos, onde as pressões mais altas foram registradas somente nos sensores mais próximos à face aquecida, veja a Figura 87.

Figura 140 - Pressões a diferentes profundidades do corpo de prova. 1ª Simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

Outra divergência importante entre o prognosticado pelas simulações e as leituras do experimento físico nº 5 é o tempo no qual aparece o maior pico de pressão, pois enquanto as simulações colocam a máxima pressão de 26,0 bar (2,6 MPa) em $t = 36$ hr, o experimento físico detectou uma pressão máxima de 0,175 bar (0,0175 MPa) em $t = 18$ hr.

A Figura 141 mostra os gráficos das pressões considerando a condutividade térmica variável em função da temperatura. A 3ª simulação gerou comportamento diferente das pressões, com um formato de sino mais estreito e com picos de pressões máximas com valores menores em comparação com a 1ª simulação. Ficarão para trabalhos futuros a verificação e confirmação desses resultados com a realização de mais simulações.

Figura 141 - Pressões a diferentes profundidades do corpo de prova. 3ª Simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

10.3 Perda de massa simulada

O modelo considera a variação do conteúdo de água $W \text{ kg/m}^3$ como a relação da saída de água livre contida no corpo de prova durante a secagem. A Figura 142 mostra o conteúdo de água em diferentes locais no curso do tempo do experimento nº 5. No início do aquecimento todos os locais têm um teor de água uniforme. As superfícies mais exteriores secam imediatamente após o início do aquecimento, inclusive desde a cura, pois estão submetidas à adsorção de água pelas reações de hidratação e pelo efeito da diferença de umidade com o meio ambiente - fornecida nas condições iniciais e de contorno-.

Já os volumes internos mostram um comportamento diferente. Na Figura 142 observa-se, um aumento de aproximadamente 20% na curva a 20 mm de profundidade na hora 7 da simulação (com base no conteúdo original de água). Poderia ser assumido que esse é um tipo de comportamento que reflete o entupimento ou obstrução da umidade (*moisture clog*), frequentemente descrita na literatura.

Figura 142 - Evolução temporal do conteúdo de água. 1ª Simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

A Figura 142 mostra a distribuição local do conteúdo de água da 1ª simulação. Pode-se observar que nesta simulação a perda de massa não mostrou ser um fenômeno linear. Os volumes a 20 e a 30 mm mostraram um comportamento similar, porém defasado, refletindo de forma lógica o efeito do aquecimento e a subsequente perda de massa que aconteceu primeiro nos volumes mais próximos à fonte de aquecimento e quase o mesmo comportamento 3hr depois, aproximadamente, nos volumes mais profundos. Os desvios das curvas provavelmente poderiam ser assumidos como frentes de evaporação pronunciadas. Logo, os volumes dos seguintes pontos mostraram um comportamento similar em conjunto, defasados entre si.

A Figura 143 mostra a distribuição local do conteúdo de água da 3ª simulação do experimento nº 5. Aparentemente o acoplamento das temperaturas que foram calculadas nesta simulação teve um forte efeito no comportamento da perda de massa, pois todas as curvas ficaram mais próximas.

Figura 143 - Evolução temporal do conteúdo de água. 3ª Simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

10.4 Liberação simulada da água quimicamente ligada

A água adsorvida e a água livre começam a ser vaporizadas em temperaturas próximas a 100°C e permeabilidades menores. Por outro lado, a água quimicamente ligada W_d começa a ser liberada em temperaturas próximas a 300°C e teoricamente, em maiores permeabilidades; além disso, assume-se que a quantidade de água quimicamente ligada é maior que a quantidade de água adsorvida e a água livre. É importante observar o efeito da água ligada quimicamente na pressão máxima.

Os máximos de pressão da 1ª e 3ª simulação encontram-se todos aproximadamente em $t=30\text{hr}$. Antes desse tempo, apenas uma pequena quantidade de água quimicamente ligada é liberada como mostram os gráficos da Figura 144 e da Figura 145. De acordo com estas simulações, só uma parte da pressão máxima é resultante, portanto, da água capilar em evaporação, o que é contrário aos valores de pressão obtidos experimentalmente, pois neles, aparentemente a principal contribuição das pressões medidas corresponderia à água capilar livre.

Porém, negligenciar a água quimicamente ligada teria um efeito nas temperaturas, fazendo com que elas fiquem mais altas no decorrer do tempo. Porque seria necessário

menos energia para evaporar a água. A energia introduzida no bloco seria cada vez mais usada para aumentar a temperatura do sólido. Também a negligência da água ligada quimicamente ($W_d = 0$) resultaria em uma pressão máxima mais baixa e em um encurtamento significativo e falso do tempo de secagem.

Figura 144 - Evolução da liberação de água quimicamente ligada. 1ª Simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

Como se pode observar na Figura 145 da 3ª simulação do experimento nº 5, o efeito de estreitamento das curvas de temperatura também foi refletido no comportamento da água quimicamente ligada.

Figura 145 - Evolução da liberação de água quimicamente ligada. 3ª Simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

10.5 Comportamento da secagem dentro de um bloco refratário

As duas equações de balanço originais foram transformadas, discretizadas e implementadas no campo de soluções. Os resultados dos cálculos apresentados neste subcapítulo são originários da 1ª simulação da secagem do bloco de concreto refratário que representa o corpo de prova do experimento nº 5. Primeiro é apresentado o campo de temperaturas, posteriormente das pressões e finalmente o teor de água no volume com imagens do corpo total e em seções para melhor análise do comportamento interno dos parâmetros. Para melhor comparação das magnitudes dos valores de temperatura, pressão e conteúdo de umidade foi escolhida uma escala de cores que representa a intensidade dos valores. As mudanças quantitativas podem ser reconhecidas pelas isolinhas nas transições das cores.

10.5.1 Campo de temperaturas

As distribuições de temperatura, mostradas na Figura 146, ilustram a condição do aquecimento em $t=25$ hr, que é o momento onde no experimento físico foi atingida a condição de equilíbrio térmico estacionário. Pode-se observar o efeito do aquecimento mais intensificado da superfície superior, um gradiente de temperaturas uniforme avançando em direção da superfície inferior não aquecida. As isolinhas densificam perto da área aquecida. O calor é transportado dessa fase para os volumes internos.

Figura 146 - Campo de temperaturas do domínio total com $t=25$ hr. 1ª simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

Figura 147 – Campo de temperaturas seção 50% do domínio, com $t=25\text{hr}$. 1ª simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

A Figura 147 mostra uma seção passando pela metade do corpo de prova, mostrando o mesmo gradiente de temperaturas. Fica evidente a réplica do aquecimento exclusivo na superfície superior e o isolamento nos cantos. Pela distribuição de temperatura mostradas na Figura 146 e na Figura 147 nenhuma anormalidade (torção) é reconhecida e nesta simulação as isolinhas da temperatura não mostram, nem cortam a frente da evaporação. O comportamento da distribuição das temperaturas mostrou-se uniforme ao longo do tempo da simulação.

10.5.2 Campo de pressões

Na Figura 148 é apresentada a distribuição de pressões do corpo de prova completo, quando $t=15\text{ hr}$, onde pode ser observada a maior intensidade de pressão nos volumes superiores. O comportamento da gradiente nos volumes interiores pode ser observado na Figura 149, que mostra as seções com 50% e na Figura 150, com 25% do volume total do corpo de prova.

No primeiro tempo mostrado, os máximos de pressão estão localizados na região próxima à fonte de aquecimento, a simulação conseguiu replicar o comportamento aproximado parecido a uma parede plana unidimensional aquecida. Nas imagens da Figura 151 e da Figura 152 podem ser observadas as distribuições de pressão com $t=25\text{hr}$, onde os máximos valores de pressão são localizados na parte interna do corpo de prova.

Figura 148 - Campo de pressões no domínio com $t=15\text{hr}$. 1ª simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

As distribuições de pressão mostradas na Figura 149 e na Figura 150, também mostram alguns comportamentos especiais. No corte a 50%, a pressão máxima está localizada na área meia de uma forma que poderia ser interpretada como a obstrução de umidade. A saída de energia nas faces laterais é limitada pelo isolamento térmico, porém o fluxo de umidade não sofre restrição, o vapor pode sair, então faz sentido que a perda de água nas bordas é maior em comparação com o centro onde a pressão é maior.

Figura 149 – Campo de pressões em seção 50% do domínio; $t=15\text{hr}$. 1ª simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

Figura 150 – Campo de pressões em seção 25% do domínio; $t=15\text{hr}$. 1ª simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

As imagens que mostram as seções das distribuições de temperaturas e pressões nos tempos $t=15\text{hr}$ e $t=25\text{hr}$ apresentados podem ser comparadas com relação ao conteúdo de água nesses momentos, mostrado na Figura 154 e na Figura 156. Na Figura 151 e na Figura 152 a pressão máxima não está mais nos volumes superiores, a distribuição de pressões foi invertida porque com $t=15\text{hr}$ o conteúdo de água nos volumes superiores é mínimo, eles já estão secos. A pressão máxima está agora na região da linha meia e do centro, pois esta é a última em secar.

Figura 151 - Campo de pressões seção 50% do domínio com $t=25\text{hr}$. 1ª simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

Figura 152 - Campo de pressões seção de 25% domínio com $t=25\text{hr}$. 1ª simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

No lado aquecido do bloco, as isolinhas correm paralelas à superfície em grandes áreas. Pelo contrário, do lado mais frio, esse não é o caso na área em torno dos volumes centrais. A provável razão é o aquecimento lento dessa área junto com a acumulação de água que pode estar concentrada nessa região, já que o caminho mais rápido para a fuga se encontra nas faces laterais.

10.5.3 Campo do conteúdo da água

As distribuições de conteúdo de água comportaram-se aproximadamente como esperado, nas primeiras horas, o conteúdo de água a certa distância da superfície aquecida é distribuída de maneira muito uniforme pela área de cálculo. As frentes secas correm aproximadamente paralelas às isolinhas da temperatura. Com o avanço do tempo, como as distribuições de pressão e temperatura, as distribuições de conteúdo de água apresentam uma diferença nas faces laterais pela saída de umidade por essas áreas.

A Figura 153 mostra a simulação da distribuição do conteúdo de água no corpo de prova completo quando $t=15\text{ hr}$ onde se pode observar a perda de água na parte superior e nas faces laterais; a acumulação de umidade fica distribuída em todos os volumes centrais e inferiores. Nas seções da Figura 154 pode ser comprovado esse comportamento nos volumes centrais.

Figura 153 - Campo de conteúdo de água com $t=15$ hr. 1ª Simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

A Figura 154 e a Figura 155 mostram a distribuição de água líquida no centro e nos cantos. As duas frentes de evaporação podem ser distinguidas na seção a 40%. Nas Figuras do conteúdo de água, algumas isolinhas estão quase uma em cima da outra. Isso ilustra o curso íngreme do conteúdo de água no local de evaporação.

Figura 154 - Campo conteúdo de água seção 40% com $t=15$ hr. 1ª Simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

Figura 155 – Campo de conteúdo de água seção 20% com $t=15$ hr. 1ª Simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

A Figura 156 e Figura 157 mostram o conteúdo de água com $t=25$ hr onde se pode observar que a simulação conseguiu replicar a eliminação da umidade em todos os volumes superiores e a concentração de água na parte inferior. A Figura 157 e a Figura 158 mostram que o tempo de secagem dos volumes próximos às fases laterais externas é claramente menor em comparação com o tempo de secagem do centro e a parte baixa do centro.

Figura 156 - Campo de conteúdo de água com $t=25$ hr. 1ª Simulação.

Fonte: Produção própria do autor.

Figura 157 - Campo conteúdo de água seção 20% domínio com $t= 25\text{hr}$. 1ª Simulação.

Fonte: Produção do próprio autor.

Figura 158 - Campo conteúdo de água seção 15% com $t=25\text{ hr}$. 1ª Simulação.

Fonte: Produção do próprio autor.

As figuras dos campos de conteúdo de água mostram que as simulações em 3-D conseguiram replicar o avanço da frente de umidade dentro da massa do corpo de prova. Estes resultados podem ser confirmados qualitativamente com os resultados obtidos por Dauti *et al.* (2018)¹⁶ nas análises com tomografia de nêutrons e com os resultados obtidos por Barakat, Pel e Adam (2018) nos estudos com ressonância magnética nuclear.

Se um forno industrial composto de chapa de aço com revestimento interno de concreto refratário for submetido à secagem, o comportamento das paredes poderia ser prognosticado com uma análise similar ao comportamento do presente trabalho de tese. Porém ainda precisam ser realizados estudos complementares, por exemplo, no caso de união entre paredes, para avaliar o comportamento nos cantos. Se o forno tiver cantos e bordas para secar, o mais provável é que os máximos de pressão inicialmente estarão nas bordas. Depois que as bordas e as seções unidimensionais (paredes, pisos e tetos) secarem, a pressão máxima estará nos cantos. Em particular, o tempo de secagem dos cantos de um forno deve ser muito maior, e isso deve ser levado em consideração ao determinar a curva de aquecimento de uma estrutura com esses formatos.

¹⁶ Dauti *et al.* **Unique insights into concrete** (2018). Disponível em: <https://www.empa.ch/web/s604/concrete-explosion>. Também disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=havEpzj2tGs>. Acesso em: 12 out 2019.

11 DETERMINAÇÃO DE CURVAS DE SECAGEM

Deve-se considerar que o êxito de uma operação de secagem envolve todos os procedimentos necessários na instalação de um monólito, desde a limpeza e preparação da área a reparar, a mistura e conteúdo de água ou ligantes, o formato do molde, a vibração, tempo e condições de cura e desmoldagem, o apropriado funcionamento dos equipamentos e sistemas utilizados assim como o treinamento do pessoal envolvido. O aquecimento é somente uma das etapas a mais que devem ser realizadas de forma cuidadosa, seguindo estritamente uma metodologia preestabelecida (BOGAN, 2020).

Cada instalação e tipo de material devem seguir as instruções específicas de aplicação e uso para garantir as propriedades físicas desejadas e minimizar o risco de trincas e lascado explosivo. É importante lembrar que o seguimento das recomendações referentes aos tempos, taxas e temperaturas de secagem dos diferentes fabricantes de concreto refratário normalmente são uma condicionante da garantia do produto.

No presente trabalho foi possível analisar os fenômenos envolvidos até a temperatura de 350 °C. Baseando-se nos conhecimentos obtidos neste capítulo serão feitas análises de alguns exemplos de curvas de secagem utilizadas atualmente na indústria por diferentes fornecedores para alguns concretos refratários disponíveis no mercado e alguns comentários e recomendações para a determinação de curvas de secagem aprimoradas na etapa referente à eliminação da água livre. Para realizar propostas referentes à eliminação de água quimicamente ligada será necessário dar continuidade aos estudos até temperaturas de 700°C, o que é indicado para trabalhos futuros.

11.1 Curvas de secagem reais na indústria

A Figura 159 mostra exemplos de curvas de secagem determinadas por uma empresa transnacional fabricante de refratários, utilizadas nas reparações atuais dos canais de corrida de uma siderúrgica onde é utilizado concreto ASC. Os revestimentos onde foram aplicadas estas curvas têm uma espessura de 600 mm. O tempo da curva de secagem a utilizar depende da largura da região reparada, ou seja, da quantidade em toneladas de concreto para secar.

A Figura 159 (a) é uma curva de 8 hr, utilizada para reparações pequenas; nas primeiras duas horas utiliza uma taxa de 50°C/hr (0,83°C/min) depois sobe para 75°C/hr (1,25°C/min) até chegar à temperatura final de 500°C onde tem o único patamar de 1 hr.

Figura 159 – Curvas para concreto ASC do canal de corrida.

Fonte: Produção do próprio autor¹⁷.

Os comentários sobre esse primeiro exemplo seriam referentes ao uso da taxa de 75°C/hr que é a mais rápida em toda esta série e unicamente explorada nesta curva de 8 horas e um pouco na última subida da curva de 24 horas. Seria recomendável avaliar a sua

¹⁷ Dados obtidos acompanhando operações de secagem de canais em salas de corrida de altos-fornos.

aplicação nas últimas rampas das curvas de 36 hr e 48 hr, o que representaria uma melhoria imediata de uma hora do tempo total. Porém, acima de 350°C deve ser considerado o grau do efeito da liberação de água quimicamente ligada. O que traz outra observação sobre a temperatura de 500°C considerada como o último patamar da secagem; teoricamente essa temperatura deve ser o suficientemente alta para garantir a eliminação de todos os tipos de água e eliminar possíveis choques térmicos até o momento da recepção do ferro gusa que sai do furo de corrida com temperaturas acima de 1500°C e entra violentamente em contato com o refratário; o que reforça a necessidade de avaliar o comportamento das temperaturas interiores como mostram a Figura 11 e a Figura 92, porém, até a temperatura de trabalho.

A Figura 159 (b) é o exemplo da curva de 12 horas, utilizada para o mesmo tipo de reparação, somente que numa secção um pouco maior. Essa curva apresenta uma taxa de aquecimento de 50°C/hr até os 125°C onde apresenta um primeiro patamar de temperatura constante durante uma hora, depois aquece no mesmo ritmo para depois chegar ao segundo patamar em 200°C de uma hora também, para posteriormente retomar a mesma taxa de 50°C/hr até atingir a temperatura final de 500°C.

O comentário seria para reavaliar esses patamares tão curtos e próximos um do outro, em 125°C e 200°C. Como foi observado nos experimentos físicos e numéricos, quando as temperaturas na superfície atingiam a temperaturas próximas aos 110°C, no interior da massa de concreto as temperaturas ficavam abaixo do ponto de evaporação da água e o início do efeito da evaporação tanto nas temperaturas como nas pressões somente aconteceu quando as temperaturas superficiais atingiram temperaturas de 250°C aproximadamente. Neste caso poderia ser avaliada a possibilidade de utilizar somente um patamar em temperatura maior, porém seria recomendável realizar ensaios com este concreto específico para avaliar os tempos de resposta e intensidades das pressões.

A Figura 159 (c) apresenta a curva de 24 hr, que utiliza dois patamares, em 200°C e em 350°C e três diferentes taxas de aquecimento, 50°C/hr, 37°C/hr (0,61°C/min) e 75°C/hr. O comentário é sobre o motivo da segunda taxa que é a menor dentre todas as utilizadas nesta série, poderia ser avaliada a possibilidade de utilizar uma taxa maior.

As Figura 159 (d) e (e) apresentam curvas de secagem com tempos de 36 hr e 48 hr para a secagem de seções de maior largura, com o tempo de 48 hr correspondente à reparação do canal completo que vai desde o furo de corrida até a zona de descarga para o carro torpedo. Como pode ser visto ambas têm patamares em 200°C e 350°C com diferentes durações e todas suas rampas de subida utilizam uma taxa de aquecimento de

50°C/hr. Seria interessante experimentar os tempos de resposta deste concreto específico para reconsiderar os tempos de cada patamar.

A Figura 160 apresenta o exemplo de outra curva de secagem determinada por uma empresa nacional fabricante de refratários, para outro tipo de concreto utilizado na indústria de vidro. Trata-se de um concreto sílico-aluminoso de pega hidráulica, sem CaO, com um conteúdo de água de 6 a 7 % máximo, ver no ANEXO A a instrução para a instalação do concreto específico.

As instruções indicam que o aquecimento deve ser lento, iniciando com uma taxa de 10°C/hr (0,17°C/min) até 110°C onde deverá ter um patamar mínimo de 2 hr para cada 50 mm de espessura do revestimento; depois aquecer com uma taxa de 30°C/hr (0,5°C/min) até 700°C mantendo-se nesse patamar por 2hr para cada 50 mm de espessura; e finalmente aquecer com taxa de 50°C/hr até a temperatura de trabalho. As instruções consideram a espessura do monólito para determinar o tempo dos patamares; a Figura 160 mostra a curva resultante para um revestimento com espessura de 200 mm e temperatura de trabalho de 1300°C, resultando um tempo total de 55 horas.

Figura 160 - Curva para concreto refratário de pega hidráulica sem cimento.

Fonte: Produção do próprio autor, com dados do ANEXO A.

O comentário seria sobre a funcionalidade da isoterma a 110°C. Sujeito a estudos neste concreto específico, os resultados experimentais e numéricos desta tese apontam para a conveniência de utilizar no primeiro patamar uma temperatura que possa garantir que no interior da massa sejam atingidas temperaturas próximas aos 100°C para efetivamente iniciar a evaporação da água livre e então amortizar a pressão com um patamar. Provavelmente nesta curva, esses efeitos começariam aparecer só até depois das 18 hr, durante o segundo aquecimento até 700°C onde se está assumindo que inicia a eliminação

da água quimicamente ligada. Seria recomendável reavaliar se não há perda de tempo no primeiro patamar e a eficácia da temperatura do segundo patamar com a determinação do momento certo que inicia a liberação da água quimicamente ligada.

A Figura 161 apresenta o exemplo de outra curva de secagem determinada por uma empresa nacional fabricante de refratários, para um tipo de concreto sílico-aluminoso sem CaO, similar ao exemplo anterior, com a diferença que este utiliza como ligante uma solução de sílica coloidal que é adicionada numa proporção de 11 a 13% da massa total, e um conteúdo de água de 2% máximo.

As instruções de instalação desse produto indicam que a secagem deve iniciar a razão de 100°C/hr (1,67°C/min) até 200°C, mantendo esse patamar por 24 horas. Posteriormente retomar a mesma taxa de 100°C/hr até a temperatura de trabalho de 1300°C, mantendo essa temperatura por 5 horas antes de submetê-lo ao trabalho; o que resulta um total de 42 horas, ver no ANEXO B o instrutivo desse concreto específico.

Figura 161 - Curva para um concreto refratário com sílica coloidal.

Fonte: Produção do próprio autor, com dados do ANEXO B.

Nessas instruções não está indicada a consideração da quantidade de concreto a secar nem as dimensões ou espessura do monólito. Ou seja, que independentemente da espessura do revestimento e da quantidade de material, utiliza-se um o patamar prolongado para garantir a segurança sobre o risco de trincas ou explosões, embora depois seja utilizada uma taxa mais rápida que os exemplos anteriores. O uso de sílica coloidal fornece um produto com menor permeabilidade, seria recomendável realizar estudos específicos para revisar o comportamento termohídrico e avaliar o efeito da espessura do revestimento, já que em revestimentos com grandes espessuras poder-se-ia incorrer no risco de não estar

atingindo no interior da massa a temperatura necessária para eliminar a umidade, que depois pode ser acumulada quando é utilizado o segundo aquecimento rápido e contínuo até a temperatura de trabalho.

A Figura 162 apresenta outro exemplo de curva de secagem determinada por uma empresa transnacional para um concreto convencional de CAC, com 9% de CaO e com um conteúdo de água de 10 a 13 % máximo. O concreto e a curva são utilizados para o conjunto porta vento (CPV) dos altos fornos e foi o tipo de concreto utilizado nos experimentos nº 5 e nº 6.

A curva inicia com uma taxa de 30°C/hr até 120°C onde inicia um patamar de 8 hr para depois retomar o aquecimento com taxa de 26°C/hr ($0,43^{\circ}\text{C/min}$) até 250°C para outro patamar de 8 hr, resultando um tempo total de 24 hr. Após este ponto o material é considerado “seco” para ser armazenado em condições ambientais normais, para quando for necessário ser instalado para trabalhar em temperaturas acima de 1000°C .

Figura 162 - Curva para um concreto refratário CAC convencional.

Fonte: Produção do próprio autor¹⁸.

Conforme o desenho¹⁹ do conjunto porta vento em questão, a espessura do revestimento de concreto é de 130,5 mm para proteger a carcaça feita com chapa de aço ASTM-A-283 de 9,5 mm. Essas espessuras são um pouco maiores das espessuras dos experimentos e simulações do presente trabalho de tese.

¹⁸ Curva de secagem obtida em entrevista de campo em uma empresa siderúrgica.

¹⁹ Com última revisão em 21/07/1995, documento confidencial.

O primeiro comentário sobre essa curva seria referente à utilidade do primeiro patamar de 8 hr na temperatura de 120°C. Foi demonstrado no experimento nº 5 que no primeiro patamar de 10 hr em 110°C, nenhuma das temperaturas internas do concreto atingiu o ponto de ebulição da água, como é mostrado na Figura 85; com pressões nos poros medidas e simuladas desprezíveis, que não conseguiriam induzir a movimentação para o transporte da umidade ao exterior, veja a Figura 87, a Figura 138 e a Figura 139.

No experimento nº 5 realizado até a temperatura de 300°C foi possível observar que após 40 hr de ensaio e tendo atingido o equilíbrio térmico, o T100 ficou com uma temperatura consideravelmente abaixo da temperatura máxima do aquecimento, e que a pressão máxima ao longo de todo o ensaio tanto medida (0,0175 MPa) como simulada (2,6 MPa) ficou muito abaixo da resistência mecânica à tração do concreto de 11,6 MPa, veja o Quadro 6; e foi comprovado na inspeção visual dos corpos de prova, capítulos 7.1.6 e 7.2.6, a ausência de qualquer sinal de lascado. O que faz concluir que o atual patamar de 8 hr em 120°C não está sendo útil para a secagem.

O segundo comentário sobre essa curva seria referente à temperatura máxima utilizada de 250°C para a secagem. Nos experimentos nº 5 e nº 6 foram demonstrados que a água livre foi eliminada nas temperaturas máximas de 350°C e inclusive na de 300°C, mas que ainda ficou um conteúdo de aproximadamente 4% de água considerada quimicamente ligada, que teoricamente seria liberada em temperaturas maiores. O que faz concluir que o aquecimento até somente 250°C embora com 24 horas de secagem total, não está eliminando a água quimicamente ligada.

Um exemplo semelhante de análise de curvas de secagem foi apresentado por Lee *et al.* (2017) onde podem ser encontradas conclusões coincidentes com as apresentadas nesta análise e os riscos envolvidos.

Palmer *et al.* (2014) discutem outro exemplo de uma curva típica de secagem publicada por fabricantes e os possíveis recursos para acelerar a operação através de experimentação física e modelagem computacional.

Para maiores comparações podem ser consultados mais exemplos de curvas de secagem atuais nas publicações de outras empresas de refratários disponíveis na internet, com a metodologia para a secagem de monólitos, e nos catálogos dos seus produtos²⁰.

²⁰ AGC Ceramics. **Drying methods for monolithic refractories**. Disponível em: <https://www.agcc.jp/Portals/0/images/en/core/alumi/about/methodDrying.pdf>. Acesso em: 19 nov. 2019; e AGCPIBRICO. **Monolithic refractories**. Disponível em: https://www.plibrico.co.jp/Portals/0/images-en/products/products/thervek_catalog_en.pdf. Acesso em: 19 nov. 2019.

11.2 Curva de secagem otimizada

Como mostrado, os fabricantes de refratários determinam taxas e tempos conservadores para os tipos de concreto que produzem; com amplas margens de segurança que dão espaço para uma reavaliação utilizando uma metodologia científica, como a desenvolvida nesta tese, com o intuito de aumentar sua competitividade.

Entende-se que a determinação da curva de secagem para um tipo de concreto em condições específicas de uso é uma grande responsabilidade, porque na operação além de estar comprometida a eficiência do refratário, os riscos de perda são muito elevados. Por isso, a grande necessidade de contar com recursos de caracterização, análise e prognóstico, como os desenvolvidos neste trabalho de tese, para ter uma base mais confiável na determinação de atualizações das curvas de secagem atuais, ou para determinar as curvas de novos produtos. O método recomendado seria:

- 1) ensaios hidro termo mecânicos do concreto específico utilizando o DEES com diferentes curvas de aquecimento, atuais e propostas, para conhecer o comportamento;
- 2) ensaios de caracterização para obter as propriedades do concreto específico, relativas aos parâmetros críticos que precisam ser fornecidos ao código computacional;
- 3) simulações 3-D das curvas atuais e propostas com o código computacional, replicando a geometria e condições de contorno específicas onde será instalado o monólito;
- 4) baseando-se nos resultados, determinar taxas, patamares e tempos das curvas de novos produtos ou estabelecer atualizações para aplicar de forma gradativa na indústria;
- 5) registrar o comportamento e resultados ao longo de todo o processo e até o final do tempo de vida do monólito para avaliar a possibilidade de uma seguinte atualização.

Como exemplo, com base aos resultados obtidos dos experimentos e as simulações desta tese, apresenta-se uma proposta de curva de secagem para o CC utilizado para o revestimento do CPV de um alto forno, mostrado na Figura 163.

Trata-se de um componente do forno com o mesmo tipo de concreto refratário estudado nos experimentos termo hídrico nº 5 e nº 6 deste trabalho de tese, com uma espessura similar, neste caso de 130 mm, com formato cilíndrico, e também com a

existência de uma chapa de aço no exterior (carcaça), como se pode observar na Figura 164 esquerda onde, 1) Caixa refrigeradora; 2) Ventaneira; 3) Carcaça; 4) Algaraviz; 5) Junção reta; 6) Visor ótico; 7) Tubo reto; 8) Parede do alto-forno; 9) Anel de vento; e na Figura 164 direita se mostra um corte transversal do tubo reto com seus componentes e condições de contorno de trabalho rotineiro.

Figura 163 – Destaque do conjunto de porta vento.

Fonte: (CRISTANTE NETO, 2019).

Deve ser esclarecido que as condições de contorno da secagem do CPV na indústria diferem de forma importante com as condições de contorno dos experimentos e simulações realizados neste trabalho de tese, porque na operação de secagem na usina a peça inteira é colocada dentro de um forno de grandes dimensões, de tal forma que o aquecimento é convectivo e aplicado por todas as faces da peça.

Figura 164 – Conjunto porta vento e seção do tubo reto.

Fonte: Esquerda (GOEDERT; LUNKES; LEMMER, 2011); direita: (CRISTANTE NETO, 2019).

Sujeito a estudos com condições de contorno mais próximas às reais e supondo os mesmos métodos de preparação do concreto, com base nos resultados do comportamento das pressões e temperaturas dos capítulos 0 e 10, uma proposta de atualização seria utilizar uma taxa de aquecimento de 25°C/hr até a temperatura de 250°C e uma isoterma nessa temperatura durante 9 horas para garantir a eliminação da água livre; resultando um tempo total de 18 hr, como mostra a Figura 165, com uma melhora de 6 hr em relação à curva original da Figura 162, o que representaria 25% de melhora.

Figura 165 – Exemplo da curva de secagem otimizada.

Fonte: Produção própria do autor.

Outra opção, dependendo de estudos do comportamento da água quimicamente ligada, seria utilizar uma taxa de 30°C/hr até o patamar de 250°C durante 6 hr, depois elevar a temperatura com uma taxa de 50°C/hr até outro patamar na temperatura de 500°C durante 5 horas, como mostra a Figura 166, resultando nas mesmas 24 hr, porém, visando a eliminação da água quimicamente ligada.

Figura 166 - Curva otimizada com eliminação de água quimicamente ligada.

Fonte: Produção própria do autor.

É importante adicionar uma observação referente à secagem do CPV do alto forno da empresa siderúrgica consultada, devido a problemas de trincas e zonas de superaquecimento que foram detectadas e que afetaram a vida útil dos algaravizes.

Se os monólitos são moldados, curados e secados somente até 250°C e posteriormente são armazenados em teoria “secos” e “prontos” para quando forem requeridos entrar em serviço, seria recomendável revisar a curva do segundo aquecimento para atingir os mais de 1100°C das condições de trabalho.

Isso pela possível liberação da água quimicamente ligada restante de uma secagem que atingiu somente 250°C e pela possível re-adsorção de umidade (água livre) que poderia ter acontecido em função do tempo e condições ambientais do local de armazenamento. Também pelas tensões termomecânicas que serão geradas até atingir a temperatura de trabalho.

Com esta discussão mostra-se um exemplo que ilustra como cada caso de aplicação real na indústria tem características peculiares, que podem ser completamente diferentes umas de outras e que devem ser avaliadas para a determinação das curvas de secagem ou para a perícia das possíveis causas de falhas ou acidentes ocasionados por trincas ou explosões.

Para finalizar, recomenda-se que a determinação e aplicação das curvas de secagem na indústria não sejam baseadas somente nos resultados de simulações numéricas. As simulações ajudam realizar uma grande quantidade de testes e reduzir o tempo de resposta numa situação de aplicação, mas não devem eliminar os experimentos físicos nem os testes de campo que são necessários para validar as simulações e as curvas de secagem propostas. Os resultados numéricos devem ser utilizados em conjunto com os resultados experimentais, com as experiências práticas e com o conhecimento do fenômeno, das condições, dos procedimentos e das circunstâncias reais da aplicação específica na indústria.

12 CONCLUSÕES

Estudaram-se os processos termo-hidro-químico-mecânicos que acontecem na operação industrial de secagem de concreto refratário em conjunto com a teoria da obstrução da umidade que pretende explicar o fenômeno de lascado envolvido durante o aquecimento. Para tanto foi desenvolvido um dispositivo experimental com sensores de medição simultânea de pressão e temperatura e um modelo computacional de análise numérica para auxiliar na determinação de curvas de secagem de concretos refratários com base em uma metodologia científica.

O dispositivo foi capaz de fornecer uma curva de aquecimento controlada num corpo de prova de concreto refratário de 300x300x120 mm, submetido a um estresse térmico por uma face e na face oposta foi representada a condição de contorno de uma carcaça de aço de algum forno industrial; diferentemente das condições de contorno normalmente encontradas na literatura, onde é simulado um muro aquecido em uma face e o outro extremo está em contato com o ar do meio ambiente.

Para medir simultaneamente a pressão e a temperatura interna da massa de concreto, fabricaram-se sondas com diferentes tipos de aditamentos como filtros e líquido térmico. A variação de massa foi medida com uma balança industrial no início e ao final do ensaio.

Para poder realizar a pesquisa numérica efetuou-se uma revisão dos modelos matemáticos disponíveis na literatura e dos princípios teóricos envolvidos com a secagem não isotérmica de um meio poroso, aplicáveis aos processos de transporte relativos ao aquecimento de concreto úmido. Encontrou-se que os modelos diferem em diferentes graus nas simplificações e parâmetros utilizados, havendo uma falta de consenso referente ao modelo mais apropriado que poderia ser utilizado no caso dos concretos refratários.

Foi eleito e utilizado um modelo matemático clássico com um enfoque fenomenológico para a transferência acoplada de calor e massa em alta temperatura, simplificado para um fluido, mostrando ser prático e de menor complexidade na aplicação.

O modelo computadorizado simula a condição de um bloco de revestimento de concreto refratário aquecido em uma das faces e protege uma carcaça de aço na face posterior; foi resolvido com o método dos volumes finitos num esquema implícito que é próprio para a simulação deste tipo de fenômeno de transporte, porque garante a conservação de massa. Considerou-se um domínio tridimensional para o campo de

soluções com o intuito de estudar o comportamento da perda de massa no volume. Os resultados numéricos e experimentais foram comparados para sua validação.

Com esses desenvolvimentos pesquisou-se experimental e numericamente o transporte de calor e massa durante a secagem de concreto refratário até a temperatura de 350°C, para analisar o comportamento do material durante a eliminação da água livre.

Com base nos resultados experimentais e numéricos obtidos foi analisada e discutida a efetividade das taxas de aquecimento, assim como a definição das temperaturas e tempos das isotermas de algumas curvas de aquecimento que atualmente são utilizadas na indústria para diferentes tipos de concreto.

Foram propostas possíveis atualizações para a curva de secagem do monólito do conjunto porta vento de um alto forno que utiliza um concreto refratário sílico-aluminoso com pega hidráulica e 9% de CaO, com o intuito de melhorar os tempos de secagem ou para contar com uma alternativa rápida para casos de emergência, mantendo a segurança.

Os resultados das medições experimentais de temperaturas no interior do concreto dos corpos de prova mostraram serem indicadores quantitativos e qualitativos consistentes de grande utilidade para a validação do modelo matemático e para contribuições imediatas na discussão e determinação de curvas de secagem.

Por outra parte, as pressões interiores medidas experimentalmente nas condições e temperaturas utilizadas mostraram ser úteis para considerações e comparações qualitativas, porém, aparentemente, não mostraram ser quantitativamente determinantes.

A medição da variação de massa no início e no final do experimento mostrou sua utilidade para confirmar a saída de água durante a secagem e estimar uma porcentagem residual de água quimicamente ligada. Com as temperaturas atingidas nos experimentos nº 5 e nº 6 e pelo tempo de permanência nessa temperatura foi assumida a eliminação de toda a água livre, restando no corpo de prova uma porcentagem de água quimicamente ligada.

Com o método proposto neste trabalho, utilizando-se os dados obtidos nos resultados da experimentação, assim como os dados obtidos nos resultados do modelo matemático e com a revisão de alguns exemplos de curvas de secagem utilizadas atualmente na indústria, mostrou-se um exemplo onde é possível melhorar os tempos de secagem em até 25%.

Através dos procedimentos experimentais ficou evidente o efeito de diferentes taxas e temperaturas, confirmando que para determinar o tempo e temperatura das isotermas é necessário considerar, além da quantidade de água que vai evaporar e da permeabilidade do meio pelo qual vai escoar e sair, a espessura do revestimento e a condutividade térmica

do concreto específico para realmente atingir temperaturas internas que consigam promover a ebulição da água até as regiões mais profundas do revestimento para a posterior convecção e saída do vapor e sua substituição por ar quente promovido pelo aumento controlado e seguro das pressões internas.

Os achados fizeram questionar a efetividade de utilizar uma temperatura entre 100 e 200°C imposta acima da superfície superior do concreto para o primeiro patamar, como atualmente é utilizado por uma importante quantidade de fabricantes de refratários.

Para o concreto e geometria utilizada nesta tese, o uso da isoterma na temperatura de 110°C na superfície superior do revestimento com 120 mm de espessura mostrou ser de pouca utilidade para finalidades de secagem, em todo caso, esse patamar estaria somente contribuindo para os processos de hidratação; no referente à secagem, manter uma isoterma nessa faixa ocasiona perda de tempo e recursos.

No experimento nº 5, a superfície superior do corpo de prova foi aquecida e mantida nessa temperatura durante 10 hr e foi observado que os termopares no interior se estabilizaram na faixa dos 70°C, que são próximas às temperaturas atingidas pelas reações exotérmicas de hidratação que foram mensuradas durante a cura e que são consideravelmente inferiores ao ponto de ebulição da água. Em consequência, os sensores piezo resistivos não registraram incrementos de pressão durante esse tempo. Acredita-se que em outros concretos com condutividades térmicas semelhantes, uma isoterma próxima aos 110°C tampouco seria a mais eficiente para finalidades de secagem.

Já no experimento nº 6, a superfície superior do corpo de prova foi aquecida até 350°C, e nessa isoterma foi superada a temperatura de ebulição da água em todos os termopares internos; o termopar com a posição mais profunda de 110 mm atingiu aproximadamente 150°C; os sensores de pressão registraram incrementos da pressão interna somente quando a temperatura neles aproximou-se aos 100°C.

Nos experimentos físicos nº 5 e nº 6 observou-se que somente na hora em que os termopares no interior do corpo de prova atingiram a temperatura próxima aos 100°C foram registrados os picos de pressão; e nesse momento, a temperatura da face aquecida já se encontrava próxima aos 250°C. Com isso, foi demonstrado que os longos tempos de espera dos patamares são eficientes no momento em que é atingida a temperatura de ebulição da água no interior do concreto e não somente na superfície aquecida.

A maior pressão obtida nas simulações numéricas foi de 2,6 MPa, que é coincidente com resultados de outros trabalhos da literatura, e por outra parte, a maior pressão mensurada experimentalmente foi de 0,027 MPa, que é considerada baixa se comparada

com outros trabalhos da literatura, o que poderia questionar sua veracidade, porém o funcionamento dos sensores *piezo* resistivos foi reconfirmado e sua sensibilidade recalibrada justo antes de moldar o corpo de prova. Além de que na revisão dos corpos de prova após os ensaios não foi detectada nenhuma trinca por onde poderia ter vazado pressão e os resultados obtidos tiveram comportamento e valores consistentes nas duas curvas testadas, o que faz pensar que os picos de pressão refletem a realidade.

Deve-se considerar que as taxas e temperaturas das isotermas utilizadas nesta investigação foram significativamente menos agressivas que as curvas utilizadas em outros trabalhos para simular condições de incêndio, já que neste trabalho o objetivo é o estudo da secagem do concreto através de um aquecimento lento e progressivo.

As taxas de aquecimento são efetivas até o ponto onde os esforços internos gerados pela dilatação térmica não superem a resistência mecânica do concreto, ou seja, evitar superar um gradiente de temperaturas que comprometa a continuidade da estrutura pelo choque térmico.

O primeiro patamar deve atingir uma temperatura na face aquecida o suficiente para garantir que as temperaturas internas, até o extremo oposto, atinjam o ponto de ebulição da água, de uma forma gradativa, para evitar picos de pressão interna que superem a resistência à tração do concreto; essa temperatura deve-se estabilizar e manter o tempo necessário para remover o vapor da água livre; se o revestimento é muito grosso e as temperaturas mais profundas estabilizam-se sem atingir a ebulição da água, provavelmente será necessária uma segunda taxa de aquecimento e um segundo patamar em uma temperatura maior para garantir eliminação da água livre em toda a espessura.

Com as taxas e isotermas de aquecimento utilizadas neste trabalho para eliminar a água livre foram obtidas pressões internas tanto experimentais como numéricas consideravelmente inferiores que a resistência mecânica à flexão do material de 11,5 MPa e muito menores que a resistência à compressão de 69,0 MPa.

Considerando o comportamento das temperaturas internas observado nos experimentos e simulações para esta faixa de temperaturas e para o tipo de concreto utilizado com variação dimensional máxima de 0,09% pode-se considerar que o risco de trincas por gradientes de dilatação é baixo; e isso foi confirmado nas inspeções visuais.

Com base nesses argumentos, para a secagem de um revestimento com 120 mm de espessura de concreto sílico-aluminoso como o analisado neste trabalho, com permeabilidade intrínseca na faixa de 10^{-15} m^2 foi proposto o início do aquecimento com uma velocidade de 25 ou 30°C/hr até a temperatura de 250°C para o primeiro patamar com

duração de 9 horas, com o intuito de efetivamente atingir a temperatura de ebulição nas áreas mais profundas do corpo de prova e de aumentar as pressões internas para promover a retirada da água livre em forma de vapor.

Acredita-se que a isoterma em 250°C consegue eliminar a água livre ao mesmo tempo em que evita o aumento arriscado da pressão interna e os esforços termomecânicos, resultando em um ganho de 6 horas em relação ao tempo total da curva de secagem atualmente utilizada na indústria para esse concreto, o que indica um primeiro patamar de 120°C na superfície superior que, como foi demonstrado neste trabalho, embora não represente riscos termo-hidromecânicos e poder estar contribuindo para a hidratação, é infrutífero para a secagem, pois não atinge temperaturas internas que gerem o vapor e sua movimentação através dos poros do concreto, embora transcorridas oito ou mais horas.

Essa proposta não seria necessariamente aplicável a outro concreto ou forma geométrica, em função das diferenças que podem existir nos valores do conteúdo de água, permeabilidade intrínseca, condutividade térmica e coeficiente de expansão. O exemplo de aplicação desse concreto para o conjunto porta vento de um alto forno demonstrou que cada caso precisa de uma avaliação específica para poder determinar a curva de secagem; pelas condições de contorno e pelas características operacionais correspondentes.

Para aquecimentos por uma única face como os realizados neste trabalho, o tempo que irá demorar os patamares e a secagem total do revestimento é diretamente proporcional à sua espessura, ou seja, depende mais da espessura do que da quantidade de massa total. Os estudos também revelaram que não é conveniente pensar em uma curva de secagem generalizada para algum tipo de concreto, deverá ser definida para cada geometria, condições de contorno e de aplicação específica; e para isso, o método proposto neste trabalho composto do DEES e das simulações numéricas pode ser de grande utilidade.

O código computacional desenvolvido em FORTRAN 90 foi limitado a um prisma retangular de 300x300x120 mm aquecido pela face superior e com uma chapa de aço na face inferior, porém, com adequações é possível modelar geometrias mais complexas e diferentes condições de contorno.

Os gráficos 3D obtidos com as simulações numéricas replicaram a teoria da obstrução de umidade que teoricamente é a responsável pelo lascado explosivo, mostrando visualmente o comportamento esperado relativo às frentes de evaporação e regiões de pressão acumulada que migram para o interior do bloco durante o aquecimento. O que significa que o modelo conseguiu simular a física que foi imposta ao sistema e o que se espera do fenômeno.

Também se conseguiu observar claramente a eliminação mais rápida de água nas regiões de aquecimento e nos contornos do corpo de prova, em contraste com sua demora no centro e nas regiões mais profundas.

As discrepâncias encontradas entre os resultados das simulações e os experimentos foram nos tempos que aconteceram os picos das pressões e a sua escala de magnitude. Considera-se que as medições experimentais e as simulações numéricas podem ser beneficiadas com melhorias nos instrumentos de medição de pressão, bem como ajustes nos parâmetros. Também é recomendável uma maior repetitividade de ensaios físicos com igualdade de condições para obter dados estatísticos na avaliação dos valores das pressões, pelo seu possível comportamento estocástico.

Os dados relativos às temperaturas medidas experimentalmente podem ser considerados como os mais confiáveis do estudo. Foram comparados com os dados dos resultados numéricos das temperaturas simuladas, encontrando compatibilidade aceitável desde o início e ao longo do estado transiente. E na parte final, mostrou incompatibilidade durante o estado estacionário.

Isso foi detectado porque o tempo do experimento nº 5 foi prolongado até atingir a estabilidade térmica do sistema mantendo por longo tempo a isoterma de 300°C. Os termopares chegaram a registrar um valor estável e contínuo, menor que a temperatura da superfície superior do corpo de prova, em função da profundidade de cada termopar; em contraste com os resultados numéricos que mantiveram a tendência das temperaturas se aproximarem da temperatura da superfície superior do corpo de prova quando $t \rightarrow \infty$.

Isso é explicado por que embora o modelo reproduza a conservação de energia foi assumindo o isolamento perfeito nas laterais do corpo de prova e somente uma pequena parcela de perda de energia pela superfície inferior em contato com a chapa de aço. Porém, nos experimentos físicos, ficou evidente que a perda de energia era maior em todas as faces e que chegando ao equilíbrio térmico igualou à quantidade de calor que o sistema estava absorvendo, mostrando a necessidade de futuros ajustes nas condições de contorno.

No entanto, para a finalidade do presente estudo, isso não foi considerado como limitante para discutir as curvas de secagem, pois com maior perda de energia os valores das temperaturas e consequentemente as pressões, seriam ainda de menor risco.

A permeabilidade é conhecida por ser uma das propriedades mais influentes, porém, a condutividade térmica e a formulação relativa às isotermas de dessorção do concreto específico mostraram exercer um efeito importante nas simulações.

A formulação que propõe o modelo clássico fenomenológico utilizado neste trabalho utiliza fórmulas de natureza empírica para o cálculo das permeabilidades em altas temperaturas e utiliza equações meramente estimativas para obter isothermas de dessorção do concreto civil maduro. O mais indicado para obter resultados de simulações mais próximos da realidade seria utilizar valores da permeabilidade do concreto refratário específico, recentemente curado e em função da temperatura. Também seria conveniente utilizar formulações de isothermas obtidas do concreto refratário próprio; embora a sua obtenção requeira longos tempos de experimentação.

Referente às metodologias experimentais para a preparação do corpo de prova foi confirmada a importância da vibração da amostra após sua mistura. Os valores de permeabilidade medidos de amostras sem vibração, embora dentro da faixa para este tipo de material, mostraram uma dispersão importante.

A condutividade térmica era considerada por alguns teóricos como um parâmetro de pouca influência neste fenômeno. Para testar essa hipótese foi comparado o comportamento deste parâmetro na alternativa dele ser constante ou variável com dependência das temperaturas; nos resultados foram encontradas diferenças importantes na dispersão das temperaturas simuladas.

Confirmou-se que para a transmissão de energia até as camadas mais profundas do corpo de prova, a condutividade térmica apresenta variação em função da temperatura, e que essa variação pode influenciar nos cálculos, pelo que se recomenda utilizar dados desse parâmetro em função da temperatura, obtidos com ensaios feitos no concreto refratário específico.

Por outra parte, no modelo considerou-se que a capacidade calorífica isobárica do concreto é constante, sendo que provavelmente também apresente variações em função da temperatura e da saturação que podem influenciar os resultados.

Para trabalhos futuros seria interessante considerar também o efeito da umidade na condutividade térmica e na capacidade calorífica do concreto. Ou seja, investigar sua dependência em função do conteúdo de umidade, caracterizando as propriedades térmicas do concreto justamente após ser curado para observar a influência da condição de saturação de umidade nesses parâmetros e se aproximar mais das condições reais da secagem; ao invés de obter as propriedades térmicas de um concreto mais maduro e seco.

Outro parâmetro importante para a exatidão dos resultados é o tempo e intensidade da liberação de água quimicamente ligada. Os dados para replicar seu comportamento nas simulações foram fornecidos através da curva obtida no ensaio TGA, porém, pela faixa de

temperatura que foi possível estudar experimentalmente no DEES, a variação de massa foi relacionada principalmente com a perda de água livre.

A adição de uma balança para a medição contínua da perda de massa representaria um importante recurso para identificar o momento no qual é completada a eliminação de cada um dos diferentes tipos de água e poder tomar decisões mais acuradas em relação à determinação dos tempos de início e fim de isotermas e à velocidade das taxas de aquecimento. A estrutura de suporte do DEES está acondicionada para colocar a balança e corpos de prova com maior espessura para enriquecer os estudos do comportamento da variação de massa em tempo real, o que poderia trazer maior entendimento dos processos, relações de temperatura, espessura e tempos da perda de massa durante o aquecimento.

Para trabalhos futuros, além de experimentar outras composições de concretos refratários, é recomendável explorar temperaturas mais altas para poder avaliar especificamente o comportamento da água quimicamente ligada e seu possível efeito na pressão. Para isso, e para poder testar taxas mais rápidas, é necessário instalar no DEES as proteções para riscos de explosão.

Na revisão da literatura dos dispositivos e resultados experimentais de diferentes trabalhos publicados tornaram-se evidentes as diferenças nas metodologias, curvas de aquecimento, arranjos experimentais e diferentes sensores, sondas e fluidos utilizados como meios de transmissão para a medição de pressão dos poros em concretos aquecidos.

Confirmou-se a dificuldade para obter leituras de pressão de vapor nos poros; foi utilizado óleo de silicone dentro de sondas feitas com tubo de diâmetro interno 6,53 mm e com termopar no interior, mostrando ser útil para o objetivo, porém, com a limitante da temperatura máxima que podia ser atingida pela inflamação desse óleo, 246°C.

Encontrou-se uma falta de detalhamento na literatura porque são poucos os autores que descrevem às complicações que são enfrentadas e as estratégias utilizadas para solucionar as problemáticas para conseguir medir, efetivamente, as pressões internas dos poros, e que em realidade são raramente reproduzíveis. Foi exposta a necessidade de uma unificação de critérios e a falta de uma metodologia experimental e equipamentos comerciais para a caracterização termo-hidro-mecânica do concreto.

Existem instrumentos, sensores e transdutores disponíveis comercialmente para a medição de pressão em meios porosos, porém com várias limitações, além do custo monetário, representam uma descontinuidade na estrutura que pode ser fonte de trincas e o consequente vazamento de vapor, afetando a medição da pressão, e o maior limitante é a

máxima temperatura que suportam, normalmente até 80°C, pelo que são colocados na parte externa e mais fria do corpo de prova, requerendo de um meio de transmissão da pressão.

Para transferir a pressão foram utilizados líquidos térmicos disponíveis comercialmente. Encontrou-se que os mais resistentes conseguem suportar temperaturas de até 350°C, próximas à temperatura crítica da água, o que permitiria aquecer a superfície até 450°C, sendo útil para o estudo da eliminação completa da água livre e grande parte da água quimicamente ligada. A alternativa pode ser o uso de tubos capilares sem óleo e com um termopar no interior para reduzir o volume de ar.

O problema de vazamento de pressão pelos cantos da sonda foi superado aumentando a aderência entre o cimento e o tubo através do acabamento de recartilhado na superfície externa do tubo em contato com concreto e a soldagem de rodela aberta para eliminar qualquer grau de liberdade de movimento da sonda dentro do concreto. Também foi útil o uso de silicone térmico na base do sensor.

Para poder medir a pressão interna de concreto refratário durante a operação de secagem nas instalações industriais e contar com a possibilidade de controlar a secagem através do monitoramento das pressões, ainda é necessário melhorar as sondas de medição para que sejam o suficientemente seguras para tal finalidade. A medição física da pressão interna é recomendável e indicada para experimentos de laboratório ou para testes isolados na indústria com o intuito de aperfeiçoar os instrumentos e modelos matemáticos.

Fica para trabalhos futuros a ideia de desenvolver algum tipo de sonda ou sensor que possa ser utilizada na indústria para regular a velocidade de aquecimento em função das pressões internas, junto com a avaliação da sua aplicabilidade e relações custo-benefício. Por enquanto, o recurso viável continua sendo a medição e controle de temperaturas em diferentes pontos da superfície aquecida.

As melhorias na efetividade da operação de secagem podem ser atingidas através do monitoramento e controle de temperaturas predeterminadas com estudos termo-hidro-mecânicos experimentais e numéricos como os propostos neste trabalho, compostos do dispositivo experimental e do código computacional para realizar simulações que auxiliem na determinação de curvas de secagem, baseadas nos conhecimentos científicos atuais.

É possível definir curvas mais eficientes e seguras para utilizar na indústria, considerando a realidade das características da operação e suas condições de contorno para fornecer ao código os parâmetros correspondentes às propriedades e geometria do concreto específico para simular diferentes curvas e testando fisicamente no DEES.

REFERÊNCIAS

- AKIYOSHI, M. M.; CARDOSO, F. A.; INNOCENTINI, M. D. M.; PANDOLFELLI, V. C. Key properties for the optimization of refractory castable drying. **Refractories Applications and News**, v. 9, n. 4, p. 14-17, july 2004.
- AKIYOSHI, M. M.; MORISCO, R. C.; INNOCENTINI, M. D. M.; PANDOLFELLI, V. C.; BITTENCOURT, L. R. M. Temperatura de cura e sua influência na resistência à explosão de concretos refratários de alta alumina. **Cerâmica**, São Paulo, v. 48, n. 307, p. 126-130, Jul/Ago/Set 2002.
- ALEKSANDROVSKII, S. V. On thermal and hygrometric properties of concrete related to heat and moisture exchange. **Konstr., Trudy Inst., Svoistv Betona, Zhelezob**, v. 4, p. 184-214, 1959.
- ALEKSANDROVSKII, S. V. **Analysis of plain and reinforced concrete structures for temperature and moisture effects (with account of creep)**. Stroyizdat, Moscow: [s.n.], 1966.
- ALMEIDA, B. V.; SILVA, S. N.; LOPES, J. M. G.; PASSOS, R. L.; LONGO, E.; VERNILLI, F. Implementation of convective heating in Companhia Siderúrgica Nacional blast furnace runners. **Applied Thermal Engineering**, v. 51, n. 1-2, p. 1351-1358, 2013.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM E119**: Standard test methods for fire tests of building construction and material. West Conshohocken, PA: USA, 2000.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C1792**: Standard test method for measurement of mass loss versus time for one-dimensional drying of saturated concretes. West Conshohocken, PA: USA, 2014.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C577**: Standard test method for permeability of refractories. West Conshohocken, PA: USA, 2014.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C20**: Standard test methods for apparent Porosity, water absorption, apparent specific gravity, and bulk density of burned refractory brick and shapes by boiling water. West Conshohocken, PA: USA, 2015.
- AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C862**: Standard practice for preparing refractory concrete specimens by casting. West Conshohocken, PA: USA, 2016.
- ANTOINE, C. Tensions des vapeurs: nouvelle relation entre les tensions et les températures. **Comptes Rendus des Séances de l'Académie des Sciences**, v. 107, p. 681–684, 778–780, 836–837, 1888.
- ASPDIN, J. **An improvement in the modes of producing an artificial stone**. BP 5022, October 1824.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **NBR 5628**: Componentes construtivos estruturais - Determinação da resistência ao fogo. Rio de Janeiro: Comitê CB-002, 2001.

AUVRAY, J. M.; ZETTERSTROM, C.; WOHRMEYER, C.; FRYDA, H.; PARR, C.; EYCHENNE-BARON, C. **Dry-out simulation of castables containing calcium aluminate cement under hydrothermal conditions**. In: UNITECR 2013. Proceedings. Victoria: Canada. 2013. p. 159-164.

BANGI, M. R. **Study on pore pressure spalling in hybrid fibre**: high strength concrete at elevated temperatures. 2010. Masters dissertation. Division of Environment and Resources Engineering Graduate School of Engineering, Hokkaido University: Hokkaido, Japan, 2010.

BANGI, M. R.; HORIGUCHI, T. Pore pressure development in hybrid fibre-reinforced high strength concrete at elevated temperatures. **Cement and Concrete Research**, v. 41, p. 1150–1156, 2011.

BANGI, M. R.; HORIGUCHI, T. Effect of fibre type and geometry on maximum pore pressures in fibre-reinforced high strength concrete at elevated temperatures. **Cement and Concrete Research**, v. 42, p. 459-466, 2012.

BARAKAT, A. J.; PEL, L.; ADAN, O. C. G. One-dimensional NMR imaging of high-temperature first-drying in monolithics. **Applied Magnetic Resonance**, The Netherlands, p. 15, May 2018.

BARRET. On the French and other methods of constructing iron floors. **Civil Engineering and Architect's Journal**, v. 17, p. 94, 1854.

BAZANT, Z. P. Thermodynamics of interacting continua with surfaces and creep analysis of concrete structures. **Nuclear Engineering and Design**, v. 20, n. 2, p. 477-505, 1972.

BAZANT, Z. P. Theory of creep and shrinkage in concrete structures: a précis of recent developments. **Mechanics today**, v. 2, p. 1-93, 1975.

BAZANT, Z. P. **Analysis of pore pressure, thermal stresses and fracture in rapidly heated concrete**. NIST Special Publication 919. International Workshop on Fire Performance of High-Strength Concrete. Gaithersburg, Maryland, U.S.A.: National Institute of Standards and Technology. 1997. p. 155–164.

BAZANT, Z. P. **Why did the World Trade Center collapse? October, 1 and 3**. New Society for Industrial and Applied Mathematics. North Western University, p. 348. 2001.

BAZANT, Z. P. **Concrete creep at high temperature and its interaction with fracture**: recent progress. Conference: Creep, Shrinkage and Durability of Concrete and Concrete Structures. Nantes, France: Concreep-7. set. 2005. p. 449–460.

BAZANT, Z. P.; CHERN, J. C.; ABRAMS, M. S.; GILLEN, M. P. **Normal and refractory concretes for LMFBR applications**. Electric Power Research Institute. Palo Alto, California, U.S.A. 1992.

BAZANT, Z. P.; CHERN, J. C.; THONGUTHAI, W. Finite element program for moisture and heat transfer in heated concrete. **Nuclear Engineering and Design**, Evaston, IL. U.S.A., v. 68, n. 1, p. 61-70, nov. 1981.

BAZANT, Z. P.; DONMEZ, A.; MASOERO, E.; RAHIMI AGHDAM, S. **Interaction of concrete creep, shrinkage and swelling with water, hydration and damage: Nano-macro-chemo**. CONCREEP-10: Mechanics and Physics of Creep, Shrinkage, and Durability of Concrete and Concrete Structures. Vienna: RILEM. 2015. p. 1-12.

BAZANT, Z. P.; GOANGSEUP, Z. Decontamination of radionuclides from concrete by microwave heating: I. Theory, II. Computations. **Journal of the Engineering Mechanics**, Evaston, IL, v. 129, p. 777–784, 785–792, 1 July 2003.

BAZANT, Z. P.; JIRÁSEK, M. **Creep and hygrothermal effects in concrete structures**. Evanston: Springer. Solid Mechanics and its Applications, 2018. 960 p.

BAZANT, Z. P.; KAPLAN, M. F. **Concrete at high temperatures**. London: Longman Group, 1996.

BAZANT, Z. P.; LE, J. L.; GREENING, F. R.; BENSON, D. B. What did and did not cause collapse of World Trade Center twin towers in New York? **Journal of Engineering Mechanics Asce**, v. 134, n. 10, p. 892 – 906, out. 2008.

BAZANT, Z. P.; NAJJAR, L. J. Drying of concrete as a nonlinear diffusion problem. **Cement and Concrete Research**, Evaston, IL, U.S.A., v. 1, n. 5, p. 461-473, set. 1971.

BAZANT, Z. P.; NAJJAR, L. J. Nonlinear water diffusion in nonsaturated concrete. **MATÉRIAUX ET CONSTRUCTIONS**, v. 5, n. 25, p. 3-20, 1972.

BAZANT, Z. P.; THONGUTHAI, W. Pore pressure and drying of concrete at high temperature. **Journal of The Engineering Mechanics Division**, Illinios, v. 104, n. 5, p. 1059-1079, October 1978.

BAZANT, Z. P.; THONGUTHAI, W. Pore pressure in heated concrete walls: theotetical prediction. **Magazine of Concrete Research**, v. 31, n. 107, p. 67-76, jun. 1979.

BEAR, J. **Dynamics of fluids in porous media**. New York: Dover publications, 1972.

BEAR, J.; BACHMAT, Y. **Introduction to modeling of transport in porous media**. Dordrecht: Kluwer, 1990.

BENBOUDJEMA, F. **Modélisation des déformations différées du béton sous sollicitations biaxiales. Application aux enceintes de confinement de bâtiments réacteurs des centrales nucléaires**. Thèse de doctorat. Université de Marne la Vallée. Champs-sur-Marne, France, p. 259. 2002.

BENBOUDJEMA, F.; MEFTAH, F.; TORRENTI, J. M. A viscoelastic approach for the assessment of the drying shrinkage behaviour of cementitious materials. **Materials and Structure**, v. 40, n. 2, p. 163-174, abr. 2007.

BENTZ, D. P.; GARBOCZI, E. J.; STUTZMAN, P. E. Experimental and simulation studies of the interfacial zone in concrete. **Cement Concrete Res**, v. 22, n. 5, p. 891-902, 1992.

BOGAN, J. E. Dryout of refractory castables. **Ceramic Industry**, disponível em: <http://digital.bnpmmedia.com/publication/?i=514001&article_id=3141702&view=articleBrowser&ver=html5>. p. 7, 2020. Acesso em: 20 Abril 2020.

BOLTZMANN, L. Derivation of Stefan's law: concerning the dependence of thermal radiation on the temperature of the electromagnetic light theory. **Annals of Physics and Chemistry**, v. 22, p. 291-294, 1884.

BOSNJAK, J. **Explosive spalling and permeability of high performance concrete under fire – numerical and experimental investigations**. 2014. 180 p. PhD thesis. Institute of Materials in Construction, Stuttgart University, Stuttgart: [s.n.], 2014.

BOSTRÖM, L.; JANSSON, R. **Self-compacting concrete exposed to fire**. SP Report 2008:53, SP Technical Research Institute of Sweden. Borås. Sweden, p. 740. 2008.

BOUNY, V. B. Water vapour sorption experiments on hardened cementitious materials. Part I. : Essential tool for analysis of hygral behaviour and its relation to pore structure. **Cement and Concrete Research**, v. 37, n. 3, p. 414–437, 2007.

BOUNY, V. B. Water vapour sorption experiments on hardened cementitious materials. Part II.: Essential tool for assessment of transport properties and for durability prediction. **Cement and Concrete Research**, v. 37, p. 438–454, 2007.

BREMER, F. Multi-layer (fouable-eall) prestressed concrete pressure vessel. **Nuclear Engineering and Design**, n. 5, p. 183-190, 1967.

BRITE. **Euram III BRPR-CT95 HITECO: Understanding and industrial application of high performance concrete in high temperature environment, Final report**. The European Commission, DG XII. UE. 1999.

BRUNAUER, S.; EMMETT, P. H.; TELLER, E. Adsorption of gases in multimolecular layers. **Journal of the American Chemical Society**, v. 60, n. 2, p. 309–319, 1938.

BURKE, T. B. **Residual strength of ultra-high performance concrete after exposure to elevated temperatures**. Southern Connecticut State University, U.S.A: Master's Theses., v. 74 p, 2008.

CANON, J. M.; SANDER, T. P.; SMITH, J. D.; MOORE, R. E. Effect of organic fiber additions on permeability of refractory concrete. **Unitecr**, p. 583-592, 1997.

CARDOSO, F. A.; MURILO, D. M.; INNOCENTINI, M. D. M.; AKYIOSHI, M. M.; PANDOLFELLI, V. C. Effect of curing time on the properties of CAC bonded refractory castables. **Journal of European Ceramic Society**, São Paulo, v. 24, n. 7, p. 2073-2078, jun. 2004.

CARLSON, R. W. Permeability, pore pressure and uplift in gravity dams. **Transactions ASME**, v. 122, p. 587–613, 1957.

CASTELLS, G. A. **Contribution to the advanced analysis and prevention of the mechanisms of natural fire induced structural collapse in high-rise buildings**. 2009. Doutorado. Escuela Superior de Ingenieria Barcelona, Barcelona: [s.n.], 2009.

CHAPMAN, A. J. **Fundamentals of heat transfer**. New York: Macmillan, 1987.

CHEUNG, F. B.; BAKER, J. **Transient dehydration model for concrete. Technical report**. U.S. Department of Energy. Lemont, Illinois. 1976.

CHOE, G.; KIM, G.; YOON, M.; HWANG, E.; NAM, J.; GUNCUNSKI, N. Effect of moisture migration and water vapor pressure build-up with the heating rate on concrete spalling type. **Cement and Concrete Research**, Korea, v. 116, p. 1-10, 2019.

CIVAN, F. Correlation of permeability loss by thermally-induced compaction due to grain expansion. **Petrophysics**, v. 49, n. 4, p. 351–361, 2008.

COATES, J. HSE warned of fire risk three years ago chunnel: they have been told. **Construction News**, v. 6494, dez 1996.

COBANE, I. C. **Explosive spalling of low cement castable refractories - A dryout service company's experiences, observations and recommendations**. HOTWORK INC. U.S.A., p. 6. 2005.

COHAN, L. J. Sorption hysteresis and the vapor pressure of concave surfaces.. **Journal of the American Chemical Society**, v. 60, p. 430–435, 1938.

CONNOLLY, R. J. **The spalling of concrete in fires**. 196 f. PhD thesis: The University of Aston in Birmingham. England UK., 1995.

CONSOLAZIO, G. R.; MCVAY, M. C.; RISH, J. W. Measurement and prediction of pore pressure in cement mortar subjected to elevated temperature. **International Workshop of Fire Performance of High Strength Concrete**, Gaithersburg, Maryland, p. p. 125-148, set 1997.

COOGAN, A. H. Ohio's surface rocks and sediments. In: FELDMANN, R. M. **Fossils of Ohio**. Ohio: Ohio Division of Geological Survey, Bulletin 70, 1996. p. 31-50.

COPELAND, L. E.; HAYES, J. C. Porosity of hardened Portland cement pastes. **Journal of the American Concrete Institute**, Chicago, v. 32, p. 285-297, 1953.

COUSSY, O. **Mechanics and physics of porous solids**. Chichester: Wiley, 2010.

CRISTANTE NETO, Â. **Estudo comparativo da resistência ao dano por choque térmico em refratários para conjunto de porta ventos de alto-forno**. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo. 2019.

DAL PONT, S. **Coupling between permeability and damage in concrete at high temperature**. Doctoral Thesis. ed. Champs-sur-Marne, France: Ecole Nationale des Ponts et Chaussees, 2004.

DAL PONT, S.; COLINA, H.; DUPAS, A.; EHRLACHER, A. An experimental relationship between complete liquid saturation and violent damage in concrete submitted to high temperature. **Magazine of Concrete Research**, v. 57, n. 8, p. 455-461, October 2005.

DAL PONT, S.; EHRLACHER, A. Numerical and experimental analysis of chemical dehydration, heat and mass transfers in a concrete hollow cylinder submitted to high temperatures. **International Journal of Heat and Mass Transfer**, v. 47, p. 135-147, 2004.

DARCY, H. **Les fontaines publiques de la Ville de Dijon**: exposition et application des principes a suivre et des formules a employer dans les questions de distribution d'Eau. Paris: [s.n.], 1856.

DAUTI, D. **A combined experimental and numerical approach to spalling of high-performance concrete due to fire**. Grenoble: Grenoble University, v. Doctoral Thesis, 2018. 151 p.

DAUTI, D.; TENGATTINI, A.; DAL PONT, S.; TOROPOVS, N.; BRIFFAUT, M.; WEBER, B. Analysis of moisture migration in concrete at high temperature through in-situ neutron tomography. **Cement and Concrete Research**, v. 111, p. 41-55, 2018.

DAVIE, C. T.; PEARCE, C. J.; BICANIC, N. Coupled heat and moisture transport in concrete at elevated temperatures—effects of capillary pressure and adsorbed water. **Numerical Heat Transfer**, USA, n. 49, p. 733-763, 2006.

DAVIE, C.; PEARCE, C.; BICANIC, N. A fully generalised, coupled, multi-phase, hygro-thermo-mechanical model for concrete. **Materials and Structures**, v. 43, n. 1, p. 13-33, dez. 2010.

DAVIES, B. **Method of making monolithic refractory kinning in metallurgical wessels**. n. 3.233.015, 1 February 1966.

DEBICKI, G.; HANISHE, F.; DELHOMME, F. An experimental method for assessing the spalling sensitivity of concrete mixture submitted to high temperature. **Cement and Concrete Composites**, v. 34, p. 958-963, 2012.

DEJONG, M. J.; ULM, F. J.. The nanogranular behavior of C-S-H at elevated temperatures (up to 700°C).. **Cement and Concrete Research**, v. 37, n. 1, p. 1-12, 2007.

DHATT, G.; JACQUEMIER, M.; CADJE, C. Modeling of drying refractory concrete. **Drying**, v. 86, n. 1, p. 94 – 104, 1986.

DORMIEUX, L.; KONDO, D.; ULM, F. J. **Microporomechanics**. Chichester: Wiley, 2006.

DOUGILL, J. W. Modes of failure of concrete panels exposed to high temperatures. **Magazine of Concrete Research**, v. 24, n. 79, 1972.

DWAIKAT, M. B.; KODUR, V. K. R. Hydrothermal model for predicting fire-induced spalling in concrete structural systems. **Fire Safety Journal**, v. 44, n. 3, p. 425-434, abr. 2009.

ENGLAND, G. L.; GREATHEAD, R. J.; KHAN, S. A. Influence of high temperature on water content, permeability and pore pressures in concrete. **SMIRT 11 Transactions**, Tokio, v. H, Ago 1991.

ENGLAND, G. L.; ROSS, A. D. Shrinkage, moisture, and pore pressures in heated concrete proceedings. **American Concrete Institute International Seminar on Concrete for Nuclear Reactors, Special Publication**, West Berlin, Germany, v. 34, p. 883-907, 1970.

FELICETTI, R.; LO MONTE, F. **Concrete spalling**: Interaction between tensile behaviour and pore pressure during heating. MATEC Web of Conferences. Milan, Italy: EDP Siences. 2013. p. 9.

FELICETTI, R.; LO MONTE, F.; LUALDI, M.; LOMBARDI, F. **Concrete damage and spalling monitoring in fire tests via ultrasonic pulse-echo and ground-penetrating radar**. International Symposium Non-Destructive Testing in Civil Engineering (NDT-CE). Berlin, Germany: BAM. 2015. p. 10.

FELICETTI, R.; LO MONTE, F.; PIMIENTA, P. A new test method to study the influence of pore pressure on fracture behaviour of concrete during heating. **Cement and Concrete Research**, v. 94, p. 13–23, Jan 2017.

FERAILLE-FRESNET, A. **Le role de l'eau dans le comportement à haute température des bétons**. Paris: Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 2000.

FERAILLE-FRESNET, A.; TAMAGNY, P.; EHRLACHER, A.; SERCOMBE, J. Thermo-hydrochemical modeling of a porous medium submitted to high temperature: An application to an axisymmetrical structure. **Mathematical and Computer Modelling**, 37, n. 3, 2003. 641 - 650.

FEY, K. G. **Investigation of the initial heating of refractory concrete and development of an improved heating strategy**. Technical University of Mining and Technology, Freiberg, Germany: Doctoral Thesis, v. 170, 2015. 170 p.

FEY, K. G.; RIEHL, I.; WULF, R.; GROSS, U. Experimental and numerical investigation of the first heat-up of refractory concrete. **International Journal of Thermal Sciences**, v. 100, p. 108-125, 2016.

FEY, K. G.; RIEHL, I.; WULF, R.; GROSS, U. First heat-up of 1D multi-layer walls and 2D geometries consisting of refractory concrete. **International Journal of Thermal Sciences**, Freiberg, Germany, v. 116, p. 159-171, 2017.

FEY, K. G.; RIEHL, I.; WULF, R.; GROSS, U. Pressure driven heat-up curves - A numerical and experimental investigation. **International Journal of Thermal Sciences**, v. 113, p. 1-9, 2017.

FISCHER, R. **On the behavior of cement mortar and concrete at high temperatures**. German Committee for Reinforced Concrete. West Berlin, Germany: W. Ernst & Sohn, 1970.

FISHER, L. R.; ISRAELACHVILI, J. N. Direct experimental verification of the Kelvin equation for capillary condensation. **Nature**, v. 277, p. 548–549, 1979.

- FLATAU, P. J.; WALKO, R. L.; COTTON, W. R. Polynomial fits to saturation vapor pressure. **American Meteorological Society**, Colorado, USA, v. 31, p. 1507 - 1513, April 1992.
- FREEZE, A.; CHERRY, J. **Groundwater**. Nova York: Prentice Hall Inc, 1979.
- FRENCH, G. L.; JAMES, T. E. **Runner system for blast furnace**. 3365187, 23 Jan 1968.
- FUNK, J.; DINGER, D. **Predictive process control of crowded particulate suspensions: Applied to ceramic manufacturing**. Kluwer Publishers. London. 1994.
- FURBISH, D. J. **Fluid physics in geology**. Nova York: Oxford University Press, 1997.
- GARY, M. Brandproben an Eisenbetonbauten: Ausgeführt im königl. Materialprüfungsamt zu Berlin-Lichterfelde-West in d. Jahren 1914 u. 1915. **Deutscher Ausschuss für Eisenbeton Heft**, v. 33, 1916.
- GAWIN, D.; MAJORANA, C. E.; SCHREFLER, B. A. Numerical analysis of hygro-thermal behaviour and damage of concrete at high temperature. **Mechanics of Cohesive-Frictional Materials**, v. 4, p. 37-74, 1999.
- GAWIN, D.; PESAVENTO, F.; SCHREFLER, B. A. Modeling of hygro-thermal behavior and damage of concrete at temperature above the critical point of water. **International Journal of Numerical and Analytical Methods in Geomechanics**, v. 26, n. 6, p. 537–562, mar. 2002.
- GAWIN, D.; PESAVENTO, F.; SCHREFLER, B. A. Towards prediction of the thermal spalling risk through a multi-phase porous media model of concrete. **Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering**, v. 195, n. 41, p. 5707-5729, 2005.
- GAWIN, D.; PESAVENTO, F.; SCHREFLER, B. A. Hygro-thermo-chemo-mechanical modeling of concrete at early ages and beyond. Part I. Hydration and hygro-thermal phenomena. **International Journal for Numerical Methods in Engineering**, v. 67, n. 3, p. 299–331, 2006.
- GAWIN, D.; PESAVENTO, F.; SCHREFLER, B. A. Multiphase porous media, high temperature. **Springer Science+Business Media Dordrecht.**, jan 2014.
- GOEDERT, P.; LUNKES, C.; LEMMER, P. **Method for feeding pulverised coal into a blast furnace**. 0180978 A1, 28 Jul 2011.
- GONG, Z. X.; MUJUMDAR, A. S. Numerical simulation of drying of refractory concrete. **Drying Technology**, Montreal, Quebec, Canada, v. 9, n. 2, p. 479-500, 1991.
- GONG, Z. X.; MUJUMDAR, A. S. A model for kin-drying of refractory concrete slabs. **DRYING TECHNOLOGY**, Montreal, Quebec, Canada, v. 11, n. 7, p. 1617-1693, 1993.
- GONG, Z. X.; MUJUMDAR, A. S. A two-dimensional finite element model for klin-drying of refractory concrete. **Drying technology**, Montreal, Quebec, Canada, v. 13, n. 3, p. 585-605, 1995.

GONG, Z. X.; MUJUMDAR, A. S. The influence of an impermeable surface on pore steam pressure during drying of refractory concrete slabs. **International Journal of Heat and Mass Transfer**, Montreal, v. 38, n. 7, p. 1297-1303, Jul. 1995.

GONG, Z. X.; MUJUMDAR, A. S. Development of drying schedules for one-side-heating drying of refractory concrete slabs Based on a Finite Element Model. **Journal of The American Ceramics Society**, v. 79, n. 6, p. 1649-1658, jun. 1996.

GONG, Z. X.; MUJUMDAR, A. S. Mathematical modelling of Klin an on-site drying of concrete. In: TURNER, I.; MUJUMDAR, A. S. **Mathematical modeling and numerical techniques in drying technology**. New York: Marcel Decker Inc., 1997. Cap. 15, p. 575-612.

GONG, Z. X.; MUJUMDAR, A. S. Review of R&D in drying of refractories. **Drying Technology**, v. 25, p. 1917-1925, 2007.

GRAY, W. G.; HASSANIZADEH, S. M. General conservation equations for multiphase systems : 3. constitutive theory for porous media.. **Adv. Water. Res.**, v. 3, p. 25-40, 1980.

GRIMSHAW, R. W. **The Chemistry ands Physics of Clays and Allied Ceramic Materials**. 4. ed. Londres: Ernest Benn Limited, 1971.

GROßWENDT, I. **Modell zur beschreibung der trocknung von Feuerfestbeton**. 2007, 102 p. Doktorarbeit, RWTH Aachen, Aachen: [s.n.], 2007.

HAGER, I. **Comportement à haute température des bétons à haute performance - évolution des principales propriétés mécaniques**. 2004. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées et l'École Polytechnique de Cracovie. Cracovia: [s.n.], 2004.

HAGER, I.; P., P. Mechanical properties of HPC at high temperature.. **Proc. Int. Workshop fib Task Group, Fire Design of Concrete Structures: What now? What next?**, v. 43, p. p. 95-100, jan 2004.

HARADA, K.; NEGISHI, K. Spalling of cement mortar during fire. In: WATANABE, K. **Proceedings of the workshop on modelling of deterioration in composite building components due to heat and mass transfer**. Tsukuba, Japan: [s.n.], 1998. p. 171 - 182.

HARADA, K.; TERA, T. **Heat and mass transfer in the walls subjected to fire**. Thirteenth meeting of the UJNR panel on fire research and safety. Gaithersburg, USA: [s.n.]. 1996. p. 13-20.

HARADA; TERA. Heat and mass transfer in an intensely heated mortar wall. **Proceddings of 3rd International Symposium on Fire Safety Science**, Edinburg, 1991. 781-790.

HARMATHY, T. Z. Effect of moisture on the fire endurance of building elements. In: ROBERTSON, A. **Moisture in Materials in Relation to Fire Tests**. West Conshohocken, PA: ASTM International, 1965. p. 74-95.

HARMATHY, T. Z.; ALLEN, L. W. Thermal properties of selected masonry unit concretes. **Journal of the American Concrete Institute**, v. 70, p. 132-142, 1973.

HASSENJAGER, S. **Ueber das verhalten des betons und esenbetons in feuer und die ausbildung von dehnungsfugen in eisenbetonbau**. Braunschweig: [s.n.], v. 53 S, 1935.

HEIJDEN, G. H. A. **NMR imaging of moisture inside heated porous building materials**. Doctoral Thesis. Technische Universiteit Eindhoven. Holland, p. 169. 2011.

HELSINKI UNIVERSITY. Lecture 2: saturation vapor pressure. **Disponível em:** <https://www.cs.helsinki.fi/u/ssmoland/physics/envphys/lecture_2.pdf>, 20 out 2006. Acesso em: 20 out 2018.

HERTZ, K. D. Limits of spalling of fire-exposed concrete. **Fire Safety Journal**, v. 38, n. 2, p. 103-116, mar. 2003.

HIPPS, D. L.; BROWN, J. J. Internal pressure measurements for control of explosive spalling in refractory castables. **American Ceramic Society Bulletin**, v. 63, n. 7, p. 905-910, jul 1984.

HUANG, S.-S.; BURGESS, I. **Proceedings of the 6th International Workshop on Concrete Spalling due to Fire Exposure**. The University of Sheffield: Department of Civil & Structural Engineering, p. 320. 2019.

HUISMANN, S.; WEISE, F.; MENG, B.; SCHNEIDER, U. Transient strain of high strength concrete at elevated temperatures and the impact of polypropylene fibers. **Materials and Structures**, v. 45, n. 11, p. 793-801, Mai. 2012.

ICHIKAWA, Y.; ENGLAND, G. L. Prediction of moisture migration and pore pressure build-up in concrete at high temperatures. **Nuclear Engineering and Design**, Tokyo, p. 245-259, jan. 2004.

INGLE, J. Recent improvements in the application of concrete to fire-proof constructions. **London Civil Engineering and Architects' Journal**, p. 378-381, oct. 1866.

INNOCENTINI, M. D. A.; G., M.; DAMASCENO, L. A.; FLAUZINO, I. S. **Permeability of refractory castable samples**. Ribeirão Preto: Univesity of Ribeirão Preto. 2019.

INNOCENTINI, M. D. D. M.; SEPULVEDA, P.; ORTEGA, F. D. S. Permeability. In: SCHEFFLER, M.; COLOMBO, P. **Cellular ceramics: Structure, manufacture, properties and applications**. Weinheim: Wiley-VCH, 2005. Cap. 4.2, p. 313-341.

INNOCENTINI, M. D. M.; CARDOSO, F. A.; AKYIOSHI, M. M.; PANDOLFELLI, V. C. Relação entre permeabilidade e a velocidade de secagem em concretos refratários de alta alumina. **Cerâmica**, v. 48, n. 307, p. 131-136, set. 2002.

INNOCENTINI, M. D. M.; CARDOSO, F. A.; AKYIOSHI, M. M.; PANDOLFELLI, V. C. Drying stages during the heating of high-alumina, ultra-low-cement refractory castables. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 86, n. 7, p. 1146-1148, jul. 2003.

INNOCENTINI, M. D. M.; RIBEIRO, C.; BITTENCOURT, L. R. M.; PANDOLFELLI, V. C. Fluid dynamics and thermal aspects of the dewatering of high alumina refractory castables: removal of physically absorbed water. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 84, n. 11, p. 2696-2698, jun. 2001.

INNOCENTINI, M. D. M.; RIBEIRO, C.; SALOMÃO, R.; PANDOLFELLI, V.; BITTENCOURT, L. R. M. Assessment of mass loss and permeability changes during the dewatering process of refractory castables containing polypropylene fibers. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 85, n. 8, p. 2110-12, August 2002.

INNOCENTINI, M. D. M.; STUART, A. R.; AKYIOSHI, M. M.; PAIVA, A. E. M.; PANDOLFELLI, V. C. The drying behavior of high-alumina ultra-low cement refractory castables under different heating rates. **Refractories Applications and News**, v. 7, p. 17-20, September/October 2002. ISSN 5.

INNOCENTINI, M. D. M.; STUART, A. R.; G, P. R.; PANDOLFELLI, V. C. How particle size distribution affects permeability of castables. **American Ceramic Bulletin**, v. 80, n. 5, 2001.

INNOCENTINI, M. D. M.; YAMAMOTO, J.; RIBEIRO, C.; PILEGGI, R. G.; RIZZI JR., A. C.; BITTENCOURT, L. R. M.; RETTORE, R. R.; PANDOLFELLI, V. C. Efeito da distribuição granulométrica na secagem de concretos refratários. **Cerâmica**, v. 47, n. 304, p. 212-218, Dez. 2001.

INTERNATIONAL STANDARDS ORGANIZATION. **ISO 834-1 Fire-resistance tests - Elements of building construction**. Genebra - Suíça: Committee TC92/SC2, 1999.

INTERNATIONAL STANDARDS ORGANIZATION. **ISO 8894-2 Refractory materials - Determination of thermal conductivity: Hot-wire method (parallel)**. Genebra - Suíça: Committee ISO/TC 33, Refractories, 2007.

JANSSON, R. **Liquid/steam pressure measurement inside concrete exposed to fire**. In: INTERNATIONAL WORKSHOP ON STRUCTURES IN FIRE, Proceedings of the 4th. Aveiro, Portugal: SiF Conferences. 2006. p. 747-756.

JANSSON, R. **Material properties related to fire spalling of concrete**. Licentiate thesis. Lund Institute of Technology, Lund University. Sweden, p. 121. 2008.

JANSSON, R. **Fire spalling of concrete, theoretical and experimental studies**. Doctoral Thesis. KTH Royal Institute of Technology. Stockholm, Sweden, p. 134. 2013.

JANSSON, R. **Fire spalling of concrete: A historical overview**. MATEC Web of Conferences. In: CONCRETE SPALLING DUE TO FIRE EXPOSURE: Proceedings of the 3rd International Workshop: Paris (France). Setembro 2013. p. 11.

JANSSON, R.; BOSTROM, L. The influence of pressure in the pore system on fire spalling of concrete. **Fire Technology**, v. 43, p. 217-230, 2010.

JANSSON, R.; BOSTROM, L. Factors influencing fire spalling of self compacting concrete. **Materials and Structures**, v. 46, p. 1683-1694, 2013.

JENDELE, L.; SMILAUER, V.; CERVENKA, J. Multiscale hydro-thermo-mechanical model for early-age and mature concrete structures. **Advances in Engineering Software**, v. 72, p. 134-146, 2013.

JENNINGS, H. M.; THOMAS, J. J.; GEVRENOV, J. S. . C. G.; ULM, F. J. A multi-technique investigation of the nanoporosity of cement paste. **Cement and Concrete Research**, v. 37, n. 3, p. 329–336, 2007.

JONES, H. R. N. **Radiation heat transfer**. Oxford: Oxford University Press, 2000.

JONES, J. T.; BERNARD, M. F. **Cermamics**: industrial processing and testing. 2. ed. ed. Iowa: Iowa State University Press, 1993.

JUSTNES, H.; BRYHN-INGEBRIGTSEN, K.; ROSVOLD, G. Neutron radiography: an excellent method of measuring water penetration and moisture distribution in cementitious materials. **Advances Cement Research**, v. 6, n. 22, p. 67–72, 1994.

KALIFA, P.; CHÉNÉ, G.; GALLÉ, C. High-temperature behaviour of HPC with polypropylene fibres: from spalling to microstructure. **Cement and Concrete Research**, v. 31, n. 10, p. 1487-1499, out. 2001.

KALIFA, P.; MENNETEAU, F. D.; QUENARD, D. Spalling and pore pressure in HPC at high temperatures. **Cement and Concrete Research**, v. 30, n. 12, p. 1915-1927, Agosto 2000.

KANEMA, M.; MORAIS, M. V. G.; NOUMOWE, A.; GALLIAS, J. L.; CABRILLAC, R. Experimental and numerical studies of thermo-hydrous transfers in concrete exposed to high temperature. **Heat Mass Transfer**, v. 44, n. 2, p. 149-164, dez. 2007.

KANEMA, G. A. Strain of heated concrete during two thermal cycles. Part 1: strain over two cycles, during first heating and at subsequent constant temperature. **Magazine of Concrete Research**, v. 58, n. 6, p. 367-385, ago. 2006.

KHOURY, G. A. Polypropylene fibres in heated concrete. Part 2: pressure relief mechanisms and modelling criteria. **Magazine of Concrete Research**, v. 60, n. 3, p. 189-204, abr. 2008.

KHOURY, G. A.; ANDERBERG, Y. **Concrete spalling review**: fire safety design. Report submitted to the Swedish National Road Administration. [S.l.]: [s.n.]. 2000.

KHOYLOU, N.; ENGLAND, G. L. The effect of moisture on spalling of normal and high strength concretes. **Worldwide advances in structural concrete and masonry**, Chicago, 1996.

KIMURA, S.; KANEKO, H.; ITO, T.; MINAGAWA, H. Investigation of fault permeability in sands with different mineral compositions evaluation of gas hydrate reservoir). **Journal Energies**, v. 8, n. 7, p. 7202-7223, jul. 2015.

KIRCA, O. **Temperature effect on calcium aluminate cement based composite binders**. Middle East Technical University. Ankara, Turkey: Doctoral thesis, v. 230 p, 2006.

KLINGSCH, E. W. H. **Explosive spalling of concrete in fire**. Doctoral Thesis: ETH Zurich Zwitterland, v. 252 p, 2014.

KLINKENBERG, L. J. The permeability of porous media to liquid and gases. **American Petroleum Institute, Drilling and production practice**, p. 200–213, 1941.

KODUR, V. Properties of concrete at elevated temperatures: Review article. **International Scholarly Research Notices; Civil Engineering**, MI, USA, v. Article ID 468510, n. <http://dx.doi.org/10.1155/2014/468510>, p. 15, 2014.

KOLLEK, J. J. The determination of the permeability of concrete to oxygen by the Cembureau method: a recommendation. **Materials and Structures**, v. 22, p. 225-230, 1989.

KONTANI, O.; SHAH, S. P. **Pore pressure in sealed concrete at sustained high temperatures**. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON CONCRETE UNDER SEVERE CONDITIONS. Proceedings. Sapporo - Japan: CONSEC'95. 1995. p. 1151-1162.

KRIETZ, L. P.; FISHER, R. E. **Field performance and fracture behaviour of low cement, conventional and high cement, low moisture castables**. In: UNITECR'89. Proceedings. v. 2. Anaheim, CA. USA: American Ceramic Society. 1989. p. 1116-1126.

KRONERT, W. Recent progress in the use of monolithic refractories in Europe. New developments in monolithic Refractories. **Advances in Ceramics**, v. 13, p. 21–45, 1984.

KRZEMIEN, K.; HAGER, I. Assessment of concrete susceptibility to fire spalling: A report on the state-of-the-art in testing procedures. **Procedia Engineering**, Cracow, v. 108, p. 285-292, 2015.

KUKLA, K. K. **Concrete at high temperatures: hygro-thermo-mechanical degradation of concrete**. Doctoral thesis. The University of Glasgow. Scotland, U.K., p. 195. 2010.

KUMAR, A.; KHAN, S. A.; BISWAS, S.; PAL, A. Strategic steps towards longer and reliable blast furnace trough campaign – Tata Steel experience. **Ironmaking & Steelmaking**, Jharkhand, India, v. 37, n. 1, p. 15-20, 2010.

KUSTERLE, W.; HEEL, A. **Fire resistance of fiber, steel and prestressed concrete**. Federal Ministry of Transport, Innovation and Technology in cooperation with the Railway-high performance lines AG. Vienna, Austria, p. 221. 2004. (0379-1491). (In German).

LEE, W. E.; MOORE, R. E. Evolution of in situ refractories in the 20th century. **Journal of American Ceramic Society**, v. 81, n. 6, p. 1385-1410, 1998.

LEE, W. E.; VIEIRA, W.; ZHANG, S.; AHARI, K. G.; SARPOOLAKY, H.; PARR, C. Castable refractory concretes. **International Materials Reviews**, v. 46, n. 3, 2001.

LEE, Y. M.; JOHNSON, K.; KUMAR, S. **In-depth analysis of thermal profiles during industrial dry-out of low cement castable**. UNITECR. Santiago, Chile: September 26 - 29. 2017.

LICHTNER, P. C.; STEEFEL, C. I.; OELKERS, E. H. Reactive transport in porous media. **Mineralogical Society of America**, v. 42, n. 1, p. 5, 1996.

LINDEMANN, A.; NEIDHARDT, F. **Application note 074:** Thermal conductivity of inhomogeneous refractories – LFA versus TCT. 2015. Disponível em: <<https://www.netzsch.com>>. Acesso em 15 nov. 2019. [S.l.].

LO MONTE, F.; FELICETTI, R. Heated slabs under biaxial compressive loading: a test set-up for the assessment of concrete sensitivity to spalling. **Materials and Structures**, v. 50:192, p. 12, 2017.

LO MONTE, F.; FELICETTI, R.; ROSSINO, C. Fire spalling sensitivity of high-performance concrete in heated slabs under biaxial compressive loading. **Materials and Structures**, v. 52:14, p. 11, 2019.

LO MONTE, F.; LOMBARDI, F.; FELICETTI, R.; LUALDI, M. Ground-penetrating radar monitoring of concrete at high temperature. **Construction and Building Materials**, v. 151, p. 881-888, 2017.

LU, F. **On the prediction of concrete spalling under fire**. ETH Zurich Switzerland.: Doctoral Thesis, v. 152 p., 2015.

MACZURA, G. Production processes properties and application for tabular alumina refractory. In: HART, L. D. (.). **Alumina chemicals: science and technology handbook**. Westerville, OH: Wiley-American Ceramic Society, 1990. p. 109–170.

MALISKA, C. R. **Trânsferencia de calor e mecânica dos fluidos computacional**. 2. ed. São Paulo: LTC, 2004.

MARQUES, Y. A.; VASQUES FILHO, D.; PILEGGI, R. G.; PANDOLFELLI, V. C. Influência dos aditivos sobre a permeabilidade e a velocidade de secagem de concretos refratários aplicados por projeção. **Cerâmica**, São Paulo, v. 50, n. 313, p. 07-11, mar. 2004.

MASSARO, A. **The effect of water ratio on the mechanical properties of refractory materials**. Bachelor of Engineering dissertation. University of Southern Queensland. Toowoomba, Australia, p. 85. 2006.

MCNAUGHT, A. D.; WILKINSON, A.; CHALK, S. J. **IUPAC. Compendium of chemical terminology. (the "Gold Book")**. 2nd ed. Online version. ed. Oxford (1997): Blackwell Scientific Publications, 2019. <https://doi.org/10.1351/goldbook>.

MEUNIER, P.; ERMTRAUD, P. **Methods to assess the drying ability of refractory castables**. In: UNIFIED INTERNATIONAL TECHNICAL CONFERENCE ON REFRACTORIES. Proceedings. Victoria, BC: The American Ceramic Society. jan. 2014. p. 875–880.

MEUNIER, P.; MINDEGUIA, J. C.; PIMIENTA, P. **Mass, temperature and pressure measurements during the dry out of refractory castables**. In: INTERNATIONAL COLLOQUIUM ON REFRACTORIES, 51st; Refractories of metallurgy. Proceedings. Aachen, Germany: Eurogress. 15-16 October 2008. p. 95-98.

MEYER-OTTENS, C. **Spalling of normal–strength concrete structures under fire loading**. Doctoral thesis. Braunschweig University of Technology. Braunschweig, Germany, p. 111. 1972.

- MIAH, M. J.; LO MONTE, F.; FELICETTI, R.; PIMIENTA, P.; CARRÉ, H.; LA BORDERIE, C. **Experimental investigation on fire spalling behaviour of concrete:** Effect of biaxial compressive loading and cement type. In: INTERNATIONAL WORKSHOP ON CONCRETE SPALLING DUE TO FIRE, 5th; Proceedings. Borås, Sweden: Rilem. October. 2017. p. 12.
- MILLARD, A.; PIMIENTA, P. **Modelling of concrete behaviour at high temperature.** State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 227-HPB. Cham, Switzerland, p. 100. 2019. (30).
- MINDEGUIA, J. C. **Contribution expérimentale a la compréhension des risques d'instabilité thermique des bétons.** L'université de pau et des pays de L'adour; France. Doctoral Thesis. 2009.
- MINDEGUIA, J. C.; PIMIENTA, P.; NOUMOWÉ, A.; KANEMA, M. Temperature, pore pressure and mass variation of concrete subjected to high temperature: Experimental and numerical discussion on spalling risk. **Cement and Concrete Research**, v. 40, n. 3, p. 477-487, 2010.
- MINDEGUIA, J.-C.; PIMIENTA, P.; CARRÉ, H.; LA BORDEIRE, C. **Experimental study on the contribution of pore vapour pressure to thermal instability risk of concrete.** France, p. 18. 2009.
- MOHAMMED, M. K. **Multi-scale response of sustainable self- compacting concrete (SCC) to carbonation and chloride penetration.** Doctoral Thesis. University of Nottingham. UK, p. 252. 2015.
- MRÓZ, K. **Assessment of spalling risk in concrete subjected to fire.** Doctoral Thesis Research Proposal: Cracow University of Technology, 2016. 53 p.
- MURDOCH, L.; HALL, R.; FALTA, R.; LOONEY, B.; RIHA, B. J. Evaluation of liquid aerosol transport through porous media. **Contam. Hydrol.**, v. 190, p. 15–28, 2016.
- NEKRASOV, K. D.; ZHUKOV, V. V.; SHEVCHENKO, V. I. Investigation of heating large blocks of refractory concrete from one side. **Refractories and Industrial Ceramics**, v. 8, n. 5-6/May, p. 356-360, 1967.
- NEVILLE, A. D. M. **Propriedades do concreto.** 2. ed. São Paulo: Plni, 1997.
- NGUYEN, V. T. **Behavior of ordinary and high-performance concrete subjected to high temperature: application to large specimens.** Thèse de doctorat. L' Université de Cergy-Pontoise. France, p. 183. 2013.
- NOUMOWE, A. N.; SIDDIQUE, R.; DEBICKI, G. Permeability of high-performance concrete subjected to elevated temperature (600 degrees C). **Constr. Build.Mater**, v. 23, n. 5, p. 1855–1861, 2009.
- OZAWA, M.; IIZUKA, T.; ROKUGO, K.; MORIMOTO, H. **Relationship between spalling behaviour and internal vapour pressure of high-strength concrete reinforced with natural fibre under high temperature.** In: INTERNATIONAL WORKSHOP OF CONCRETE SPALLING DUE TO FIRE EXPOSURE, 1st; Proceedings. Leipzig, Germany: [s.n.]. 2009.

OZAWA, M.; MORIMOTO, H. Effects of various fibres on high-temperature spalling in high-performance concrete. **Construction and Building Materials**, v. 71, p. 83-92, 2014.

OZAWA, M.; UCHIDA, S.; KAMADA, T.; MORIMOTO, H. Study of mechanisms of explosive spalling in high-strength concrete at high temperatures using acoustic emission. **Construction and building materials**, v. 37, p. 621-628, 2012.

PACHECO, C. R. F. **Fundamentos de processos de secagem**. Apostila. São Paulo: Escola Politécnica da USP. São Paulo, p. 13. 1995.

PALMER, G.; COBOS, J.; MILLARD, J.; HOWES, T. The accelerated drying of refractory concrete - Part 2 numerical modelling. **Refractories WORLDFORUM**, Queensland, Australia, v. 6, n. 4, p. 89 - 97, 2014.

PALMER, G.; COBOS, J.; MILLARD, J.; HOWES, T. The accelerated drying of refractory concrete: Part I: A review of current understanding. **Refractories WORLDFORUM**, v. 6, n. 2, p. 75 – 83, April 2014.

PANDOLFELLI, V. C.; INNOCENTINI, M. D. M.; ARNOSTI JR., S. Variáveis críticas no processo de secagem de concretos refratários. **Cerâmica**, v. 45, n. 292/293, p. 107-114, Mar. 1999.

PATANKAR, S. V. Numerical heat transfer and fluid flow. **Hemisphere publishing corporation**, 1980.

PENG, H.; MYHRE, B. **Improvements in drying behaviour and explosion resistance of microsilica-gel monodisperse no-cement castables**. **Refractories WORLDFORUM** 9. [S.l.]. 2017.

PERRÉ, P.; DEGIOVANNI, A. Simulation par volumes finis des transferts couplés en milieux poreux anisotropes: séchage du bois à basse et à haute température. **Journal of Heat and Mass Transfer**, v. 33, n. 11, p. 2463-2478, 1990.

PHAN, L. T. **High-strength concrete at high temperature: An overview**. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON CONSTRUCTION MATERIALS. Vancouver: NIST. 2005. p. 15.

PHAN, L. T. **Spalling and mechanical properties of high strength concrete at high temperatures**. CONSEC. Concret under severe conditions: Environment and loading. Tours, France: F. Toutlemonde et al. 2007. p. 1595-1608.

PHAN, L. T. Pore pressure and explosive spalling in concrete. **Materials and Structures**, v. 41, n. 10, p. 1623–1632, dez. 2008.

PHAN, L. T.; CARINO, N. Effects of test conditions and mixture proportions on behavior of high-strength concrete exposed to high temperatures. **ACI Materials Journal**, v. 99, n. 1, p. 54-66, jan. 2002.

PHAN, L. T.; CARINO, N. J.; DUTHINH, D.; GARBOCZI, E. **NIST Special Publication 919**. In: INTERNATIONAL WORKSHOP ON FIRE PERFORMANCE OF HIGH STRENGTH CONCRETE. Proceedings. Gaithersburg, MD, USA: National Institute of Standards and Technology. 1997. p. 180.

PIHLAJAVAARA, S. E. **Notes on the drying of concrete**. Institute for Technical Research. Finland, p. 115. 1963.

PILBRICO JAPAN COMPANY LIMITED. **Technology of monolithic refractories**. Tokyo. 1984.

PIMIENTA, P.; MCNAMEE, R. J.; MINDEGUIA, J. C. Physical properties and behaviour of high-performance concrete at high temperature. **Report of the RILEM Technical Committee 227-HPB**, Milan, v. 29, Abr. 2011.

POWERS, T. C.; BROWNYARD, T. L. **Studies of the physical properties of hardened portland cement paste**. Chicago: Portland Cement Association, 1948.

POWERS, T. C.; COPELAND, L. E.; HAYES, J. C.; MANN, H. M. Permeability of Portland cement paste. **Journal of the American Concrete Institute**, v. 51, p. 285-298, 1954.

PRESTON, F. W.; WHITE, H. E. Observations on spalling. **Journal of the American**, 1934.

RAHIMI-AGHDAM, S.; BAZANT, Z. P.; QOMI, M. J. A. Cement hydration from hours to centuries controlled by diffusion through barrier shells of C-S-H. **Journal of the Mechanics and Physics of Solids**, v. 99, p. 211–224, 2017.

RAMAL JR., F. T.; SALOMAO, R.; PANDOLFELLI, V. C. Comportamento de secagem e explosão de concretos refratários com diferentes teores de água. **Cerâmica**, São Paulo, v. 50, n. 315, p. 197-201, Jul. 2004.

RAMAL, F. T. J.; SALOMÃO, R.; PANDOLFELLI, V. C. Water content and its effect on the drying behavior of refractory castables. **Refractories Applications and News**, v. 10, n. 3, p. 10-13, May/June 2005.

RICHMOND, C.; CHAILLE, C. E. High-performance castables for severe applications. **Advances in ceramics**, v. 13, p. 230-273, 1984.

RICHTER, E. Fire tests on single-shell tunnel segments made of a new high-performance fireproof concrete. **Fire Design of Concrete Structures: What now? What next?**, Dezembro 2004.

SAITO, M. **Forecasting the time of occurrence of a slope failure**. Proceedings of 6th International conference on soil mechanic. Montreal: [s.n.]. 1965. p. 537-541.

SALOMÃO, R.; PANDOLFELLI, V. C. Dryout temperature–vapor pressure profile of polymeric fiber containing refractory castables. **Ceramics International**, v. 39, n. 6, p. 7217–7222, Agosto 2013.

SCHERER, G. W. Theory of drying. **Journal of the American Ceramic Society**, Delaware, v. 73, n. 1, p. 13-14, Jan. 1990.

SCHMITT, N.; BERTHAUD, Y.; HERNANDEZ, J. F.; MEUNIER, P.; POIRIER, J. Damage of monolithic refractory linings in steel ladles during drying. **British Ceramic Transactions**, Cachan, France, p. 20, 2004.

SCHNEIDER, U. Concrete at high temperatures: A general review. **Fire Safety Journal**, v. 13, p. 55-68, 1988.

SCHNEIDER, U. **Permeability of high performance concrete at elevated temperatures**. Proceedings of the 6th International Conference on Structures in Fire. East Lansing, MI. 2010.

SCHNEIDER, U.; HERBST, H. J. Permeabilität und porosität von beton bei hohen temperaturen. **Deutschen Ausschuss für Stahlbeton**, v. 403, p. 23-52, 1989.

SCHNEIDER, U.; HERBST, H. J. **Pressure development in heated concrete members**. Proceedings of the SMiRT 10 Conference Anaheim. CA, USA: [s.n.]. 1989. p. 14-18.

SCHREFLER, B. A.; KHOURY, G. A.; GAWIN, D.; MAJORANA, C. E. Thermo-hydro-mechanical modelling of high performance concrete at high temperatures. **Engineering Computations**, Padova, Italy, v. 19, n. 7, p. 787-819, 2002.

SCHREFLER, B. A.; LEWIS, R. W. **The finite element method in the static and dynamic deformation and consolidation of porous media**. Nova Jersey: Wiley, 1998.

SCRIVENER, K. L.; NEMATİ, K. M. The percolation of pore space in the cement paste/aggregate interfacial zone of concrete. **Cement Concrete Res.**, v. 26, n. 1, p. 35-40, 1996.

SEGADAES, A. M.; FUMO, D. A. **LC and ULC refractory castables**: Reactions within the fine component matrix. UNITECR' 99. Berlin: Germany. 1999. p. 81-85.

SERTMEHMETOGLU, Y. **On a mechanism of spalling of concrete under fire conditions**. Doctoral Thesis. King's College. London, p. 342. 1977.

SHACKELFORD, J. F.; DOREMUS, R. H. **Ceramic and glass materials**: structure, properties and processing. Flórida: Springer, 2008.

SHEKARCHI, M.; DEBICKI, G.; BILLARD, Y.; COUDERT, L. Heat and mass transfer of high performance concrete for reactor containment under severe accident conditions. **Fire Technology**, v. 39, p. 63-71, 2003.

SHORTER, G. W.; HARMATHY, T. Z. Discussion on the article "The fire resistance of concrete beams" by Ashton and Bate, Proceedings. **Institute of Civil Engineers**, v. 20, p. 313, 1961.

SMILAUER, V.; JENDELE, L.; CERVENKA, J. **Prediction of carbonation and chloride ingress in cracked concrete structures**. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON CIVIL, STRUCTURAL AND ENVIRONMENTAL ENGINEERING COMPUTING, 4; Proceedings. [S.l.]: [s.n.]. 2013.

SONG, B. **Finite element analysis of heat and mass transfer in porous bodies**. Masters dissertation. Tianjin Institute of Light. China, p. 111. 1990.

SÖNNERBERG, S. **The fight against fire (in Swedish)**. Malmö, Sweden: Berneces Förlag AB, 1952.

SULLIVAN, P. J.; AKHTARUZZAMAN, A. A. Explosive spalling of concrete exposed to high temperatures. **Concrete Structures and Technology Research Report**, London, 1970.

TAIRA, H.; NAKAMURA, H. **Microwave drying of monolithic refractories**. Nippon Steel Technical Report No. 98. Nippon Steel Corp. [S.l.]. 2008.

TANIBE, T.; OZAWA, M.; KAMATA, R.; ROKUGO, K. Steel ring-based restraint of HSC explosive spalling in high temperature environments. **Journal of Structural Fire Engineering**, v. 5, n. 3, p. 239-250, 2014.

TANIBE, T.; OZAWA, M.; LUSTOZA, R. L.; KIKUCHI, K.; MORIMOTO, H. Explosive spalling behaviour of restrained concrete in the event of fire. In: KOENDERS, E. A.; DEHN, F. **Concrete spalling due to fire exposure**: Proceeding of the 2nd INTERNATIONAL RILEM WORKSHOP. Delft: RILEM Publications S.A.R.L., 2011. p. 319-26.

TENCHEV, R. T.; PURKISS, J. A.; LI, L. Y. Finite element analysis of coupled heat and moisture transfer in concrete subjected to fire. **Numerical Heat Transfer applications**, v. 39, n. 7, p. 685-710, Mai. 2001.

THELANDERSSON, S. Mechanical behaviour of concrete under torsional loading at transient, high-temperature conditions. **Bulletin of Lund Institute of Technology**, v. 46, 1974.

THOMSON, W. On the equilibrium of vapour at a curved surface of liquid. **Philosophical Magazine**, v. 42, p. 448-452, 1871.

TOROPOVS, N.; LOMONTE, F.; WYRZYKOWSKI, M.; B, W.; SAHMENKO, G.; VONTOBEL, P.; FELICETTI, R.; LURA, P. Real-time measurements of temperature, pressure and moisture profiles in high-performance concrete exposed to high temperatures during neutron radiography imaging. **Cement and Concrete Research**, v. 68, p. 166-173, 2015.

ULM, F. J.; COUSSY, O.; BAZANT, Z. P. The “chunnel” fire. I: chemoplastic softening in rapidly heated concrete. **Journal of Engineering Mechanics**, v. 125, n. 3, mar. 1999.

VDI-GVC. **VDI Heat atlas**. German Association of Engineers. ed. Heidelberg: Springer-Verlag, 2010. 1586 p. DOI 10.1007/978-3-540-77877-6_1.

VELEZ, M.; MOORE, R. E. Dewatering of refractory monolithic concretes. **Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales**, Missouri, v. 18, p. 54-60, 1998.

VITRUVIUS. **Ten books on architecture**. Cambridge: Cambridge University Press, 1999.

WATSON, K. M. Thermodynamics of the liquid states, generalized prediction of properties. **Industrial and Engineering Chemistry**, v. 35, p. 398-406, 1943.

WINSLOW, D. N.; DIAMOND, S. Specific surface of hardened Portland cement paste as determined by small-angle X-ray scattering. **Journal of American Ceramic Society**, v. 57, p. 193-197, 1974.

YANKO, W. A. **Experimental and numerical evaluation of concrete spalling during extreme thermal loading**. PhD Thesis. Gainesville, USA: University of Florida, 2004.

YANKO, W. A.; CONSOLAZIO, G. R. Experimental and numerical evaluation of concrete spalling due to pore pressure development during extreme thermal loading. **Structures**, Gainesville, Florida. U.S.A., 2004.

YATSENKO, A. M.; MIKHNEVICH, Y. F.; PRISYAZHNYUK, V. P.; GUBENKO, T. L.; PETROV, V. V. Development of a method of accelerated drying of casting ladle linings. **THERMAL ENGINEERING**, All-Union Scientific-Research, Design, and Technological institute for Railroad Car Building, n. 12, p. 34-37, December 1990.

YE, G.; DE SCHUTTER, G.; TAERWE, L. **Study of vapor pressure of high performance concrete and self-compacting concrete slabs subjected to standard fire conditions**. In: INTERNATIONAL RILEM WORKSHOP ON CONCRETE SPALLING DUE TO FIRE EXPOSURE, 2; Proceedings. Delft, The Netherlands: [s.n.]. 2011. p. 79-86.

ZADEH, E. S.; HEJAZI, K. Eulerian oil spills model using finite-volume method with moving moundary and wet-dry fronts. **Modelling and Simulation in Engineering - Hindawi Publishing Corporation**, 2012.

ZEHMISCH, R.; DEMUTH, C.; AL-ZOUBI, A.; MENDES, M. A. A.; BALLANI, F.; TRIMIS, D. Numerical prediction of effective thermal conductivity of refractory materials: methodology and sensitivity analysis. **Journal of Ceramic Science and Technology**, v. 2, n. 2, p. 145-154, 2014.

ZHANMIN, W.; JIN, Z.; XIYING, C.; LINGYAN, Y.; SANHUA, Z.; GAN, S.; YUFEI, H.; ZHU, Z. **Study on mechanism of explosive spalling of ULC castables during rapid drying**. In: UNITECR 2015, 14th BIENNIAL WORLDWIDE CONGRESS. Proceedings. Vienna, Austria: [s.n.]. 2015.

ZHUKOV, V. V. Explosive failure of concrete during a fire (in Russian). **Translation No. DT 2124, Joint Fire Research Organisation**, Borebamweod, 1975.

ZHUKOV, V. V.; SHEVCHENKO, V. I. Investigation of causes of possible spalling and failure of heat-resistant concrete at drying, first healing and cooling. In: NEKRASOV, K. D. **Zharostoikie Betony (Heat-resistant concretes)**. Moscou: Stroiizdat, 1974. p. 32-45.

APÊNDICE A – Fenômeno termo-hidro-químico-mecânico

Figura 167- Processos simultâneos no lascado do concreto

Fonte: Adaptações feitas pelo autor e por Brendon William Guedes Barbosa, de (CASTELLS, 2009) e (KHOURY; ANDERBERG, 2000), do original de (ZHUKOV, 1975).

APÊNDICE B – Tipos de sensores e montagens experimentais

B.1 Ensaio de Bremer

Durante pesquisas para o desenvolvimento de vasos de pressão para reatores de usinas atômicas construídos com concreto protendido, onde os gradientes de temperatura podem gerar consideráveis tensões térmicas de compressão e tração nas paredes, Bremer (1967) efetuou medições de pressão e temperatura nos poros de concreto preparado com cimento Portland em um arranjo experimental como mostrado na Figura 168, para demonstrar que se os muros de concreto contém água livre nos poros e são expostos a uma temperatura próxima ou acima da temperatura de ebulição da água serão geradas pressões internas de vapor próximas à pressão de saturação do vapor.

Figura 168 - Medição de pressão de vapor nos poros de concreto aquecido.

Fonte: Adaptado de (BREMER, 1967).

Os componentes do sistema da Figura 168 são: (1) Jaqueta hermética de aço; (2) Sonda de medição perfurada e preenchida de mercúrio; (3) Sonda de medição selada e preenchida de mercúrio; (4) Conexão em T; (5) Manômetro; (6) Termopar; (7) Concreto. Bremen não descreveu detalhes das dimensões do corpo de prova, nem da taxa e tipo de aquecimento utilizado, nem dos instrumentos de medição e nem das complicações ou soluções na medição das pressões; seria necessária mais informação para poder classificar qual o tipo de sensor que utilizou, porém, reportou ter conseguido medir pressões de até 1,8 MPa numa temperatura próxima a 300°C (BREMER, 1967).

B.2 Ensaio de Hipps e Brown

Hipps e Brown (1984) desenvolveram um dispositivo para medir as pressões internas geradas no primeiro aquecimento de revestimentos de concreto refratário, com o intuito de efetuar medições instantâneas e ajustar as curvas de aquecimento para secagem na indústria, reduzindo o risco de fragmentação explosiva.

Montaram um sistema de média escala para monitorar pressões internas num corpo de prova de 180x230 x150 mm com aquecimento na face inferior e duas sondas moldadas em intervalos de 13 mm em relação às temperaturas medidas da face quente, como mostra a Figura 169.

Montaram um forno com porta de guilhotina para simular taxas de aquecimento rápido, permitindo a entrada da amostra dentro do ambiente previamente aquecido a 538 ou 927°C. O sistema de aquisição de dados registrava em gráficos as pressões e temperaturas. O sistema também incluía o controlador do forno e fontes de energia para o transdutor e a serpentina como mostra a Figura 169, onde, (F, G) impressoras, (H) gravador de dados, (J) porta de guilhotina, (K) bloco de concreto refratário, (L) sondas de pressão, (M) termopares tipo K, (N) gravador de dados de temperatura, (O) controlador do forno, (P) fonte de alimentação do transdutor, (Q) forno.

Figura 169 – Sistema para ensaio termo-hídrico.

Fonte: Adaptado de (HIPPS; BROWN, 1984).

Desenvolveram uma sonda com tubo de aço inoxidável com diâmetro externo de 6,0 mm (não reportaram diâmetro interno) parcialmente preenchido com óleo de silicone do tipo utilizado para bomba de vácuo. Em um extremo, colocaram um sensor transdutor de tensão-deformação para medir pressão manométrica. Assumiram que a largura do tubo com óleo serviria como defletor, permitindo a dissipação de calor por radiação. Para evitar

a perda de pressão pela condensação de vapor, colocaram uma serpentina de aquecimento de vidro de boro silicato, envolvida em níquel, aquecendo a superfície do óleo a 149°C. Um anel de vidro de boro silicato separa a serpentina e o sensor para sua proteção, como mostra a Figura 170, onde, (A) transdutor de pressão, (B) conexões de aço inoxidável, (C) anel de separação de vidro, (D) serpentina de aquecimento, (E) tubo de aço inox 6,0 mm. O sistema conseguiu medir pressões de até 1.34 MPa.

Figura 170 – Sonda e sensor para medição de pressão nos poros.

Fonte: Adaptado de (HIPPS; BROWN, 1984).

Em ensaios na indústria, colocaram sondas em revestimento refratário, moldadas com um ângulo de inclinação e afastadas da face aquecida. A parte final do tubo dentro do forno era coberta com uma fina camada de cera de parafina para prevenir infiltração de cimento durante o processo de aplicação de cimento por projeção. Para obter temperaturas de referência, colocaram termopares tipo K na mesma profundidade das sondas de pressão. Na parte final da sonda, fora do ambiente do forno, foram ligados sensores transdutores e o equipamento de aquisição de dados para a correlação de pressões e temperaturas. Não apresentaram imagens da descrição deste arranjo e nem comentaram nenhum tipo de solução de dificuldades para a obtenção das leituras de pressão durante os procedimentos. Não descreveram o filtro ou acessório na ponta da sonda, letra (S) da Figura 170.

Afirmaram que as intensidades de pressão interna medidas pelas sondas são boas referências para comparação, entretanto, que são muito menores do que as realmente existentes dentro dos poros. Explicam que isso acontece porque a pressão é dissipada ao longo de um instrumento de grande volume (HIPPS; BROWN, 1984). Embora eles apresentassem interessantes resultados com seu trabalho no 84º congresso anual da Sociedade Americana de Cerâmica em 1982, até agora, quase 40 anos depois, o uso desse tipo de instrumento não tem sido levado à prática na indústria de forma comercial.

B.3 Ensaio de Connolly

Connolly (1995) desenvolveu um sistema que além de medir temperatura e pressão interna (esforços internos) mede, simultaneamente, cargas externas.

Montou um sistema de média escala para um corpo de prova cilíndrico com diâmetro de 150 mm e altura de 100 mm dentro de um anel de aço com braços hidráulicos para exercer cargas periféricas nas direções vertical e horizontal e para também restringir a expansão térmica, como mostra a Figura 171. A carga e a expansão foram registradas por uma célula de carga.

Para obter estabilidade na montagem criou uma estrutura rígida de retenção, suportada com macacos hidráulicos. O estresse térmico foi fornecido por elementos de radiação com regimes de energia contínua de 80, 110 ou 140 kW/m². Argumentou que regimes térmicos baseados somente em termos de tempo-temperatura são inadequados (CONNOLLY, 1995). Nos ensaios foram atingidas temperaturas de até 900°C em uma hora. Os dados de temperatura foram obtidos com termopares moldados dentro de diferentes profundidades da amostra.

Figura 171 - Dispositivo com aquecimento e carga mecânica.

Fonte: (CONNOLLY, 1995).

A pressão dos poros era transmitida através de um tubo cerâmico com diâmetro externo de 8,0 mm com dois dutos internos ocos (ar) de 2,0 mm, moldado dentro do corpo de prova a profundidades de 1/3 e 2/3 da largura da amostra; no extremo externo foi encaixado um tubo de aço com acessórios de vedação ligados a um transdutor de pressão esfriado com água, como mostra a Figura 172.

Figura 172 - Montagem para medição de pressão do poro dentro do concreto aquecido.

Fonte: Adaptado de (CONNOLLY, 1995).

Connolly (1995) informou sobre vários tipos de problemas encontrados; na estabilidade, pelo alinhamento da montagem para impor a carga mecânica e principalmente na montagem dos tubos para a transmissão da pressão.

Reportou que as tentativas para medir as pressões internas dos poros foram infrutíferas. A sonda cerâmica atuou como um indutor de trinca dentro da superfície da amostra, gerando trincas em direção radial, como mostra a Figura 173. Assumiu que essas trincas devem ter-se estendido por toda a profundidade da sonda, já que no momento que apareceram as leituras de pressão caíram para zero quase imediatamente. Uma grande quantidade de sistemas diferentes de selamento entre a sonda e o concreto foi testada sem resultados. Como a falha de trincado acontecia nos primeiros 5 minutos de teste, não foram obtidos dados úteis de pressão (CONNOLLY, 1995).

Figura 173 - Sondas de pressão e termopares gerando trincas.

Fonte: (CONNOLLY, 1995).

B.4 Ensaio de Kalifa *et al.*

Estes autores desenvolveram um dos sistemas mais citados na literatura para obter dados simultâneos e contínuos de pressão, temperatura e variação de massa (PTM) durante aquecimento controlado para estudar o comportamento dessas variáveis na transferência de massa durante o aquecimento do concreto (KALIFA; MENNETEAU; QUENARD, 2000). Posteriormente foi utilizado o dispositivo para estudar diferentes tipos de concreto civil (MINDEGUIA *et al.*, 2010) e para estudar concretos refratários (MEUNIER; MINDEGUIA; PIMIENTA, 2008).

Eles montaram um sistema de média escala (de acordo com a classificação proposta nesta tese) com amostras em formato de paralelepípedo de 300x300x120 mm, de aproximadamente 25 Kg, com as quatro faces laterais isoladas termicamente com blocos cerâmicos porosos, para considerar a carga térmica como unidirecional. Do ponto de vista da interface com o exterior, as superfícies da amostra ficaram livres para troca de umidade (amostra não selada) como mostra a Figura 174 e a Figura 175.

Figura 174 - Dispositivo “TPM” para caracterização termo hídrica de concretos.

Fonte: Adaptado de (MINDEGUIA, 2009).

O estresse térmico foi fornecido pela parte superior com elementos cerâmicos radiantes com potência de 5 kW colocados a 30 mm de separação, cobrindo toda a superfície da amostra. Aqueceram moderada ou rapidamente até 600°C ou até 800°C em menos de 10 minutos, regulando com um sensor de temperatura colocado entre os elementos radiantes protegidos por uma grade, em caso de uma possível explosão. A

lareira de exaustão de ar quente é um entalhe de 30 mm de largura na parte inferior de um dos blocos de isolamento térmico como mostram as Figura 174 e Figura 175.

O corpo de prova foi colocado sobre uma balança com capacidade de 32 Kg para medir a perda de massa durante o aquecimento. Foi posicionada uma bandeja entre o corpo de prova e a balança para garantir que esta não ficasse exposta ao calor e para reter a água que pudesse sair pela face inferior exposta do corpo de prova sem perturbar a pesagem com mostra a Figura 174.

Foram moldadas cinco sondas (tipo C, do capítulo 4.2), dentro do corpo de prova a profundidades de 10, 20, 30, 40 e 50 mm da superfície aquecida, numa zona central de 100 x 100 mm, ver Figura 175, Figura 176 e Figura 177. Desta forma, as medições de pressão e temperatura não foram influenciadas pelas condições de contorno laterais do corpo de prova, considerando o fluxo de calor e o movimento dos fluidos como unidirecional. Colocaram mais um termopar simples a 2,0 mm de profundidade em relação à face aquecida, para medir temperaturas da face exposta e um último termopar colocado na face inferior não aquecida da amostra, como mostra a Figura 175 do lado direito.

Os termopares, os sensores de pressão e a balança foram ligados a uma central de aquisição automática de dados. As medições recebidas foram registradas em um computador para facilitar o armazenamento dos dados.

Figura 175 – Esq: arranjo experimental. Dir: espécime, posição de sondas e termos.

Fonte: Adaptado de (MINDEGUIA *et al.*, 2010) e (MEUNIER; MINDEGUIA; PIMIENTA, 2008).

Numa das extremidades da sonda, fabricada de tubo de aço inoxidável com diâmetro exterior de 2,0 mm e interior de 1,6 mm foi colocado um disco de 12 x 1 mm de metal sinterizado (tamanho máximo de poro de 30 μ m), inserido numa cápsula de aço soldada ao tubo como pode ser visto nas Figura 176 e na Figura 177. Uma extremidade com a cápsula e o disco de metal sinterizado fica dentro do concreto, no ponto de medição e a outra extremidade do tubo sai do corpo de prova pelo lado inferior não aquecido. Para a

medição das temperaturas foi introduzido no tubo um termopar tipo K com diâmetro de 1,5mm em contato com o filtro de metal sinterizado. Assim, a pressão dos poros e a temperatura são medidas simultaneamente num mesmo ponto, como mostra a Figura 176.

Figura 176 - Sonda de medição de temperatura e pressão ligada ao conector “T”.

Fonte: Adaptado de (KALIFA; CHÉNÉ; GALLÉ, 2001).

A Figura 177 esquerda mostra molde e posição das sondas montadas antes da concretagem e na direita a superfície superior aquecida e a área de medição de temperaturas e pressões. Esse dispositivo integrado por um termopar e um captador de pressão permite a medição da temperatura e a pressão num mesmo ponto, considerando que a Pressão = $P_{\text{vapor}} + P_{\text{água_liquida}} + P_{\text{ar}}$.

Figura 177 – Molde e posição das sondas.

Fonte: Adaptado de (MINDEGUIA, 2009).

A extremidade do tubo, que sai abaixo do corpo de prova, é ligada a um conector “T” e posteriormente a um tubo flexível preenchido de óleo de silicone resistente a altas temperaturas para a transmissão da pressão ao transdutor piezoelétrico na parte externa, como mostra a Figura 174 e Figura 176. O sistema conseguiu medir pressões de 1,2 MPa; e até 3,7 Mpa para diferentes tipos de concreto. Esse mesmo sistema e metodologia para concreto refratário foi utilizado, obtendo a medição máxima de pressão de 2,1 MPa num MCC com 10% de CAC (MEUNIER; MINDEGUIA; PIMIENTA, 2008).

Os valores de pressão mensurados podem ser ligeiramente alterados pelo volume de vácuo (ar), de aproximadamente 250 mm³ na sonda, (MINDEGUIA, 2009); no entanto, assumiu-se que durante o aquecimento, a água é transferida da amostra para esse volume e que fica saturado com água líquida. Portanto, a pressão pode ser ligeiramente subestimada e medida com algum atraso de tempo, podendo vir a causar problemas com taxas de aquecimento muito altas. Nessas experiências não informaram maiores detalhes sobre problemáticas e soluções para conseguir as leituras de pressão nem do arranjo da grade para proteção em caso de explosão.

B.5 Ensaios de Dalpont

Dal Pont (2004) desenvolveu um ensaio em escala real para estudar o comportamento de concreto civil medindo pressão dos poros, temperaturas e umidades em diferentes coordenadas internas para validação de modelos matemáticos.

Reproduziu uma estrutura de concreto UHPC com formato de cilindro oco, com diâmetro maior de 1100 mm, diâmetro menor de 500 mm, altura de 1500 mm e espessura da parede de 300 mm; nele colocou quatro sensores de pressão embutidos nas profundidades de 30, 95, 160 e 240 mm em relação a superfície aquecida, em diferentes alturas, como mostra a Figura 178. Para medir temperaturas utilizou 20 termopares tipo K em diferentes coordenadas internas da estrutura e, além disso, colocou sensores de umidade e de deformação; estes instrumentos foram ligados a uma central computadorizada de aquisição e armazenamento de dados com monitoramento remoto.

Escolheu o formato cilíndrico do corpo de prova para poder colocar uma considerável quantidade de sensores, alguns na mesma distância radial, mas também porque a fabricação do molde e o desmoldado seriam mais simples utilizando uma chapa de aço, que não foi removida durante o aquecimento.

Figura 178 - Posição dos sensores de pressão para experimento em escala real.

Fonte: Adaptado de (DAL PONT, 2004) e (DAL PONT; EHRLACHER, 2004).

O cilindro foi aquecido pela face interior com uma resistência de 1400 W, com uma taxa lenta de 6,0 °C/hr (0,1 °C/min) até atingir 250 °C, essa temperatura foi mantida durante mais 30 hr para observar o comportamento nos estados transiente e estacionário. A taxa lenta e o longo tempo foram para evitar lascado explosivo e a eliminação completa da água livre (DAL PONT, 2004).

Os sensores elétricos para as pressões internas foram da marca Kulite, modelo XCQ com formato cilíndrico (tipo D, do capítulo 4.2), com dimensões de 30 mm de largura e 15 mm de diâmetro, como o mostrado na Figura 179. Esses sensores suportam trabalhar na faixa de 25 °C até 250 °C e conseguem medir pressões máximas de até aproximadamente 1,5 Mpa. A escolha da temperatura final foi feita de acordo com a temperatura que suportam os sensores de pressão. A pressão máxima atingida no ensaio foi de 0,22 MPa.

Em outro estudo foram informados alguns problemas que surgiram, por exemplo, o sensor a 90 mm não funcionou, provavelmente por problemas durante a implantação do próprio sensor. O sensor a 160 mm teve falso contato e os valores não foram compensados pela temperatura. Comentaram que o principal problema com os sensores de pressão é o tamanho e a influência que eles têm na medição de pressão, por ser elementos que constituem uma descontinuidade local no concreto (DAL PONT; EHRLACHER, 2004).

Figura 179- Sensor Kulite XCQ embutido.

Fonte: (DAL PONT, 2004).

Assim, recomendaram utilizar sensores com o menor tamanho possível, considerando sua resistência à temperatura. Outro problema é obter a posição certa dos sensores dentro do concreto para evitar leituras falsas, mas que, lamentavelmente não é possível confirmar a posição antes do ensaio, somente após a análise dos resultados que podem ser obtidas conclusões. Encontraram também que as mudanças de temperatura ambiental nos ciclos dia/noite influenciaram o aquecimento, principalmente no início (DAL PONT; EHRLACHER, 2004).

Posteriormente foi desenvolvido outro experimento, desta vez, em escala pequena, propondo um método econômico para verificar o mecanismo e a prevenção de lascado violento do concreto civil submetido a alta temperatura. Prepararam corpos de prova de concreto civil HPC com formato de disco, com diâmetro de 150 mm e espessura de 50 mm. A superfície lateral foi isolada para garantir um fluxo unilateral e evitar dispersões térmicas (DAL PONT *et al.*, 2005).

Cada amostra foi equipada com um termopar tipo J e uma sonda de pressão (tipo A, ver capítulo 4.2) feita com um tubo de aço moldado no concreto a uma distância de 20–25 mm da face aquecida e selado com cola de alta resistência para evitar vazamentos durante os testes. Na extremidade exterior do tubo foi ligado um manômetro (com capacidade de até 1,5 MPa) como mostra a Figura 180. O sistema pode ser colocado em uma estrutura de dimensão real com o sensor de pressão situado em uma zona fria ou isolada termicamente.

Na superfície inferior da amostra foi utilizado um aquecedor de 1500 W para impor uma taxa de aquecimento inicial de 1,5°C/min até a temperatura máxima de 280°C, atingindo 220–250°C na zona interna da sonda de pressão. A pressão máxima obtida foi de 1,25 MPa.

Figura 180 – Montagem de sonda e termopar em cilindro de escala pequena.

Fonte: Adaptado de (DAL PONT *et al.*, 2005).

Foram realizados pelo menos três testes com três diferentes condições de montagem, preenchendo o tubo com três diferentes fluidos para a transmissão de pressão do concreto ao manômetro (DAL PONT *et al.*, 2005). Na primeira utilizaram óleo de decapagem; na segunda, óleo de silicone e na terceira deixando o tubo vazio, ou seja, com ar. Além disso, testaram com dois diferentes diâmetros internos de tubo, $d_1 = 0,5 \text{ mm}$ ou $d_2 = 0,8 \text{ mm}$. O diâmetro externo $D = 2,0 \text{ mm}$.

Não observaram rachaduras visíveis na superfície após os testes. Cada experimento foi realizado mantendo a amostra na vertical, com o manômetro no topo para evitar a criação artificial de uma câmara dentro do manômetro onde o vapor / água líquida poderia ser depositada.

Reportaram que alguns testes falharam devido às altas pressões medidas pelo manômetro, ou seja, quando a pressão se aproximou ou excedeu o valor limite de $1,5 \text{ MPa}$, o manômetro entrou em colapso.

Enfatizaram que o aquecedor não permitiu uma perfeita reprodutibilidade dos resultados durante a análise porque a taxa de aquecimento e as temperaturas finais mudaram em quase todos os testes, provavelmente devido a diferentes condições externas. Esse fato afetou as temperaturas no interior do concreto e o valor da pressão do gás medida pelo sistema. Indicaram que essa flutuação de temperatura deve ser considerada, juntamente com o uso de diferentes diâmetros de tubo e diferentes fluidos de transmissão, como uma validação dos resultados (DAL PONT *et al.*, 2005).

B.6 Ensaios de Jansson e Boström

Boström e Jansson (2008) fizeram uma grande quantidade de experimentos de escala grande e de escala real (conforme a classificação proposta nesta tese) para medir a pressão de vapor nos poros até o ponto da primeira fragmentação explosiva com o intuito de comprovar seu efeito no lascado e com carga compressiva, e também para testar diferentes composições utilizando fibras de polipropileno.

Utilizaram lajes preparadas com concreto civil de dois tamanhos, umas com 600 x 500x200 mm e outras com 1800x1200x200 mm. Para testes em escala grande utilizaram um forno com área de abertura de 500x400 mm e para testes em escala real utilizaram um forno horizontal com área de abertura de 3000x5000 mm, como mostra a Figura 181. Foram utilizados termômetros planos para controlar a temperatura dos fornos onde foi imposto o estresse térmico da curva ISO 834.

Figura 181 – Fornos e corpos de prova para experimentos de lascado.

Fonte: (JANSSON, 2008), (BOSTRÖM; JANSSON, 2008) e (JANSSON; BOSTROM, 2013).

Foram inseridos, a diferentes distâncias da face aquecida (10, 20, 30, 40 mm), vários termopares tipo K e sondas (Tipo A, do capítulo 4.2) de tubo de aço com diâmetro externo de 2,4 mm e interno de 2,0 mm em arranjos como mostrado na Figura 182.

Para evitar que a pasta de cimento entrasse nas sondas durante o vertido, inseriu-se barras finas de solda nos tubos, que após a cura e antes do aquecimento foram removidas para preencher as sondas com óleo de silicone de alta temperatura Sil 300, produzido pela Haake, utilizando uma seringa com agulha fina para injetar cuidadosamente o óleo e eliminar bolhas de ar preso dentro do tubo (JANSSON, 2006).

Figura 182 - Estação de medição com três sondas de pressão e um termopar.

Fonte: (JANSSON, 2006).

Uma extremidade de cada tubo ficou nos fundos, perto da face aquecida, e a outra que saía para o exterior pela face fria do concreto foi ligada ao sensor de pressão tipo P8AP/100 bar da Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, com uma junção em T, também preenchida com óleo, como mostra a Figura 183. A maior pressão medida foi de 1,7 MPa, na profundidade de 10 mm, em uma amostra que não fragmentou.

A utilização de termopares do tipo K durante o teste em pequenos fornos e termômetros de chapa no forno horizontal fez com que as amostras maiores experimentassem uma exposição térmica um pouco maior. Durante a maioria dos testes foi aplicada uma carga compressiva com um sistema de carregamento composto por barras de pós-tensão de 36 mm dentro de tubos de alumínio (JANSSON, 2006).

A vantagem do uso de óleo como transmissor de pressão é pela sua incompressibilidade, porém, a desvantagem é que está sujeito à expansão térmica ou queima e geração de vapor quando exposto a temperaturas acima da sua resistência, com risco de interferir nos dados de pressão. No entanto, Jansson e Bostrom consideraram esse efeito insignificante para estes testes, devido ao fato de que somente a face inferior do corpo de prova recebeu o estresse térmico, pelo que somente a ponta da sonda foi aquecida

e a maior parte do tubo e do óleo ficou na zona mais fria. A verificação se deu com uma experiência simples, onde os 50 mm de um tubo cheio de óleo foram expostos a 200°C, obtendo uma faixa aceitável de expansão térmica, ou seja, apenas foi efetuada uma pequena superestimação da pressão neste sistema (JANSSON; BOSTROM, 2010).

Figura 183 - Junções em T ligadas aos manômetros de pressão.

Fonte: (JANSSON; BOSTROM, 2010).

Antes de iniciar o ensaio, foram registradas leituras de pressão de aproximadamente 0,1 Mpa, resultantes do processo de preenchimento do óleo de silicone nos tubos de pressão, já que para fechar o sistema usaram um parafuso na junção T que conduziu a um leve aumento na pressão que consideraram como insignificante para o processo de fragmentação, informando que essa pré-pressão no sistema era muito pequena em comparação com a resistência à tração do concreto (JANSSON; BOSTROM, 2010).

B.7 Ensaio de Phan

Foram realizados 18 experimentos de pequena escala para estudar o efeito de diferentes fatores tais como a relação água cimento (w/c), condições de cura e a adição de diferentes quantidades e tamanhos de fibras de polipropileno na geração de pressão de vapor nos poros e no lascado explosivo de concreto civil em altas temperaturas; e também para fornecer dados que possam ser utilizados na validação de modelos matemáticos de predição de pressão e lascado no aquecimento de concreto (PHAN, 2007).

O autor preparou 20 corpos de prova de HSC em forma de prisma retangular de 200x200x100 mm, que foram aquecidos por convecção num forno elétrico programável com diferentes taxas de aquecimento, 300°C/hr ou 1500°C/hr até atingir o lascado

explosivo ou a temperatura de 600°C com um tempo máximo de ensaio de 5 horas. Os corpos de prova foram aquecidos em uma de suas fases e isolados nas fases restantes para obter um fluxo térmico unidirecional como mostra a Figura 184, tentando replicar a condição de uma parede exposta a fogo (PHAN, 2008).

Figura 184 - Configuração do experimento para aquecimento de concreto de Phan.

Fonte: Adaptado de (PHAN, 2008).

Foram utilizadas sondas de pressão (tipo C, do capítulo 4.2) feitas com tubo de aço inoxidável com diâmetro interno de 1,6 mm. Num extremo dos tubos foi soldado um copo para segurar um filtro de metal poroso em forma de disco com 1,0 mm de espessura e duas opções de diâmetro, de 6,0 mm ou de 12 mm como mostra a Figura 185 (PHAN, 2008).

Antes da moldagem, as sondas foram colocadas dentro do molde a profundidades de 25, 50 e 75 mm em relação à face aquecida do corpo de prova; no outro extremo foram ligadas a transdutores de pressão em miniatura com capacidade de 0 a 6,89 MPa e incerteza de $\pm 1\%$. Todo o sistema de detecção de pressão, copo com filtros, tubo e transdutor foram preenchidos ao vácuo com óleo de silicone de alta temperatura para facilitar a transferência da pressão gerado nos poros até o mini transdutor. O sistema de medição de pressão foi calibrado para garantir as leituras fora do corpo de prova.

Figura 185 – Sondas para transmissão de pressão com filtros de diferentes dimensões.

Fonte: (PHAN, 2008)

Para medir temperaturas, foram colocados termopares tipo K ao lado dos filtros das sondas de pressão para obter leituras nas mesmas coordenadas, e na face aquecida e na face fria dos corpos de prova para obter os gradientes de temperatura através de toda a espessura do corpo de prova, como mostra a Figura 186.

Figura 186 – Montagem mostrando a posição dos manômetros e termopares.

Fonte: Adaptado de (PHAN, 2008).

Os fios de termopares e transdutores de pressão foram conectados ao sistema de aquisição de dados para registro de pressão e temperatura. A maior pressão medida foi de 2,1 MPa, na profundidade de 25 mm, em uma amostra sem fibras de polipropileno que fragmentou de forma explosiva (PHAN, 2008).

Em seus artigos não foram encontrados detalhes de soluções a complicações para medir pressão, nem qual das duas opções de diâmetros dos filtros das sondas deu melhores resultados; tampouco informou a marca do óleo utilizado nem sua máxima temperatura de resistência, nem como foi colocado de forma horizontal sem escorregar.

B.8 Ensaio de Tanibe *et al.*

Foi montada uma configuração em pequena escala para monitorar simultaneamente a temperatura, a pressão, as tensões termomecânicas e o lascado numa amostra de concreto civil sujeito a uma condição de restrição, para determinar qual processo influi mais no lascado: se o termo mecânico ou o termo hídrico (TANIBE *et al.*, 2011).

Preparou vários corpos de prova cilíndricos com 284 mm de diâmetro e 100 mm de altura, contidos dentro de dois anéis de aço de 300 mm de diâmetro externo, 50 mm de altura e 8,0 mm de espessura cada um. Para medir a pressão de vapor instalou duas sondas (tipo E do capítulo 4.2) de aço inoxidável com diâmetro interno de 2,0 mm, moldadas no concreto nas profundidades de 10 e 20 mm e conectadas a um mini transdutor de pressão (capacidade de 0 – 10 MPa), localizado no extremo de fora, como mostra a Figura 187. As sondas e o sensor foram preenchidos de óleo hidráulico. Para o perfil de temperaturas internas moldou seis termopares tipo K na região central em distâncias de 5, 10, 20, 30, 40 e 50 mm da superfície inferior que foi aquecida com a curva de incêndio RABT 30²¹.

Figura 187 – Montagem com cilindro de concreto restrito com anéis de aço.

Fonte: Adaptado de (TANIBE *et al.*, 2014).

Foram monitoradas as deformações termomecânicas registrando as deformações do anel de aço com dois extensômetros ligados à superfície externa. O lascado foi avaliado medindo sua profundidade na área exposta ao fogo e monitorando o momento da

²¹ A curva padrão RABT 30 simula um incêndio forte. Atinge 1200°C em 5 minutos, fica nessa temperatura durante 30 minutos e durante os 110 minutos posteriores esfria gradativamente até a temperatura ambiente.

ocorrência durante o teste. Nos ensaios aconteceu lascado explosivo entre o quarto e décimo minuto do aquecimento, com dano severo na amostra, com um valor da pressão de vapor de 0,1 MPa na posição a 10 mm da superfície aquecida. Concluíram que em condições de restrição, o estresse térmico poderia ser predominante (TANIBE *et al.*, 2014).

B.9 Ensaio de Bangi e Horiguchi

Motivados pelas diferenças nas montagens, pelos resultados inconsistentes reportados por diferentes pesquisadores e pela falta de consenso sobre os fatores que influenciam a ocorrência de lascas explosivas, os autores estudaram o efeito de diferentes taxas de aquecimento no lascado explosivo de concreto civil HSC e analisaram três diferentes arranjos de sondas para determinar qual seria a mais efetiva para medir a pressão de vapor. Posteriormente, estudaram o efeito do uso de fibras na composição do concreto para mitigar o lascado (BANGI; HORIGUCHI, 2011).

Prepararam amostras de pequena escala de formato cilíndrico com diâmetro de 175 mm e altura de 100 mm com diferentes composições de concreto civil e diferentes adições de fibras poliméricas e metálicas; a cura foi regulada em tempos e condições dentro de um tanque com mistura de água saturada com calcáreo para obter amostras com umidade homogênea.

Figura 188 – Montagem do dispositivo experimental TPM com amostra cilíndrica.

Fonte: Adaptado de (BANGI; HORIGUCHI, 2012).

Utilizaram aquecimento radiativo controlado por computador, com aquecedor de 500 W colocado 10 mm acima do corpo de prova, cobrindo toda sua superfície superior e isolando as laterais com fibra cerâmica para garantir uma carga térmica quase unidirecional como mostra a Figura 188 (BANGI; Horiguchi, 2012).

As sondas para transmissão e medição de pressão dos poros colocadas no centro do corpo de prova foram feitas de tubo de metal com diâmetro interno de 1,5 mm (não reportaram o diâmetro externo). Utilizaram três diferentes arranjos: o primeiro tinha num extremo um copo e filtro de metal sinterizado em formato de disco com diâmetro de 12 mm e espessura de 4 mm com tamanho de poros de 2 μm ; o segundo arranjo somente tinha o copo, sem o filtro; e o terceiro arranjo foi o tubo simples, como mostra a Figura 189.

Figura 189 – Três diferentes arranjos de sondas de pressão.

Fonte: Adaptado de (BANGI; Horiguchi, 2011).

Antes do aquecimento, preencheram as sondas com óleo de silicone com temperatura de queima de 315°C e expansão térmica de 0.00095 $\text{cm}^3/\text{cm}^3/^\circ\text{C}$, utilizando uma seringa e posteriormente inserindo um fio fino dentro do tubo para eliminar bolhas de ar no interior. O extremo das sondas que saía do corpo de prova foi ligado a transdutores de pressão ligados a um leitor eletrônico de dados.

Para determinar qual é o arranjo de sonda mais eficiente para a medição de pressão nos poros, fizeram ensaios colocando os três diferentes arranjos num corpo de prova de concreto comum na mesma profundidade de 30 mm, primeiro sem colocar óleo de silicone (ou seja, utilizando ar como meio de transmissão) e depois com óleo. Reportaram consideráveis diferenças nas leituras de pressão obtidas com os diferentes arranjos e que o primeiro arranjo (tipo C do capítulo 4.2, sem o termo inserido) com óleo de silicone deu a maior leitura de pressão, de aproximadamente 6,0 MPa na taxa de 10°C/min.

Para medir temperaturas internas, colocaram do lado de fora das sondas de pressão, próximo a elas e até o ponto de medição, termopares tipo K de 0,65 mm de diâmetro protegidos com fibra de vidro. Adicionalmente, colocaram outro termopar para monitorar a temperatura da superfície aquecida do corpo de prova, como mostra a Figura 188.

Após determinar o tipo de sonda mais conveniente, os seguintes ensaios foram realizados com essa sonda e utilizada alguma dentre três diferentes taxas de aquecimento: Lento com 5°C/min até atingir 600°C e ficar nessa temperatura por 2 hr; ou moderado com 10°C/min até 600°C e ficar nessa temperatura por 3 hr; ou relativamente rápido preaquecendo até 800°C e depois introduzindo o corpo de prova para receber um choque térmico e ficar nessa condição por 4 hr.

Para cada um desses ensaios moldaram três sondas em profundidades de 10, 30 e 50 mm com relação à face aquecida e testaram com os diferentes tipos de composições do concreto, confirmando a eficácia das fibras de polipropileno para reduzir a pressão e minimizar o risco de lascado (BANGI; HORIGUCHI, 2012). As medições de pressão dos concretos sem fibras na composição tiveram valores entre 2,0 e 4,0 MPa aproximadamente, e utilizando fibras entre 0,8 e 1,0 MPa.

Não foram reportados detalhes de complicações nem soluções para obter leituras de pressão; no esquema da montagem do sistema apresentaram um dispositivo para medição de massa, porém não comentaram sobre resultados relativos à variação de massa.

B.10 Ensaio de Ye *et al.*

Foi desenvolvido um sistema de escala média para o monitoramento simultâneo de temperaturas e pressões de vapor nos poros, para correlacionar com o conteúdo inicial de umidade, a distribuição do tamanho de poros e a formação da microestrutura em concreto civil com o intuito de discutir as possibilidades de prevenção do lascado em concreto.

Prepararam nove corpos de prova com formato de paralelepípedo de 300 x 300 x 150 mm com SCC e HPC, com diferentes relações w/c, com e sem fibras de polipropileno, curados com condições controladas de temperatura e umidade com 1 mês em 20°C e 100% RH e depois 20°C e 65% RH. Também prepararam amostras de pequena escala com mesmas composições e condições, para estudar a microestrutura e porosidade.

A pressão e a temperatura foram medidas com sensores e termopares que eles mesmos desenvolveram e colocados antes da moldagem com profundidades de 10, 20 e 30 mm, como mostra a figura Figura 190 (YE; DE SCHUTTER; TAERWE, 2011).

Figura 190 – Montagem da preparação do corpo de prova, termopares e sondas.

Fonte: Adaptado de (YE; DE SCHUTTER; TAERWE, 2011).

Posicionaram todos os corpos de prova numa parede de refratário de 3000x3000x200 mm com janelas de 300x300 mm com uma distância de 300 mm cada uma, como mostra a figura Figura 191. O aquecimento foi conforme a curva ISO 834 durante 90 minutos; nos primeiros 30 minutos do aquecimento, os corpos de prova foram retirados do forno para revisar visualmente a ocorrência de lascado nas faces aquecidas.

Figura 191 – Sensores de pressão e termopares saíndo pela janela do forno.

Fonte: (YE; DE SCHUTTER; TAERWE, 2011).

Os maiores valores de pressão foram registrados entre o oitavo e vigésimo quinto minutos do aquecimento, dependendo do tipo de concreto, sua adição de fibras e idade de cura. O maior valor de pressão detectado foi de 2,52 MPa a 20 mm de profundidade numa amostra de HPC com 3 meses de cura.

Os autores realizaram em paralelo o estudo da microestrutura com amostras pequenas do mesmo concreto medindo a porosidade e a distribuição de poros.

Reconheceram que a pressão interna de vapor é extremamente difícil de medir porque depende de vários fatores como a taxa de aquecimento, o tipo de concreto, a condição de umidade do concreto e a microestrutura da matriz (YE; DE SCHUTTER; TAERWE, 2011). Porém, não comentaram sobre detalhes das dificuldades na instalação nem soluções adotadas para conseguir as medições e tampouco reportaram detalhes do arranjo, dimensões e tipo de sondas, uso de filtro, óleo ou tipo de sensor transdutor.

B.11 Ensaio de Debicki, Hanishe e Delhomme

Desenvolveram uma montagem simples com um corpo de prova de pequena escala para detectar a tendência ao lascado explosivo de concreto civil com e sem fibras de polipropileno, com dois diferentes métodos de cura e também estudaram o efeito do tamanho do corpo de prova no fenômeno (DEBICKI; HANISHE; DELHOMME, 2012).

Prepararam vários corpos de prova com diferentes composições de concreto civil em formato esférico, com três diferentes dimensões de diâmetro, 120, 180 ou 240 mm. Colocaram pontas de termopares em dois extremos de cada esfera de concreto e no interior da massa ao centro.

Também colocaram dentro da esfera uma sonda de pressão (tipo A do capítulo 4.2) feita de tubo com 2,0 mm de diâmetro interno (não informaram o diâmetro externo); e para diminuir o volume de ar dentro do tubo, introduziram uma barra de maciço de 1,5 mm de diâmetro, de forma que a seção de ar era de aproximadamente $1,37 \text{ mm}^2$. O tubo saía da esfera e do forno elétrico e era ligado a um sensor de pressão, como mostra a Figura 192.

Utilizaram uma taxa de aquecimento de $5^\circ\text{C}/\text{min}$ e observaram que o lascado explosivo acontecia aproximadamente aos 400°C , sendo mais violento nas esferas de menor diâmetro (DEBICKI; HANISHE; DELHOMME, 2012).

Comentaram que os dispositivos para medição da pressão precisam ser melhorados e completados para obter valores de pressão com diferentes raios da esfera. Não forneceram maiores detalhes a respeito das dimensões, do material utilizado no tubo, da barra da sonda, sobre problemáticas havidas, soluções para medição de pressões e o tipo de sensor utilizado na parte de fora para o registro das pressões. A máxima pressão reportada por esse sistema foi de 3,5 Mpa, numa amostra com diâmetro de 120 mm.

Figura 192 – Montagem com corpo de prova esférico.

Fonte: Adaptado de (DEBICKI; HANISHE; DELHOMME, 2012).

B.12 Ensaio de Nguyen

Nguyen (2013) desenvolveu uma montagem em grande escala para estudar as transferências de calor e massa acopladas através da medição das temperaturas internas e da superfície das pressões de vapor; e da variação de massa durante o aquecimento de corpos de prova preparados com dois diferentes tipos de concreto civil, comum e HPC, com formato cilíndrico, de diâmetro de 600x600 mm.

Para medir simultaneamente a pressão e temperatura no mesmo ponto foram desenvolvidas três sondas (tipo B do capítulo 4.2) feitas com tubo de aço inoxidável com diâmetro interno de 1,6 mm. Numa extremidade de cada tubo fixou-se um filtro de material poroso sinterizado com forma de tampa cilíndrica (diâmetro 12,5 mm e altura 24,2 mm). Na outra extremidade foi conectada a uma conexão em T, onde foi inserido um termopar tipo K até o final da sonda para poder medir a temperatura e a pressão no mesmo ponto. Pelo outro lado, a conexão em T foi ligada a um sensor captador de pressão, como mostra a Figura 193. O termopar dentro da sonda também serviu para reduzir o volume interior do tubo e ajudar na transmissão de pressão (NGUYEN, 2013).

Figura 193 – Sistema para medição simultânea de temperatura e pressão.

Fonte: Adaptado de (NGUYEN, 2013).

O molde em forma de cilindro foi montado com estas três sondas de pressão-temperatura com os outros quatro termopares; no total foram sete instrumentos instalados na mesma profundidade em relação à face inferior do corpo de prova e posicionados todos em linha à mesma distância de 100 mm cada um, começando num extremo da face externa do cilindro até o outro extremo ao longo do diâmetro, como mostra o esquema da Figura 194 (a) e o molde antes de colocar o concreto na Figura 194 (b).

Figura 194 - (a) Diagrama de medidores e termopares; (b) molde.

Fonte: (NGUYEN, 2013).

O autor justificou o uso de amostras cilíndricas de grandes dimensões pelo espaço necessário para colocar as sondas; já que era desejável realizar três medições de pressão ao longo do raio do corpo de prova e os filtros de material sinterizado tinham um tamanho

considerável. A escolha de uma amostra pequena teria a consequência de tornar o filtro muito invasivo para as medições de pressão que não seriam independentes, porque as transferências termo hídricas no concreto seriam modificadas (NGUYEN, 2013).

Para preparar os corpos de prova foi utilizado um misturador com capacidade de 300 litros e potência de 5,5 kW. Foi necessário um volume total de 250 litros de concreto fresco para a fabricação de uma amostra, como mostra a Figura 55.

O aquecimento foi realizado com um forno elétrico controlado por um programador EURO THERM como mostra a Figura 195 (a); os termopares, os sensores de pressão e o sensor de força foram ligados ao registrador de dados automático HP 323; as medições recebidas pelo painel de controle foram gravadas num computador. A Figura 195 (b) mostra o cilindro suspenso do dinamômetro TC4 com capacidade de uma tonelada e precisão de 0,5%. A Figura 195 (c) mostra a montagem do dispositivo completo.

Figura 195 – Sistema de grande escala para medições de PTM.

Fonte: Adaptado de (NGUYEN, 2013).

A taxa de aquecimento foi de $0,1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ até a temperatura de 600°C com patamar constante nessa temperatura durante 24 hr e depois esfriamento natural com forno fechado até atingir o equilíbrio na temperatura ambiente. A taxa de aquecimento conservadora foi escolhida para poder observar as transferências de calor e água sem risco de lascado no concreto. Conforme o autor, quanto maior o tamanho da amostra, maior o risco de lascado. O patamar de temperatura constante permitiu estabilizar as temperaturas e a perda de massa do corpo de prova (NGUYEN, 2013).

Antes de iniciar o aquecimento foi verificada a calibração do dinamômetro. Após a cura sob condições e tempo controlados, o corpo de prova seguiu o procedimento descrito no Quadro 14. Para gerar dados estatísticos, o ensaio foi repetido duas vezes para cada composição de concreto.

Quadro 14 - Descrição do procedimento experimental.

Ilustração	Descrição
Desmoldagem do corpo de prova. Marcação de termopares e sensores de pressão.
Colocação do corpo de prova no suporte de metal em forma de cesto. Instalação do sistema de suspensão.
Colocação do corpo de prova e do suporte de metal dentro do forno.
Conexão dos sensores de pressão e dinamômetro à unidade de aquisição automática de dados.
Conexão dos termopares à unidade de aquisição automática de dados.
Registro automático das medições de temperatura, pressão e variação de massa.
Saída do corpo de prova após aquecimento. Análise do lascado.

Fonte: Adaptado de (NGUYEN, 2013).

Também foram efetuados testes com amostras cilíndricas de pequeno tamanho (160 x 320 mm) que sofreram lascados explosivos quando aquecidas a 1°C/min; porém, que não mostraram nenhuma instabilidade térmica quando aquecidas a 0,1°C/min.

As leituras de temperatura, pressão de vapor nos poros e perda de massa foram registradas em intervalos de 15 minutos. A maior pressão registrada foi de 1,9 MPa.

B.13 Ensaio de Ozawa *et al.*

Montaram um sistema de escala média para investigar os mecanismos por trás do lascado explosivo e testar a eficácia de diferentes fibras de polipropileno em concreto civil através do monitoramento da relação entre a pressão de vapor dos poros e as temperaturas com a umidade e a emissão acústica (OZAWA *et al.*, 2012).

Prepararam corpos de prova de HPC com formato de prisma retangular com dimensões 400 x 400 x 100 mm. Utilizaram um forno elétrico com potência de 56kW para impor uma forte taxa de 20°C/min cobrindo toda a superfície inferior do corpo de prova. Antes do aquecimento mediram a distribuição de umidade dentro do corpo de prova, colocando seis sensores cerâmicos de umidade relativa como mostra a Figura 196.

Figura 196 – Instrumentos para medição de pressão, temperatura e emissão acústica.

Fonte: (OZAWA *et al.*, 2012).

Para medir a pressão nos poros, colocaram quatro ou cinco sondas (tipo E do capítulo 4.2) de tubo de aço com diâmetro interno de 2,0 mm, preenchidas com óleo hidráulico, a uma distância de 8, 10 e 20 mm em relação à superfície inferior aquecida e pelo extremo exterior, ligadas a mini transdutores de pressão com capacidade de 0 a 10 MPa. Para monitoramento de temperaturas, colocaram termopares tipo K no centro do corpo de prova a diferentes profundidades como mostra a Figura 197. Para medir as emissões acústicas, utilizaram transdutores de som. Os instrumentos foram ligados a uma central de aquisição de dados. Antes do aquecimento, os transdutores de pressão foram calibrados. A máxima leitura de pressão reportada foi de 4,7 MPa (OZAWA; MORIMOTO, 2014).

Figura 197 – Vista superior e lateral do forno, corpo de prova, termopares e sondas.

Fonte: (OZAWA; MORIMOTO, 2014).

Não informaram sobre a máxima temperatura de resistência do óleo e nem sobre o tipo de transdutores ou sensores de pressão utilizados. Tampouco descreveram detalhes de complicações ou soluções para a obtenção de medidas de pressão.

B.14 Ensaio de Toropovs

Desenvolveram uma montagem em pequena escala com radiografia de nêutrons para monitorar o comportamento da distribuição de umidade no interior do concreto civil aquecido e comparar com medições simultâneas de temperatura e pressão interna para obter uma melhor compreensão dos mecanismos por trás do lascado e fornecer dados que possam revelar a formação da obstrução de umidade e servir para a validação de modelos numéricos (TOROPOVS *et al.*, 2015).

Prepararam 16 corpos de prova de HPC com diferentes composições, com e sem fibras de polipropileno, com dimensões de 100x100x25 mm que foram isolados contra perda de umidade e calor em todas as faces, exceto a face inferior de 100 x 25 mm que foi colocada sobre uma chapa para aquecimento elétrico por condução rápida de 20 a 550°C em 12 minutos, mantendo essa temperatura durante 2hr. Uma face de 100x100 mm foi exposta ao feixe de nêutrons. Para poder empatar a posição do corpo de prova com o emissor de nêutrons, abaixo do corpo de prova foi colocado um bloco de cobre para ficar na posição certa e conduzir a temperatura, como mostra a Figura 198, embolta tenha sido colocado isolante no bloco para evitar perdas de calor lateral. Para proteção dos equipamentos em caso de explosão, o corpo de prova foi colocado dentro de uma caixa de alumínio de contenção.

Figura 198 - Amostra com termopares e sensores sobre chapa de aquecimento.

Fonte: (TOROPOVS *et al.*, 2015).

Dentro dos corpos de prova, foram colocadas a 10 e a 35 mm de distância da face aquecida, duas sondas (tipo B do capítulo 4.2, mas, em posição horizontal) de tubo de aço com diâmetro de 2,0 mm com filtro de aço sinterizado de diâmetro de 5,0 mm num dos extremos, coberto com cimento de alta densidade para evitar a entrada de cimento durante a moldagem. Justo antes do ensaio, as sondas foram preenchidas com óleo de silicone e foram inseridos termopares para medir no mesmo ponto e reduzir o volume de ar.

Para monitorar as temperaturas, colocaram sete termopares tipo K com diâmetro de 0,2 mm com distâncias de 5, 15, 25, 45, 55, 65, e 95 mm em relação à face aquecida, como mostra a Figura 199.

Figura 199 – Montagem do molde com sensores de pressão e termopares.

Fonte: (TOROPOVS *et al.*, 2015).

Assim, reportaram que as amostras sem fibra sofreram lascado explosivo contrariamente àquelas com combinações de fibras. Informaram ainda, que as comparações entre os perfis de umidade obtidos com as imagens de radiografia de nêutrons e o desenvolvimento das pressões permitiram inferir que o pico de pressão acontece na frente da secagem (TOROPOVS *et al.*, 2015)²².

B.15 Ensaio de Zhanmin

Desenvolveram uma montagem de escala média com forno de aquecimento unidirecional para estudar o comportamento do lascado em concreto refratário e a relação com sua resistência à tração (ZHANMIN *et al.*, 2015).

Prepararam corpos de prova de concreto refratário com ligante composto por 3% CAC e 3% de Silica fume com formato de paralelepípedo e dimensões de 350x350x150 mm, isolado em todas as faces exceto na face inferior que foi aquecida por resistências elétricas com uma taxa rápida e controlada de 10°C/min até os 600°C e mantendo essa temperatura até o final dos ensaios. O sistema é mostrado na Figura 200.

Durante o aquecimento mediram a pressão interna do vapor e a temperatura em diferentes posições internas dos corpos de prova. Por outra parte, com amostras de menor

²² Nikolajs Toropovs publicou documento audiovisual na *EmpaChanel* onde mostra o lascado explosivo e parte dos equipamentos do ensaio. EMPACHANEL. **The big bang: explosion of heated concrete.** Disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=NxJPX0lssIQ>. Acesso em 26 mai. 2019.

tamanho realizaram ensaios para determinar a resistência à tração do mesmo concreto seco em diferentes temperaturas (ZHANMIN *et al.*, 2015).

Figura 200 - Montagem do dispositivo para aquecimento unidirecional.

Fonte: (ZHANMIN *et al.*, 2015).

Utilizaram sondas para medição de pressão de vapor, colocadas horizontalmente, de forma paralela à face aquecida (tipo E do capítulo 4.2), compostas de tubo de aço inoxidável com diâmetro interno de $7,5 \pm 0,5$ mm e diâmetro externo de 12 mm. Para medir a temperatura inseriram termopares tipo K ao longo das sondas até o extremo que se encontrava a 175 mm de profundidade no corpo de prova. No outro extremo, as sondas foram ligadas a sensores de pressão e posteriormente, junto com os termopares, foram ligados a um sistema de aquisição de dados (ZHANMIN *et al.*, 2015).

Numa face lateral do molde, furaram cinco orifícios para introduzir as sondas de transmissão de pressão em diferentes posições, com alturas de 40, 60, 80, 100 e 120 mm em relação à face aquecida, conforme mostrado na Figura 201. Os orifícios foram equipados com parafusos de fixação e gaxetas de vedação para evitar vazamentos e a perturbação entre os tubos. Não informaram se utilizaram filtro na ponta das sondas. Não utilizaram óleo, pelo que o meio de transmissão da pressão foi ar, com o qual conseguiram medir pressões de até 3,78 MPa.

Figura 201 – Vista lateral do molde com a posição dos furos para a entrada das sondas.

Fonte: (ZHANMIN *et al.*, 2015)

Não descreveram complicações, nem soluções para conseguir as medições de pressão, porém, fizeram comparações com a curva da pressão de saturação, reportando que nas temperaturas correspondentes a $P_s(T)$, as pressões medidas nos ensaios eram menores. Explicaram que isso foi devido as sondas formarem parte de uma mudança de estrutura local que introduz erros. Primeiramente porque uma parte da sonda se encontra fora do corpo de prova gerando um gradiente de temperatura na sonda que resulta em valores de pressão de vapor diferentes nas diferentes posições; segundo, as sondas estão ocas, ocupando espaço; durante o aquecimento, o vapor gerado na área preenche os tubos de forma adiantada, criando um corpo isobárico conectado, pelo que a pressão de vapor medida é menor que a pressão real (ZHANMIN *et al.*, 2015).

B.16 Ensaios de Fey *et al.*

Fey *et al.* (2016) desenvolveram montagens experimentais para estudar o comportamento das temperaturas e pressões internas na secagem do concreto refratário e um modelo matemático para determinar curvas de secagem melhoradas para reduzir o tempo da operação de forma segura.

Devido aos resultados pouco reproduzíveis da medição de pressão encontrados na literatura e a sua falta de consistência foi desenvolvida uma sonda (tipo E do capítulo 4.2) com um novo tipo de filtro, que foi utilizado em um dispositivo de escala média no laboratório e posteriormente em experimentos de grande escala na indústria. Os dados resultantes foram utilizados para a validação do modelo matemático (FEY *et al.*, 2016).

Fizeram as sondas de tubo de metal com diâmetro externo de 6,0 mm e interno de 2,0 mm; em um extremo foi segurado um filtro feito com chapas de metal sinterizado de 40x40x2mm com permeabilidade intrínseca de 10^{-12}m^2 , muito maior que a permeabilidade dos concretos que testaram, na faixa dos 10^{-15}m^2 aos 10^{-18}m^2 , como mostra a Figura 202 na esquerda (FEY *et al.*, 2016).

Figura 202 – Esquerda: Filtro segurado no tubo. Direita: Interior da sonda.

Fonte: (FEY *et al.*, 2016) e (FEY, 2015).

Para medir temperaturas e pressões no mesmo ponto, introduziram termopares tipo K com precisão de $\pm 2^\circ\text{C}$ ao longo do tubo, o que também serviu para diminuir o volume de ar dentro das sondas, ficando em aproximadamente $2,8 \times 10^{-7}\text{m}^3$. A Figura 202 direita mostra um esquema da ponta da sonda onde, preto: tubo; verde: termopar; amarelo: adesivo; azul: metal sinterizado; cinza: concreto; linhas vermelhas: fluxo do vapor.

Colocaram as sondas e os filtros de forma horizontal, paralela à superfície aquecida para mantê-los numa isoterma e num plano isobárico e assim evitar esfriamentos e a condensação de vapor de água dentro da sonda. O extremo exterior dos tubos foi ligado a um sensor de pressão com capacidade de 1 a 20 bar com precisão de $\pm 0,05$ bar (FEY *et al.*, 2016).

Para os ensaios em escala média, prepararam corpos de prova de concreto refratário sílico-aluminoso, em forma de paralelepípedo, com dimensões de 300x300x120 mm; com conteúdo de CaO < 3,7 % e 5,0 % de água curado sem cobertura durante 24 hr em condições ambientais (FEY *et al.*, 2016).

Toda a face superior do corpo de prova foi aquecida radiativamente com resistências elétricas de 20 kW colocadas a uma distância de 20 mm com controlador PI de potência programado de acordo com as curvas de secagem (FEY *et al.*, 2016). Com o intuito de gerar uma condição de fluxo unidirecional na direção vertical, as faces laterais foram isoladas termicamente com cerâmico de condutividade 0,07 W/mK.

Colocaram cinco pontos para a medição simultânea de temperatura e pressão em profundidades de 24, 42, 60, 78 e 95 mm em relação à superfície aquecida e dois pontos para medição exclusiva de temperatura no topo e ao fundo, com profundidades de 7 e 113 mm como, mostra a Figura 203.

Figura 203 – Montagem de sondas e termos no corpo de prova.

Fonte: Adaptado de (FEY *et al.*, 2017).

A Figura 204 mostra a montagem do molde, sensores e corpo de prova para o ensaio: (a) Montagem da placa base e as placas laterais limpas do molde com cinco sondas de pressão/temperatura e dois termopares inseridos um acima do outro com alinhamento plano-paralelo exato das chapas de metal sinterizado com a placa da base do molde. O interior do molde foi levemente coberto com óleo de girassol, cuidando de não colocar óleo nos tubos para evitar falta de aderência entre o tubo e o concreto. Finalmente, hastes de solda são inseridas nas aberturas dos sensores de pressão. Se a placa de metal sinterizada se soltar durante o subsequente preenchimento do molde, a haste impede que o concreto entre no tubo e, assim, impossibilitasse a medição da temperatura. O molde foi preenchido manualmente para que as posições do sensor não se afastem mais de 2,0 mm da posição desejada. (b) Molde com sensores e corpo de prova em processo de cura. (c) Bloco desmoldado e desligado com as sondas pendentes, após 18 ou 24 hr de cura. Ao usar o óleo de girassol foi mais fácil liberar o bloco do molde. (d) Base do suporte de teste de laboratório. (e) Tijolos isolantes pressionados com cunhas contra o bloco de concreto, para garantir um isolamento uniforme. (f) A superestrutura do banco de ensaio suportando o aquecedor radiativo isolado em todos os lados colocado centralmente acima do bloco de concreto e parafusado na base (FEY, 2015).

Figura 204 – Procedimento de moldagem e instrumentação do corpo de prova.

Fonte: (FEY, 2015).

Nos ensaios de escala média, utilizaram duas curvas de aquecimento: a primeira com uma taxa de 60°C/hr sem patamar até a temperatura máxima de 700°C ; e na segunda utilizaram uma taxa inicial de aquecimento de 75°C/hr até 200°C , iniciando aí um patamar com incremento leve de temperaturas aproximadamente 5°C/hr durante aproximadamente 7 horas, quando assumiram que o bloco estava seco, depois outro período de aquecimento forte com 75°C/hr para terminar com uma temperatura de 700°C na superfície. Não fizeram medições de perda de massa porque essa variável não poderia ser comparada com um modelo matemático unidimensional como aquele que eles desenvolveram. O valor de pressão máximo médio estatístico que reportaram foi de 1,8 MPa (FEY *et al.*, 2016).

Além dos testes de laboratório também foram realizados testes em grande escala, na indústria, com espécimes de geometrias diferentes e aquecimento convectivo para pesquisar o efeito do tempo de cura no aumento da pressão durante a secagem.

Utilizaram um forno com dimensões internas de aproximadamente 2500 x 1800 x 5000 mm (L x A x P), com queimadores de gás. Os sensores foram conduzidos para fora através da parede do forno com aproximadamente 200 mm de espessura.

Para uma primeira série de ensaios utilizaram blocos em forma de paralelepípedo com dimensões de 400 x 400 x 250 mm (FEY, 2015). E para uma segunda série de ensaios utilizaram perfis em “L” com três camadas de diferente composição com comprimentos de pernas de aproximadamente 1000 mm e profundidade de 1500 mm, como mostra a Figura 205, onde os pontos em vermelho representam a medição simultânea de pressão e temperatura e os pontos em verde, medição somente de temperatura em posições de 50, 100, 150, 200, 250, 293, 335 e 400 mm; colocaram sempre dois sensores à mesma distância da superfície aquecida (FEY *et al.*, 2017).

Figura 205 - Fotografia do perfil em “L” aquecido em forno na indústria.

Fonte: (FEY *et al.*, 2017).

A preparação das amostras diferiu das utilizadas nos testes de laboratório, pois foi realizada por trabalhadores qualificados conforme o método industrial, com betoneira e vibrador com mangote; adicionaram água no terço superior da faixa permitida pelo fabricante. Utilizaram diferentes taxas de aquecimento, de 20 e 60°C/hr, obtendo uma pressão máxima de 1,35 MPa. A Figura 206 mostra (a) perfil “L” antes do aquecimento inicial, a linha vermelha é o curso qualitativo de uma isoterma. (b) Perfil “L” após o aquecimento inicial com a linha vermelha mostrando o curso da superfície da fratura.

Nos testes na indústria houve várias dificuldades. Inicialmente, os sensores falharam na instalação porque quando o concreto era despejado no molde ou vibrado, as chapas de metal sinterizado se desprendiam. À medida que o comprimento da aresta aumentava, existia maior risco de o metal sinterizado dobrar durante a moldagem, o que poderia falsificar bastante os resultados da medição (FEY *et al.*, 2017).

Realizaram uma grande quantidade de experimentos para investigar de forma sistemática os erros de medição de pressão menores do que aqueles esperados. Fizeram vários experimentos com a mesma curva de aquecimento para detectar trincas entre as sondas e o concreto. Fizeram testes de vazamento ocasionado por trincas, desligando o sensor da sonda e introduzindo ar a pressão no tubo e utilizando spray detector de fugas, encontrando que o ar saía pelas superfícies superior e inferior, mas não pela interface entre o tubo e o concreto.

Figura 206 – (a) Montagem em escala grande. (b) Amostra após ensaio.

Fonte: (FEY, 2015).

Para evitar erros pelo posicionamento das sondas uma acima da outra na direção vertical, como mostra a Figura 204 (a), colocaram as chapas sinterizadas em diferentes posições, de forma excêntrica para evitar sobreposição e recorrendo o termopar superior.

Identificaram que a quantidade de sondas não afetava a medição das pressões, pois experimentos com somente um sensor mostraram a mesma pressão na mesma posição comparados com ensaios realizados com cinco sensores.

Revisaram possíveis erros pelo volume de vácuo das sondas, testando com diferentes dimensões de tubo entre 200 e 300 mm de largura e termopares com diâmetros de 1,5 e 2,0 mm sem encontrar diferenças importantes.

Aconteceram explosões com diferentes espécimes, reportando que provavelmente a alta pressão tenha sido a causa (FEY, 2015).

B.17 Ensaios de Felicetti e Lo Monte

Felicetti e Lo Monte (2013) realizaram vários ensaios em escala pequena para determinar o efeito da pressão de vapor nos poros na resistência mecânica do concreto, assim como o papel da taxa de aquecimento, a composição e o uso de fibras nos valores máximos de pressão.

Prepararam amostras de concreto civil em moldes de plástico cúbicos com aresta de 100 mm, com diferentes conteúdos de água e tempo de cura maior de 60 dias em sacos plásticos para preservar a umidade.

Para induzir fluxos térmicos e de fluxos de massa (vapor) unidirecionais, aqueceram com duas resistências que colocaram em contato com faces opostas da amostra, como mostra a Figura 207. Para garantir um aquecimento simétrico até o plano médio da amostra, os quatro lados restantes foram selados e isolados com folhas de papel alumínio e duas placas de fibra cerâmica com 20 mm de espessura e $\lambda=1,4$ a $5,0 \times 10^{-2}$ W/m°C.

Figura 207 – Montagem do sistema de aquecimento bilateral.

Fonte: Adaptado de (FELICETTI; LO MONTE; PIMIENTA, 2017).

Durante o aquecimento, a temperatura e a pressão foram mensuradas no centro da amostra, como mostra a Figura 208 (a) para investigar o efeito da pressão dos poros na resistência à fratura. Quando a pressão dos poros atingiu o valor máximo, os painéis de isolamento foram removidos e a amostra foi colocada sob uma prensa para realizar um ensaio de fratura ao longo do plano médio da amostra aquecida, veja a Figura 208 (b). Essa operação levou aproximadamente 2 minutos, durante os quais o monitoramento contínuo de pressão e temperatura confirmou uma variação limitada desses parâmetros²³.

²³ Roberto Felicetti publicou o documento audiovisual do ensaio de fratura, disponível em: FELICETTI, R; LO MONTE, F; PIMIENTA, P. **Video of splitting test on a hot concrete cube under 1 MPA pore pressure**. Disponível em:

Figura 208 – Etapas do experimento: (a) aquecimento e (b) ensaio de fratura.

Fonte: Adaptado de (FELICETTI; LO MONTE; PIMIENTA, 2017).

Analisaram um total de 22 amostras, aplicando quatro taxas de aquecimento diferentes: 1, 2, 10 e 120 °C/min, sendo esta última igual à taxa de aquecimento média nos primeiros 4 minutos da curva ISO 834. Quando a temperatura das resistências atingiu 500°C, manteve-se constante (FELICETTI; LO MONTE; PIMIENTA, 2017).

A pressão foi medida com sondas (tipo B do capítulo 4.2) com diâmetro interior de 2,0 mm e cabeça de metal sinterizado com diâmetro de 5 mm e formato de agregado. Foi dada muita atenção à sonda para que não fosse alterada a resposta mecânica do concreto. Por isso, utilizaram tubos de aço curvados para impedir que as sondas repousassem no plano médio do cubo (que é o plano para o ensaio de fratura), veja a Figura 209). Os tubos foram preenchidos com óleo de silicone resistente ao calor e, além disso, foi inserido um termopar para reduzir o volume de ar. Portanto, durante o aquecimento foram monitoradas pressão e temperatura na cabeça da sonda (FELICETTI *et al.*, 2015).

Figura 209 – (a) Sonda tipo C. (b) Sonda tipo B curva. (c) Montagem das sondas.

Fonte: (FELICETTI; LO MONTE; PIMIENTA, 2017).

Felicetti, Lo Monte e Pimienta (2017) não explicaram detalhes de como foram preenchidas as sondas para evitar o possível problema de escorrimento do óleo. Reportaram que as maiores pressões registradas foram obtidas de forma consistente, utilizando a taxa de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$, com um valor máximo registrado de 1,3 MPa. Concluíram que a resistência à fratura mecânica do concreto foi notavelmente afetada pela pressão de gás nos poros.

Ainda reportaram que a vedação mostrou ser essencial. Testaram várias combinações de materiais e a melhor foi quando colocaram resina epóxi resistente à temperatura (DP 760 da marca 3M) nas faces da amostra para colar folhas de alumínio (18 μm de espessura) nas faces não aquecidas e cortadas ao longo do plano de fratura potencial, para evitar qualquer contribuição na resistência para a fratura do cubo; depois os cortes finos foram selados com silicone resistente ao calor, como mostra a Figura 210.

Figura 210 – (a) vedação com alumínio (b) isolamento com fibra cerâmica.

Fonte: (FELICETTI; LO MONTE; PIMIENTA, 2017).

Posteriormente, realizaram ensaios de grande escala (conforme a classificação proposta neste trabalho) para estudar o efeito combinado da temperatura e pressão no lascado explosivo, adicionando outras tecnologias como o pulso ultra-sônico de eco (UPE) para detectar o comportamento do trincado (FELICETTI *et al.*, 2015) e a penetração do solo com radar (GPR) para monitorar a frente de umidade (LO MONTE *et al.*, 2017). Além disso, nas condições de contorno foi adicionada uma carga externa compressiva biaxial controlada (MIAH *et al.*, 2017), como mostra a Figura 211.

Prepararam lajes de concreto civil em forma de bloco 800x800x100 mm com diferentes composições, com e sem fibras de polipropileno e aço, com relação $w/c = 0,36$ aquecidos pela face inferior, com um forno horizontal equipado com um queimador de gás propano e um sistema de controle PI capaz de seguir rigorosamente a curva de incêndio ISO 834 durante 30 minutos, atingindo uma temperatura aproximada de 800°C .

Antes de iniciar o aquecimento, aplicaram uma carga compressiva biaxial de 10 MPa constantes, durante todo o ensaio através de uma armação de contenção de aço soldado onde montaram 8 macacos hidráulicos, como mostra a Figura 211 (a) que foram protegidos do fogo, limitando o aquecimento somente no centro da amostra, numa área de 600x600 mm, como mostra a Figura 211 (b), para manter um aro externo de concreto mais frio, onde fizeram 16 cortes radiais de 100 mm para não afetar a transmissão de carga, veja a Figura 211 (c). O impulso é exercido através de cabeças esféricas e chapas de aço espessas que funcionam como divisores de carga. Cabeças esféricas permitem acompanhar a deformação da laje com rotação dupla nas bordas induzidas por curvatura térmica.

Figura 211 – Forno e armação com macacos hidráulicos e bloco com sensores.

Fonte: Adaptações de (a) (FELICETTI *et al.*, 2015); (b) (MIAH *et al.*, 2017) (c) (LO MONTE; FELICETTI; ROSSINO, 2019) e (d) (LO MONTE; FELICETTI, 2017).

Durante o teste, a pressão e a temperatura foram monitoradas simultaneamente e no mesmo ponto através de sondas PT (tipo B do capítulo 4.2) semelhantes às que utilizaram nos seus ensaios de escala pequena, feitas de tubos capilares curvados de aço com diâmetro interno de 1,5 mm e externo de 2,0 mm com cabeça de metal sinterizado poroso, com óleo de silicone resistente ao calor e com um termopar blindado inserido até a ponta localizada dentro do molde nas distâncias de 10, 20, 30, 40, 50 e 60 mm da face exposta, como

mostra a Figura 212 esquerda; enquanto o comportamento de flexão foi monitorado através 6 transdutores de tensão linear (LVDT) que mediram os deslocamentos verticais na face fria superior. Os transdutores de pressão e conexões ficaram na parte superior externa e fria com $T < 150^{\circ}\text{C}$ que permitiu seu funcionamento, como mostra a Figura 211 (d) e a Figura 212 direita. A máxima pressão de vapor nos poros registrada foi de 2,5 MPa.

Figura 212 – Esquerda: Sonda pressão-temperatura. Direita: Transdutores de pressão.

Fonte: Adaptações de (LO MONTE; FELICETTI, 2017) e (LO MONTE *et al.*, 2017).

Preferiram usar uma técnica com macacos hidráulicos em vez de barras ou tendões para tensão contida porque estes últimos apresentaram variações de carga durante o aquecimento por efeito da tensão térmica (LO MONTE *et al.*, 2017).

A emissão acústica (EA) provou ser bastante eficaz, embora reportassem que foi difícil distinguir entre as micro e as macro fissuras quando acontecia fragmentação, sendo que em vários ensaios as lajes com carga externa colapsaram antes de 30 minutos.

APÊNDICE C – Experimentos nº1, 2, 3 e 4 em pequena escala

Foram realizados vários experimentos em pequena escala com o intuito de testar o funcionamento dos primeiros protótipos de sensores fabricados e dos circuitos eletrônicos da marca CIRCUITAR programados em ARDUÍNO para receber dados somente de uma sonda, com armazenamento em cartão SD.

Os testes também foram realizados para estudar o funcionamento das sondas sem o preenchimento de óleo, reportando um volume vazio (ar) de aproximadamente 10 ml. Os testes também serviram para observar o comportamento de peças de pequeno porte sem levá-las à condição de explosão. Nesta seção são reportadas evidências de três testes selecionados que foi possível completar e que geraram alguns resultados.

C.1 Materiais e métodos de preparo experimentos 1, 2 e 3

Para todos os experimentos em pequena escala foi aproveitado um concreto refratário isolante utilizado em projetos prévios, a composição está no Quadro 15.

Quadro 15 - Programa experimental com condições e parâmetros associados.

Análise Química	Típico (%)
Al ₂ O ₃	42,5
CaO	12,3
Fe ₂ O ₃	2,0

Fonte: Empresa Brasileira de refratários²⁴.

A fim de produzir corpos de prova com diferentes concentrações de água, o produto foi misturado com cimento Portland tipo III, com composição no Quadro 16.

As amostras foram preparadas em misturador planetário com capacidade de 4 litros. Para evitar riscos de dano nos sensores e nas ligações eletrônicas, as amostras não foram vibradas.

²⁴ TOGNI. **Concretos refratários isolantes**. Disponível em: http://www.togni.com.br/2011/refratarios_search.php. Acesso em: 10 nov. 2016.

Quadro 16 – Composição do cimento Portland CP III.

Análise Química	Típico (%)
Clinker e Gesso	25-65%
Escória de Alto Forno	35-70%
Carbonatos	0-5%

Fonte: Empresa Brasileira de Cimento²⁵

A pasta de concreto foi colocada num molde cilíndrico com dimensões: altura = 110 mm e diâmetro = 85 mm; a sonda foi colocada de forma axial, com a ponta da sonda com o filtro de aço sinterizado a uma distância de 10 mm em relação à superfície aquecida e no outro extremo da sonda, as conexões do termo e do sensor de pressão seguradas por cima com arame a uma bancada, durante o tempo de cura que foi de 48hr, como mostra a Figura 213.

Figura 213- Moldagem dos corpos de prova experimentos em pequena escala.

Fonte: Produção própria do autor.

Para tentar replicar um fluxo térmico unidirecional foi aquecida somente uma face dos corpos de prova. Com esse fim foi adaptado provisoriamente um forno mufla, cobrindo a boca do forno com um bloco de fibra de vidro recortado. Foi coberta a área lateral do corpo de prova com isolante de fibra de vidro e a face não aquecida ficou exposta ao ambiente, Figura 214.

²⁵ CSN. **Cimentos**. Disponível em:

http://www.csn.com.br/conteudo_pti.asp?idioma=0&tipo=59832&conta=45&prSv=1. Acesso 5 jan. 2017.

No intuito de também testar os instrumentos eletrônicos desenvolvidos para o registro de dados, foram montadas e efetuadas as conexões do primeiro arranjo do circuito eletrônico. Depois de várias tentativas e diversos ajustes, finalmente conseguiu-se concluir três experimentos completos e obter resultados, utilizando corpos de prova cilíndricos pequenos como mostra a Figura 213.

Figura 214 – Arranjo em forno mufla adaptado para primeiros testes.

Fonte: Produção própria do autor.

Nesses primeiros testes foram consideradas confiáveis as leituras de temperatura do termopar tipo K, mas foram encontradas muitas dificuldades com as leituras de pressão. Somente após várias tentativas foram obtidos os primeiros dados que forneceram alguns valores positivos de pressão, mostrados nos gráficos correspondentes a estes experimentos completos números 1, 2 e 3.

C.2 Resultados experimento no 1

C.2.1 Composição do material experimento no 1

Preparação: 10% Cimento Portland nacional; 85% Concreto refratário aluminoso isolante, 5% Água. Colocado dentro do forno após 48 horas de cura.

C.2.2 Curva de aquecimento experimento nº 1

O forno foi programado para realizar um aquecimento e esfriamento como mostra o gráfico da Figura 215. Cabe sinalizar que o forno mufla acondicionado atingiu os pontos de ajuste de temperaturas conforme os tempos, cumprindo satisfatoriamente as curvas de

aquecimento conforme a programação, mostrando que o selamento com fibra de vidro funcionou.

Figura 215 - Curva de Aquecimento Experimento nº 1.

Fonte: Produção própria do autor.

As temperaturas registradas no termo tipo K se mostraram coerentes, acompanhando o aquecimento programado, com resposta rápida como mostra o gráfico da Figura 216.

Figura 216 - Temperaturas em termopar tipo K a 10 mm profundidade.

Fonte: Produção própria do autor.

As leituras de pressão, na maioria dos ensaios, eram inexistentes. Neste experimento foi possível detectar alguns valores positivos, embora extremamente baixos como comentados em alguns trabalhos da literatura, porém pode-se observar que justamente na rampa de aquecimento, a partir do patamar às 3hr e depois às 4 hr, apareceram valores positivos durante quase uma hora e rapidamente caíram. Como mostra o gráfico da Figura 217.

Figura 217 - Pressões registradas pela sonda a 10 mm profundidade.

Fonte: Produção própria do autor.

No gráfico de pressão temperatura, Figura 218, pode-se observar um comportamento com a tendência a incrementar a pressão quando se aproxima a 100°C, mas depois uma súbita queda para voltar praticamente ao mesmo ponto do início.

Figura 218 - Gráfico de pressão temperatura do experimento nº 1.

Fonte: Produção própria do autor.

Apresentaram-se muitas dificuldades para obter leituras de pressões. Neste experimento específico, acredita-se que a falta de aderência entre o tubo de aço e o concreto permitiu vazamento do vapor de água. Por outro lado, o fato de ter obtido leituras de pressão negativas faz assumir que algum tipo de falha poderia ter acontecido nos sensores de pressão *piezo* resistivos.

C.3 Resultados experimento nº 2

Para esse experimento e com o intuito de melhorar a pega entre o concreto e o tubo de aço, aumentou-se a quantidade de cimento, também foi adicionado silicone resistente à temperatura na união entre o tubo e o concreto, por fora, na parte da face não aquecida para tentar evitar algum possível vazamento.

C.3.1 Composição do material experimento nº 2

Preparação: 15% Cimento portland; 80% Concreto refratário, 5% Água. Corpo de prova cilíndrico pequeno, mesmo molde, colocado dentro do forno após 48 hr de cura.

C.3.2 Curva de aquecimento experimento nº 2

Aquecimento de 25 até 700°C em 6 hr; taxa de aquecimento de 100°C/hr, patamar de 1hr em 400°C; depois esfriamento numa taxa de 100°C/hr, Figura 219.

Figura 219 - Curva de aquecimento do Experimento nº 2 (°C vs horas).

Fonte: Produção própria do autor.

O registro de temperaturas do termo a 10 mm de distância da face aquecida acompanhou com proximidade as variações de temperatura do forno, Figura 220.

Figura 220 - Temperaturas registradas pelo termopar tipo K a 10 mm profundidade.

Fonte: Produção própria do autor.

Observou-se um aumento de pressão até 0,8kPa na temperatura de 100°C, seguida de uma queda brusca para depois um aumento gradativo até 1,25kPa. Posteriormente foi registrada uma pressão positiva na faixa dos 0,8kPa até o final do experimento, Figura 221 e Figura 222. O sensor de pressão *piezo* resistivo utilizado é de alta sensibilidade, porém este experimento mostrou que ainda eram necessários ajustes.

Figura 221 - Pressões registradas pela sonda a 10 mm profundidade.

Fonte: Produção própria do autor.

As leituras de pressão são consideradas muito baixas, provavelmente os problemas de vazamento continuaram por falta de aderência entre o concreto e o tubo de aço inoxidável Figura 222.

Figura 222 - Gráfico de pressão temperatura do Experimento nº 2.

Fonte: Produção própria do autor.

C.4 Resultados experimento nº 3

Neste experimento foi utilizada a rampa de aquecimento mais rápida para observar o seu efeito no material, na sonda e o possível risco de sobre aquecimento nos sensores *piezo* resistivos por condução de calor na sonda.

C.4.1 Composição do material experimento nº 3

Corpo de prova pequeno, mesmo molde cilíndrico, colocado dentro do forno após 48hr de cura. Preparação: 20% Cimento Portland CP III; 75% Concreto isolante, 5% Água.

C.4.2 Curva de aquecimento experimento nº 3

Aquecimento de 25 a 100°C em 1 hr; patamar de 1hr em 100°C; posterior aquecimento até 800°C/hr, e esfriamento, Figura 223.

Novamente, as temperaturas do termo a 10 mm de distância da face aquecida seguiram com proximidade as variações de temperatura do forno, ver Figura 224. Quando o corpo de prova estava aproximadamente a 400°C foi retirado do forno para observar seu estado.

Não foi observado o comportamento explosivo reportado por alguns autores que utilizaram corpos de prova pequenos, diferentemente destes experimentos é que o aquecimento é somente numa face.

Figura 223 - Curva de aquecimento do Experimento nº 3 (°C vs horas).

Fonte: Produção própria do autor.

A cada experimento realizado houve esforços por melhorar as condições de preparação, as sondas e os circuitos para fazer possível a obtenção de leituras de pressão. Neste experimento foi aumentada ainda mais a quantidade de cimento, colocou-se vedação com silicone de alta resistência térmica entre as partes superiores da união e entre o tubo e o concreto. E o tubo foi maquinado com recartilhado para aumentar o ancoramento entre o tubo de aço e o cimento.

Figura 224 - Temperaturas registradas pelo termopar tipo K a 10 mm profundidade.

Fonte: Produção própria do autor.

Neste experimento, observou-se que a pressão teve um aumento que começou em 75°C, chegou a um pico de 2,3 KPa onde manteve um patamar para depois cair rapidamente antes dos 200°C, Figura 225.

Figura 225 - Pressões registradas pela sonda a 10 mm profundidade.

Fonte: Produção própria do autor.

Embora os valores de pressão ainda fossem baixos, comparados com a literatura, aparentemente o comportamento inicial foi coerente, pois mostrou um aumento de pressão na temperatura próxima à evaporação da água, Figura 226.

Figura 226 - Gráfico pressão temperatura do Experimento nº 3.

Fonte: Produção própria do autor

Porém, são questionáveis os valores negativos de pressão obtidos pelo sistema eletrônico de captura de dados pelo que foi submetido a revisão.

C.5 Discussão experimentos 1, 2 e 3 de pequena escala.

Várias observações são feitas com o intuito de entender o motivo da extremamente baixa leitura de pressões dos primeiros experimentos, mostrado nos gráficos de pressão onde se mostram valores na faixa de 2 kPa em comparação com os reportados na literatura, na faixa dos 1 MPa como (KALIFA; MENNETEAU; QUENARD, 2000; MINDEGUIA *et al.*, 2010; FEY *et al.*, 2016), entre outros.

Uma das principais hipóteses coloca em provável evidência o efeito do volume com um fluido compressível para a transmissão de pressão ao manômetro eletrônico; os resultados dos sensores sem preenchimento, ou seja, com o espaço interno ocupado com ar, confirmam as complicações para leitura reportadas por outros pesquisadores, como (CONNOLLY, 1995; KLINGSCH, 2014), entre outros.

Em relação ao sensor *piezo* resistivo foi testado a frio antes e depois de todos os experimentos de forma individual, sendo o mesmo conectado ao tanque do compressor de ar a pressão para conferir; fornecendo leituras coerentes, se comparado com o manômetro do tanque.

Nos experimentos foi percebida uma condição importante para considerar, relativa à aderência entre o cimento e o concreto; vários corpos de prova tiveram que ser descartados antes de ser levados ao forno porque se percebeu que a interface entre o concreto e o tubo ficava solta, sem aderência. Essa separação podia ser observada visualmente. Pode-se assumir que esse espaço é por onde facilmente fosse possível apresentar vazamento de vapor e a consequente perda de pressão.

Na Figura 227 é mostrada uma imagem de uma fração do corpo de prova do experimento 2, especificamente na parte final e a seção da ponta em contato com o filtro de aço sinterizado onde se consegue observar uma textura compacta de partículas na área de contato com o tubo de aço, o que mostra a falta de ancoramento nessa zona.

Figura 227 - Efeito do contato entre o tubo de aço e a porosidade próxima.

Fonte: Produção própria do autor.

Outra possível explicação é que nos testes 2 e 3 foram utilizadas curvas de aquecimento extremamente agressivas e geraram trincas em pouco tempo no corpo de prova por onde poderia ter vazado o vapor de água sem permitir concentração de pressão.

Analisando os corpos de prova após os experimentos foi possível observar trincas macroscópicas em diferentes partes e com diferentes trajetórias. Na Figura 228 do lado esquerdo pode-se observar na seção lateral do corpo cilíndrico uma trinca ao longo do corpo, primeiro com direção axial, paralela ao fluxo térmico para depois adquirir uma orientação transversal no segundo terço final do corpo. Já na mesma peça, do lado direito, pode-se observar uma trinca interna, justo acima da ponta do sensor, onde faz contato com o filtro de aço sinterizado.

Deve-se considerar que o material utilizado nestes testes não representa o material de estudo foi utilizada uma mistura de um concreto refratário com cimento Portland.

Figura 228 - Comportamento de trincas.

Fonte: Produção própria do autor.

Uma observação que é importante esclarecer, devido à fragilidade dos sensores utilizados e pretendendo evitar algum dano nos mesmos, é que as amostras não foram vibradas, o que representa uma distinção importante. A Figura 229 mostra um corpo de prova retirado do forno imediatamente após atingir a temperatura de 800°C; consegue-se observar macro porosidade irregular de tamanho e forma. Uns poros, inclusive, permitem observar a tonalidade vermelha da alta temperatura na área interna.

Figura 229 - Comportamento da porosidade.

Fonte: Produção própria do autor.

Outra distinção é que a sonda de pressão estava muito próxima à face aquecida para um corpo de prova deste tamanho, mostrando a possível necessidade, de que para este tipo de testes, ser mais conveniente utilizar um tubo com diâmetro menor; que seja menos invasivo em relação à estrutura do corpo de prova; e sejam colocados a uma profundidade maior, 20 ou 30 mm em relação à face aquecida.

Estes tipos de experiências prévias ajudaram a observar o comportamento do sistema, também para a determinação de futuras curvas de aquecimento para testes. Nestes testes foram utilizados diferentes aquecimentos, apresentando-se trincas. Outra opção é introduzir o corpo de prova num forno preaquecido. Contudo, foram testados os sistemas e corrigidos detalhes de conexões, programação e foi proposta uma possível solução para o problema de vazamento por falta de aderência entre o aço do tubo e o concreto. Na fabricação de todos seguintes protótipos foi adotado o acabamento com recartilhado na superfície externa do tubo para melhor ancoramento no contato com o concreto.

C.6 Experimento nº 4

Este experimento foi realizado com o intuito de testar com carga, o forno para secagem fabricado e descrito no capítulo 5. Também para testar o comportamento das sondas preenchidas com óleo e para testar a programação do ARDUINO para receber dados simultâneos, em forma contínua, de duas sondas, armazenando em cartão SD.

C.6.1 Materiais e métodos de preparo experimento nº 4

Foi utilizado concreto refratário sem cimento, fornecido por uma empresa nacional. A composição contém agregados de mulita eletro fundida, um baixo conteúdo de ferro e um ligante líquido de formulação especial, Quadro 17

Quadro 17 – Composição do concreto refratário sem cimento utilizado.

Análise Química	Típico (%)
Al_2O_3	72,0
SiO_2	27,0
Fe_2O_3	0,3
CaO	0,0

Fonte: Empresa Nacional Brasileira²⁶.

Esse concreto tem resistência mecânica à quente superior a dos concretos convencionais e de baixo conteúdo de cimento. Aplicação em fornos de vidro, de cerâmicos de fritas e empilhamentos; destinado à confecção de monolíticos, pode ser

²⁶ TOGNI. **Concretos refratários sem cimento**. Disponível em: http://www.togni.com.br/2011/refratarios_search.php. Acesso em: 25 mar. 2017.

utilizado para revestir grandes estruturas em temperaturas superiores aos 1300°C onde o cimento é um composto indesejado.

Mistura: A quantidade de ligante indicada pelo fabricante é de 11 a 13 kg/100kg ou 8,5 a 10,0 L /100 kg. Foram colocados 600 g de ligante com sílica coloidal para 5 kg de concreto.

Temperatura ambiental de preparação: 18 a 38°C.

Vibração: O fabricante indica utilizar alta frequência (17000 vibrações por minuto, mínimas). Como se trata de um experimento onde o objetivo foi testar a funcionalidade dos componentes do dispositivo de secagem (forno, instrumentos e sistema eletrônico de aquisição de dados), não foi utilizada vibração para proteger os elementos e conexões eletrônicas da sonda; substituindo por agitação manual.

Mistura do concreto: Primeira etapa a seco, com baixa velocidade, durante 2 minutos. Segunda etapa: foram adicionados 2% massa de água potável, misturada com baixa velocidade durante 2 minutos. Terceira etapa: foram adicionados 90% do ligante recomendado, misturando a baixa velocidade durante 4 minutos e posteriormente a alta velocidade durante 2 minutos.

Moldagem: Foi utilizado um molde liso, antes de colocar o concreto. Foram cobertas as faces internas do molde com filme de PVC para evitar a aderência e poder desmoldar com facilidade. O concreto misturado deve ser aplicado no máximo em 20 minutos, contados da adição do ligante. O concreto foi aplicado imediatamente após a mistura. Todas essas operações foram feitas de forma manual, Figura 230.

Tempo de Cura: 24 horas, coberto com filme de PVC em temperatura ambiente de 25°C. O indicado pelo fabricante era para manter a amostra entre 40 e 70°C durante 6 hr para sua cura, porém, no momento do ensaio não se tinha condições para colocar nesse ambiente específico uma amostra desse tamanho.

Para o experimento nº 4, foram utilizadas as estruturas e suportes do forno de secagem, a mesa móvel e a chapa seguradora de sensores. O teste foi feito utilizando um molde cilíndrico com volume menor à capacidade máxima do forno. As dimensões do molde foram: altura = 120 mm e diâmetro = 150 mm; com um volume de aproximadamente 2 litros.

Neste experimento testou-se um método para preenchimento das sondas com óleo. A ponta das sondas teve um aumento do diâmetro interno de 0,5 mm na parte superior para poder colocar de forma manual os filtros (pastilhas) de aço sinterizado, sem ter que dilatar com aquecimento a ponta do tubo; as pastilhas ficaram justas, sem pressão.

Figura 230 – Moldagem do corpo de prova experimento nº 4.

Fonte: Produção própria do autor.

Na preparação do corpo de prova, na mesa de suporte foram montadas duas sondas abertas na ponta superior, ou seja, sem serem tampadas pelo filtro de aço sinterizado. As sondas ficaram com 110 e 100 mm de altura; após segurar as sondas na sua base, foram preenchidas pela parte superior com óleo de silicone DIFFELEN NORMAL, posteriormente foram colocados os filtros de aço sinterizado no extremo superior com pressão manual, para depois esvaziar a massa de concreto no molde e cobri-los por completo até uma altura de 120 mm para deixar os sensores com distâncias de 10 mm e de 20 mm com respeito a face aquecida, Figura 230 e Figura 231.

Figura 231 – Instalação de sensores de pressão. Experimento nº 4.

Fonte: Produção própria do autor.

C.6.2 Curva de aquecimento experimento nº 4

A curva indicada pelo fabricante não foi aplicada ao experimento nº 4, já que o objetivo deste experimento foi testar os sistemas do dispositivo recentemente desenvolvido, uma vez que se pretendia obter leituras de pressão internas altas. A curva especificada pelo fabricante está definida com critérios conservadores com o objetivo de não gerar pressão interna, ou seja, para retirar a umidade sem assumir nenhum risco que possa gerar trincas ou explosões no produto. A curva que foi utilizada para o experimento nº 4 será mostrada, mas para frente, na seção de resultados desse experimento.

É importante informar que em cada experimento deveriam ser coletadas várias amostras do material para submeter a diferentes tipos de ensaio de caracterização, para medir propriedades e parâmetros chaves que influenciariam o fenômeno, como a porosidade, permeabilidade, condutividade e expansão térmica e resistência mecânica, entre outros, estudando a variação deles em função do tempo e do aquecimento. Neste teste ainda não foram tomadas as amostras, pois ainda foi uma etapa de revisão do comportamento do forno e das sondas recentemente fabricadas. Assim que o funcionamento dos sistemas e os experimentos atinjam uma estabilidade, os procedimentos de coleção de amostras e análises de caracterização devem ser considerados como padrão.

C.6.3 Resultados do Experimento nº 4

Este experimento foi feito utilizando o forno de secagem desenvolvido e apresentado na seção de fabricação do dispositivo experimental, capítulo 5, junto com demais componentes. Foram utilizados dois protótipos de sensores simultâneos de pressão e temperatura, um deles a 10 mm de profundidade com respeito à superfície aquecida, o outro a 20 mm (nomeados Termo 10 e 20 respectivamente). As melhorias deste segundo protótipo foram baseadas nas observações resultantes dos experimentos anteriores.

A curva de secagem estabelecida é mostrada na Figura 232 foi baseada num equilíbrio de interesses entre a funcionalidade e teste do dispositivo e o interesse de observar o comportamento do concreto. Houve vários problemas com o controlador do forno, com diversos ajustes e tentativas conseguiu-se aquecer a amostra até 500°C em 4 horas e 20 minutos; nesse ponto apresentou-se uma falha no forno parando o aquecimento. Na mesma Figura 232 pode ser observada a curva de aquecimento real, obtida e registrada pelo termo de controle do forno.

Figura 232 – (a) Aquecimento programado e (b) aquecimento obtido no forno.

Fonte: Produção própria do autor.

As temperaturas registradas por cada um dos termos colocados dentro dos sensores mostram uma curva similar à do forno, porém com temperaturas menores, Figura 233. O termopar a 10mm de profundidade atingiu uma temperatura máxima de 230°C em 4 horas e 20 minutos, já o termo 20 atingiu a temperatura de 220°C mostrando o efeito isolante e a propriedade de condutividade térmica do concreto.

Figura 233 – Temperaturas registradas no termo a 10mm e a 20mm (°C vs minutos).

Fonte: Produção própria do autor.

Fazendo uma comparação do comportamento das temperaturas nos dois termos dentro da massa do corpo de prova, observa-se que curiosamente eles mantiveram uma temperatura similar até os 100°C (com 170 minutos de tempo transcorrido), depois houve uma separação e o termo 20 registrou temperaturas menores como mostra a Figura 234.

Neste experimento as leituras de pressão obtidas foram melhores que nos experimentos anteriores, embora as dificuldades enfrentadas e considerando que é a primeira vez que o dispositivo foi utilizado. Os resultados de pressão-tempo mostrados nos gráficos na Figura 235.

Figura 234 – Comparativo de temperaturas termo 10 e 20mm.

Fonte: Produção do próprio autor.

Figura 235 – Comportamento da pressão do poro a 10 e 20 mm (kPa vs minutos).

Fonte: Produção própria do autor.

A Figura 236 mostra o comportamento típico com formato de sino ou cúpula reportado pela maioria dos autores, com aquela queda repentina de pressão que se acredita é devida ao súbito aparecimento de alguma trinca que permite escapar o vapor restante.

Figura 236- Comportamento da pressão do poro em função da temperatura (kPa vs °C).

Fonte: Produção própria do autor.

C.6.4 Discussão sobre os resultados do experimento nº 4

O corpo de prova ficou dentro do forno para esfriamento natural até a temperatura ambiente, posteriormente foi retirado do forno para análise. Observou-se efetivamente uma trinca transversal que separou a face superior do corpo de prova, Figura 237.

A ruptura do material é típica dos esforços termomecânicos causados por aquecimento. As pressões foram baixas em comparação com as reportadas na literatura, podendo-se assumir a possibilidade de ter perdido pressão pelas trincas, mostrando o caso de quando os esforços gerados pelo estresse térmico superaram a resistência do material.

Figura 237 – Corpo de prova após esfriamento, parte superior desprendida por lascado.

Fonte: Produção própria do autor.

Outras possíveis explicações da baixa pressão podem ser relacionadas com o desempenho de algum dos componentes dos sensores simultâneos, por exemplo, a colocação dos filtros de aço sinterizado, que neste teste foram colocados com maior folga entre as dimensões do tubo e o diâmetro do filtro, o que acarretou que parte do concreto entrasse na parte interna do sensor e ficasse misturada com o óleo, Figura 238.

Figura 238 – Filtros de aço impregnados de concreto nas laterais.

Fonte: Produção própria do autor.

Ao final do teste foi percebido que embora com o acabamento de recartilhado na superfície das sondas (tubo de aço), qualquer manuseio ou vibração podia gerar uma separação entre a sonda e o concreto. Nas próximas sondas foi utilizada uma maior área de recartilhado e foram soldadas arruelas no início do recartilhado para aumentar a aderência. A vibração é uma operação importante na preparação dos concretos que não está sendo realizada pelo arranjo de instrumentos que estão sendo utilizados no concreto.

Neste trabalho de tese, os resultados das leituras de pressão obtidas nos primeiros testes foram estimulantes, embora baixos comparados com os dados da literatura, como serão mostrados e comparados na parte de resultados e discussão experimental do presente trabalho, porém os resultados apresentaram curvas coerentes com outros autores.

Ainda precisa ser utilizado um melhor tipo de líquido térmico ou óleo com maior ponto de evaporação, provavelmente poderia ser utilizado éter polifenílico, que tem temperatura de ebulição próxima aos 300°C. Ou avaliar a possibilidade de utilizar mercúrio, com temperatura de ebulição na faixa dos 350°C e tomar as precauções de seu uso. Ou encontrar outra melhor forma de fazer a transmissão de pressão de vapor dos poros ao sensor. Como previsto desde o início, essa é uma das partes do projeto que ainda necessitam de maior análise, criatividade e desenvolvimento. Será desenvolvida uma seção do trabalho de análise exclusiva.

Avaliando os resultados dos primeiros três experimentos pode-se observar que as leituras de pressão iniciais apresentaram valores negativos e próximos a 0 Kpa e conforme são atingidos 100°C de temperatura no corpo, o sistema tem conseguido registrar valores positivos de pressão de aproximadamente 2,5Kpa.

Cabe fazer menção que as pressões reportadas nos artigos relativos ao tópico apresentaram valores muito maiores de pressão no poro, na faixa de 300 e até 600 Kpa, que são as que causam trincas ou explosões. Considerou-se necessário para os próximos testes aumentar a rampa de aquecimento.

Uma primeira hipótese da causa das dificuldades nas leituras das pressões é relacionada com o selamento entre a união do tubo de aço inoxidável e o concreto, que já foi detectado. Outra causa poderia ser a transmissão de pressão desde o poro até o sensor ao longo do tubo, no último teste foi detectado um vazamento num ponto de solda do atual e único sensor disponível.

APÊNDICE D – Modelos para calcular a porosidade

Gawin, Majorana e Schrefler (1999) se basearam nos dados experimentais de Scheider e Herbst (1989) para propor a porosidade como uma função linear da temperatura na forma da Equação (112):

$$n_p(T) = n_{p0} + A_n(T - T_0) \quad (112)$$

Onde n_{p0} é a porosidade na temperatura inicial T_0 ; e A_n é um parâmetro dependente do tipo de concreto. Para os concretos testados por Schneider e Herbst (1989) os valores que obtiveram do parâmetro A_n foram $195 \times 10^{-6} / K$ para concreto de silicato, $163 \times 10^{-6} / K$ para concreto de calcário e $170 \times 10^{-6} / K$ para concreto de basalto. A porosidade à temperatura ambiente, n_{p0} , variou entre 0,06 e 0,087 (BAZANT; JIRÁSEK, 2018).

Feraille-Fresnet (2000) e Feraille-Fresnet *et al.* (2003) se basearam nos seus dados experimentais obtidos para propor a porosidade como uma função linear da água desidratada, Equação (113) .

$$n_p(T) = n_{p0} + (0,72 \times 10^{-3} m^3/kg) W_d(T) \quad (113)$$

Onde $W_d(T)$ é obtida com a Equação (114):

$$W_d(T) = 0,75 m_{eq} (1 - e^{-0,005(T-105)}) \quad (114)$$

Onde T é temperatura em °C, m_{eq} é a massa em equilíbrio a 378K (105°C). A massa da pasta de cimento, obtida com a Equação (115) (BAZANT; JIRÁSEK, 2018):

$$m_{eq} = c + f_s \xi c \quad (115)$$

Onde c é a massa de cimento por unidade de volume de concreto kg/m^3 ; f_s é um coeficiente estequiométrico, ξ é o grau de hidratação. O termo $f_s \xi c$ representa a massa de água em hidratos. Por exemplo, para $f_s = 0,32$ e $\xi = 0,65$, obtém-se que $m_{eq} = 1,208c$ e o valor limite de $W_d = 0,0906c$.

APÊNDICE E – Determinação das propriedades físicas

E.1 Permeabilidade

A permeabilidade de um meio poroso caracteriza a capacidade desse meio de deixar um fluido passar sob um gradiente de pressão. A seguir são apresentados os métodos mais utilizados para medir a permeabilidade de concretos refratários utilizando fluidos incompressíveis e compressíveis.

Medir a permeabilidade em concretos normais e de alto desempenho na construção civil tem como objetivo conhecer o comportamento desses materiais em situações onde ficam imersos em água, como no caso de barragens, pontes e túneis submersos no mar. No caso dos concretos refratários, a característica interessante seria poder medir a variação da permeabilidade em função da temperatura, principalmente em temperatura até 600° C.

Há vários métodos para a medição da permeabilidade e diferentes considerações teóricas para a realização de cálculos com os dados obtidos, devendo ser considerada a faixa de permeabilidade na qual se encontra o material a ser medido. No caso dos concretos refratários, os equipamentos e instalações devem ser propícios para trabalhar com altas pressões, pois se trata de um material que pode ter uma permeabilidade extremamente baixa se comparada com vários tipos de rochas dos solos ou outro tipo de materiais porosos.

Para este trabalho de tese deve ser adicionado o fator da temperatura, pois durante o aquecimento, dependendo da temperatura de secagem ou queima, o material sofre transformações que são refletidas na sua permeabilidade. Nesta seção serão revisadas as metodologias mais representativas que foram utilizadas e que deram resultados para obter os valores dos parâmetros que posteriormente fornecidos ao modelo matemático da secagem.

E.1.1 Permeabilidade em altas temperaturas

Pode ser comprovado que na literatura tradicional são utilizadas equações simplificadas que no caso de altas temperaturas não consideram adequadamente as mudanças e interações entre o fluido de percolação e o meio poroso. Nos ensaios tradicionais, os parâmetros de permeabilidade são considerados como constantes com o aumento da temperatura e normalmente são obtidos em condições ambientais (INNOCENTINI *et al.*, 2001).

Em relação à permeabilidade do concreto refratário, um material desenvolvido para o trabalho em altas temperaturas, essa situação não reflete a realidade. Se os parâmetros de permeabilidade são obtidos à temperatura ambiente e depois extrapolados para a temperatura de interesse, sem considerar a modificação da estrutura porosa (expansão térmica, etc.) e sem considerar tampouco as alterações nas propriedades do fluido (viscosidade, densidade, etc.), os resultados não serão representativos da realidade, forneceriam informações incompletas e imprecisas que poderiam afetar o entendimento e a otimização das curvas de secagem e o desempenho dos concretos refratários (INNOCENTINI *et al.*, 2001).

Para obter dados mais próximos à realidade é necessário realizar ensaios não convencionais num dispositivo desenvolvido especificamente para avaliar a permeabilidade ao fluxo de ar de concretos refratários a altas temperaturas. Nos ensaios são verificadas e quantificadas as mudanças dinâmicas na estrutura ocasionadas pelo tratamento térmico e a posterior realização de cálculos com as modificações das constantes de permeabilidade obtidas pela equação de Forchheimer, permitindo uma correlação mais realista entre permeabilidade e as propriedades do concreto (INNOCENTINI *et al.*, 2001).

E.1.1.1 Equação de Forchheimer

A permeabilidade de fluidos compressíveis (gases e vapores) que fluem através de meios porosos rígidos e homogêneos pode ser descrita de acordo com a Equação (116) de Forchheimer:

$$\frac{P_i^2 - P_0^2}{2 P_0 L} = \frac{\eta}{k_1} v_s + \frac{\rho}{k_2} v_s^2 \quad (116)$$

Onde P_i e P_0 são, respectivamente, as pressões absolutas do fluido na entrada e na saída da amostra; v_s é a velocidade superficial do fluido (determinada pela divisão da vazão volumétrica existente Q , pela área total de vazão livre A); L é a espessura da amostra; η é a viscosidade do fluido; ρ é a densidade do fluido (calculada para P_0). As constantes k_1 e k_2 são conhecidas, respectivamente, como permeabilidade Darciana (viscosa) e permeabilidade não-Darciana (inercial) (INNOCENTINI *et al.*, 2001).

E.1.1.2 Mudanças nas Propriedades do Fluido

Para ensaios realizados em altas temperaturas, as alterações nas propriedades do fluido também foram consideradas na avaliação das constantes de permeabilidade. A

densidade e viscosidade do ar foram corrigidas para a temperatura T de acordo com a Equação (117) e a Equação (118) da lei de Sutherland:

$$\eta_{ar}(T) = 1,73 \times 10^{-5} \left(\frac{T}{273} \right)^{1,5} \left(\frac{398}{T + 125} \right) \quad (117)$$

$$\rho_{ar}(T) = \rho_r \frac{T_r}{T} \frac{P}{P_r} \quad (118)$$

Onde ρ_r é a densidade do gás na temperatura T_r e na pressão P_r de referência.

No caso do ar, nas condições ambientais, $\rho_r = 1,29 \text{ kg/m}^3$ na temperatura $T_r = 273\text{K}$ e com $P_r = 1,013 \times 10^5 \text{ Pa}$.

Como a velocidade do ar v_{s0} é medida somente na temperatura ambiente T_{amb} e pressão ambiente P_{amb} , a velocidade real na saída da amostra na temperatura de teste é calculada pela Equação (119):

$$v_s(T) = v_{s0} \frac{T}{T_{amb}} \frac{P_{atm}}{P} \quad (119)$$

As equações (116), (117), (118) e (119) são aplicadas para estimar a variação na curva de queda de pressão das amostras durante o incremento de temperatura (INNOCENTINI *et al.*, 2001).

E.1.1.3 Permeabilidade em Alta Temperatura

Utiliza-se um dispositivo como aquele desenvolvido por Innocentini *et al.* (2001), que conta com duas câmaras cilíndricas com volume interno de 140 cm^3 cada uma; feitas de aço inoxidável refratário SS-310S para suportar uma temperatura de serviço de até 870°C . Entre as câmaras é fixado, com parafusos de aço inoxidável, um suporte de amostra cilíndrico feito de uma liga especial com baixo coeficiente de expansão térmica.

O tamanho das amostras deve ser de $37,0 \pm 2,0 \text{ mm}$ de diâmetro (para cobrir a área exposta ao fluxo de ar e a área de suporte da amostra) com $8,0 \pm 2,0 \text{ mm}$ de espessura. As faces das amostras devem estar o mais paralela possível e se deve evitar o toque manual para eliminar qualquer tipo de contaminação nas superfícies de entrada e saída do fluxo.

O dispositivo utiliza transdutores de pressão eletrônicos para realizar as leituras de pressão (de $0,0$ a $1,0 \text{ MPa}$) nas câmaras de entrada e saída.

Todo o sistema (câmaras e porta amostras) é colocado dentro de um forno elétrico de $7,5 \text{ kW}$ que conta com um sistema eletrônico para controlar até 10 diferentes tipos de

taxas de aquecimento e 10 patamares de temperatura. O ar é pré-aquecido antes de atingir a amostra, numa bobina de metal de 2 m de comprimento dentro da câmara do forno. A Figura 239 mostra os componentes do dispositivo de (INNOCENTINI *et al.*, 2001).

Figura 239 - Esquema do permeâmetro para altas temperaturas.

Fonte: (INNOCENTINI *et al.*, 2001).

E.1.2 Permeabilidade em temperatura ambiente

Independentemente do tipo de fluido utilizado, a relação experimental entre o diferencial de pressão ΔP aplicado através de um meio poroso e a velocidade superficial resultante v_s do fluxo permeado através dele pode ser representada pela seguinte versão da equação de Forchheimer, Equação (120):

$$\frac{\Delta P}{L} = \frac{\mu}{k_1} v_s + \frac{\rho}{k_2} v_s^2 \quad (120)$$

Nesta Equação (121), o cálculo de ΔP dependerá do tipo de fluido utilizado. No caso de fluidos incompressíveis, como os líquidos:

$$\Delta P = P_i - P_0 \quad (121)$$

No caso de fluidos compressíveis, como os gases e vapores, Equação (122):

$$\Delta P = \frac{P_i^2 - P_0^2}{2P} \quad (122)$$

E.1.2.1 Método Experimental

Os coeficientes de permeabilidade k_1 e k_2 foram obtidos através de experimentos de fluxo de gás em laboratório, ajustando a Equação (121) a dados experimentais de queda de pressão ΔP e velocidade do fluido v_s . A grande vantagem é que esses parâmetros de permeabilidade dependem apenas da macroestrutura média (tamanho dos poros, porosidade, morfologia dos poros, interconectividade dos poros etc.) e, portanto, podem ser usados para estimar as relações $\Delta P - v_s$ reais para outras condições de fluido e fluxo, desde que ρ e η sejam corrigidos de acordo com a temperatura e a pressão do teste.

A avaliação experimental da permeabilidade foi realizada em aparelho de laboratório, com ensaios em regime permanente com fluxo de ar seco em condições ambientes ($T = 24^\circ\text{C}$ e $P_0 = P_{amb} = 714 \text{ mmHg}$). O gradiente de pressão na amostra ($P_i - P_0$) foi medido por um manômetro digital (*Sper Scientific*, modelo 840083, Scottsdale-AZ, EUA) em resposta a variações na vazão volumétrica do ar Q , controlada por uma válvula de agulha e medida com um fluxômetro de bolhas de sabão aberto para a atmosfera. A vazão Q foi corrigida para o valor na saída da amostra Q_0 e finalmente convertida em velocidade superficial por $v_s = Q_0 / A_{flow}$.

O conjunto de dados coletados (P_i , P_0 e v_s) para cada teste foi tratado de acordo com o método dos mínimos quadrados, usando um modelo parabólico do tipo: $y = ax + bx^2$, em que y é ΔP , da Equação (122) e x é a velocidade do fluido v_s . Os parâmetros de permeabilidade foram então calculados a partir das constantes ajustadas a ($k_1 = \mu/a$) e b ($k_2 = \rho/b$) da Equação (120). O dispositivo usado para testes de permeação com fluxo de ar a temperatura ambiente está esquematizado na Figura 240.

A viscosidade e a densidade do ar seco foram estimadas para $T = 24^\circ\text{C}$ e $P = P_0 = 714 \text{ mmHg}$ respectivamente, com $\eta = 1,85 \times 10^{-5} \text{ Pa}\cdot\text{s}$ e $\rho = 1,1 \text{ kg} / \text{m}^3$.

O ensaio não é destrutivo, mas normalmente as amostras são secas e se coloca cola de silicone nas bordas para evitar vazamentos durante os ensaios. São realizados testes com ar em pressões de até 3 ou 4 bar, se necessário. Por outro lado, um fator muito importante é que as superfícies de escoamento não devem ser tocadas com as mãos nem devem ser colocadas marcas nelas, pois podem afetar a permeabilidade por causa da oleosidade e sujeira.

Figura 240 - Dispositivo para medição de permeabilidade.

Fonte: Adaptação do relatório técnico de (INNOCENTINI *et al.*, 2019).

E.1.2.2 Amostras de Concreto Refratário

Três amostras de concretos refratários curados à temperatura ambiente e oito amostras de concretos refratários curados e tratados termicamente a 300°C foram utilizadas para testes de permeação com fluxo de ar. Um exemplo das imagens das amostras está na Figura 241.

Figura 241 – Amostras de concreto para ensaio de permeabilidade.

Fonte: (INNOCENTINI *et al.*, 2019).

E.1.2.3 Resultados

A relação parabólica entre queda de pressão e velocidade superficial do ar foi confirmada através do ajuste de alta qualidade da equação de Forchheimer (coeficiente de correlação $R^2 > 0,99$ em todos os casos), observada pelas linhas tracejadas na Figura 242. A reprodutibilidade entre as amostras testadas também foi consistente.

O Quadro 18 apresenta os coeficientes de permeabilidade média obtidos das curvas de fluxo de ar de amostras curadas e tratadas termicamente (HT-300) juntamente com os valores de densidade aparente, obtidos por cálculos de massa e volume em cada amostra.

Quadro 18 - Coeficientes médios de permeabilidade e densidade.

Sample	ρ_a (kg/m ³)		k_1 (10 ⁻¹⁵ m ²)		k_2 (10 ⁻¹² m)	
	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio
cured	2324,8	63,1	1,45	0,60	3,42	1,55
HT-300	2242,0	42,3	2,79	1,78	15,90	19,69

Fonte: (INNOCENTINI *et al.*, 2019).

A influência do tratamento térmico a 300°C na densidade aparente e nos coeficientes de permeabilidade é mais bem visualizada na Figura 243 que mostra as curvas de queda de pressão para amostras curadas e tratadas termicamente a 300°C com velocidade do ar, V_s em m/s.

Figura 242 - Curvas de queda de pressão.

Fonte: (INNOCENTINI *et al.*, 2019).

Figura 243- Correlação entre porosidade aparente e permeabilidade das amostras.

Fonte: (INNOCENTINI *et al.*, 2019).

A localização das amostras testadas neste trabalho, no mapa de permeabilidade de estruturas porosas de (INNOCENTINI; SEPULVEDA; ORTEGA, 2005) com localização do valor médio para amostras de treliça impressas em 3D aparece na Figura 244.

Figura 244 - Mapa de permeabilidade.

Fonte: (INNOCENTINI *et al.*, 2019).

Percebe-se uma importante dispersão das curvas de permeação e dos respectivos valores dos coeficientes de permeabilidade (k_1 e k_2), principalmente das amostras tratadas a 300°C. A densidade aparente (geométrica) também variou significativamente. Aparentemente o fato de fazer o corpo de prova com vários lotes e não ter utilizado a vibração não gerou um tarugo homogêneo. Outro fator poderia ter sido problemas na etapa de corte e polimento das peças para análise. A preparação de lotes mais controlados específicos para esse tipo de análise de permeabilidade é o mais indicado.

E.1.3 Norma permeabilidade a temperatura ambiente

Outra opção para a determinação da permeabilidade de amostras de materiais refratários à temperatura ambiente é a norma ASTM C577-07 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2014) onde é apresentado o método para medir a taxa de fluxo de ar ou nitrogênio que passa através de materiais refratários.

Nos concretos refratários, normalmente a permeabilidade é uma propriedade anisotrópica por vários fatores relativos aos procedimentos de formação, pelo tamanho e distribuição de grãos e pelo tratamento térmico fornecido. Então, deve ser especificada a direção do fluxo para a medição.

O dispositivo para a medição está indicado na norma. Deve-se garantir que seja a prova de vazamentos, principalmente nos suportes para colocar amostras cúbicas de 51mm. A Figura 245 mostra um exemplo do dispositivo.

Figura 245 - Dispositivo para medição de permeabilidade de refratários.

Fonte: ASTM C 577 - 7 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2014).

Este método fornece como resultado os valores referenciais da permeabilidade intrínseca, para posteriormente utilizar a equação de Darcy e as relações de viscosidade e densidade para obter a permeabilidade relativa em algum fluido específico. Através da realização desse teste em amostras com tratamentos térmicos a temperaturas diferentes obtém-se um conjunto de valores de permeabilidade para fazer uma correlação e obter uma expressão da permeabilidade.

A Equação (123) é um exemplo do resultado obtido utilizando um concreto refratário com liga de Aluminato de Cálcio (CAC) com 5% de cimento (informação pessoal)²⁷:

$$a(T) = 2,3 \times 10^{-16} - 2,6 \times 10^{-19} T \quad (123)$$

A Figura 246 apresenta o gráfico dos valores projetados da permeabilidade relativa ao vapor de água em função da temperatura de acordo com a ASTM-C577.

Figura 246 - Permeabilidade em função da temperatura.

Fonte: Produção própria do autor.

O senso comum iria sugerir que a expansão térmica resultante do aumento da temperatura e as prováveis microtrincas poderiam aumentar os espaços para o fluxo do fluido, e conseqüentemente, da permeabilidade, entretanto, os resultados destas medições confirmam o comportamento oposto (INNOCENTINI *et al.*, 2001).

Pode-se notar que estes resultados são contrários aos que Bazant e Thonguthai (1978) reportaram, como visto no capítulo de permeabilidade a altas temperaturas, o que abre uma lacuna para futuras verificações com maior experimentação, utilizando estes métodos e também para testar alternativas de comparação; ainda existe outro método para medição da permeabilidade nomeado “Cembureau”; para maiores detalhes pode ser consultado o trabalho de (KOLLEK, 1989).

²⁷ Equação fornecida por Prof. Victor Pandolfelli em comunicação por e-mail, 30 ago. 2019.

E.2 Medição da condutividade térmica a quente

A condutividade térmica é um parâmetro crítico no desempenho de qualquer material refratário que é utilizado na fabricação de instalações industriais. Quando é requerida a contenção de temperatura dentro do sistema e minimização das perdas de energia será necessário que a condutividade térmica do refratário seja baixa. Por outro lado, para obter boa transferência de calor através do material ou quando é necessário controlar as temperaturas dos revestimentos, são necessários refratários com alta condutividade térmica. É essencial obter valores confiáveis de condutividade térmica para a seleção e desempenho dos refratários em função da aplicação, para os cálculos térmicos na construção de fornos e para o desenvolvimento de novos materiais. Existem normas para a medição deste parâmetro, como a ASTM C202-93; e, para o caso de medição em diferentes temperaturas, a norma ISO 8894.

A norma ISO 8894-2 determina como padrão o método do fio quente paralelo que é uma técnica transiente para medir a condutividade térmica de refratários densos e isolantes e cerâmicos sinterizados com condutividades térmicas de 1 a 25 W/(m K). O equipamento Netzsch TCT426, Figura 247, realiza esse ensaio em passos de temperatura até 1250°C.

Figura 247 - Equipamento Netzsch TCT 426.

Fonte (LINDEMANN; NEIDHARDT, 2015).

O método realiza as medições dinâmicas baseadas na determinação do incremento de temperatura em relação ao tempo numa certa região e distância específica de uma fonte de calor linear embutida entre duas amostras que são aquecidas a uma temperatura específica e mantidas nessa temperatura. Posteriormente é adicionado um aquecimento

local com um condutor elétrico (o fio quente) que é embutido na amostra com corrente elétrica conhecida e constante ao longo da amostra.

Um termopar é colocado a uma distância específica do fio quente com as pontas paralelas ao fio quente. O incremento na temperatura como função do tempo, medido desde o momento que a corrente elétrica foi ativada, é a medida da condutividade térmica do material das amostras.

A Equação (124) apresenta a função de condutividade térmica em relação à temperatura $\lambda(T)$ de um concreto refratário com liga de Aluminato de Cálcio (CAC) com 5% de cimento que foi obtida através do método do fio quente conforme a norma ISO 8894-2 com equipamentos similar ao Netzsch TCT426 para medição da condutividade térmica em W/(m K) de blocos feitos com concreto refratário e aquecidos a diferentes temperaturas (informação pessoal)²⁸:

$$\lambda(T) = 11,5 - 0,029 T + 3,88 \times 10^{-5} T^2 - 1,89 \times 10^{-8} T^3 \quad (124)$$

A Figura 248 mostra o gráfico obtido com a Equação (124) e a Figura 249 apresenta comparações das medições de condutividades térmicas de diferentes materiais refratários obtidos com equipamentos da empresa Netzsch.

Figura 248 - Gráfico da função $\lambda(t)$ de 20 a 400°C.

Fonte: Produção própria do autor.

²⁸ Equação fornecida por Prof. Victor Pandolfelli em comunicação por e-mail, 13 de set. 2019.

Figura 249 - Comparação com $\lambda(t)$ de diferentes materiais refratários.

Fonte: (LINDEMANN; NEIDHARDT, 2015).

E.3 Densidade aparente e porosidade aparente

As determinações da massa específica aparente e da porosidade aparente foram realizadas segundo a norma ASTM C20 (AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS, 2015). Para a preparação das amostras, após o experimento nº 5 de secagem do corpo de prova foi extraído um tarugo e cortado em 11 partes menores com formatos prismáticos como mostra a Figura 250. Essas amostras foram pesadas e agrupadas em três grupos para depois serem colocadas em estufa e pesadas rotineiramente até atingir peso constante (peso do concreto seco).

Figura 250 - Amostras para ensaio de densidade e porosidade aparente.

Fonte: Produção própria do autor.

As amostras foram mergulhadas em água morna sobre uma grelha, que foi aquecida com resistências elétricas até 100°C; como mostra a Figura 251 essa condição foi mantida por 2 horas para que as amostras atingissem o estado de saturação de água.

Figura 251 - Aquecedor resistivo com as amostras em suas posições definidas.

Fonte: Produção própria do autor.

O dispositivo experimental que utiliza o princípio de Arquimedes é constituído por um béquer com água, apoiado sobre a balança, suspenso em uma estrutura que sujeita uma haste de arame. Na extremidade oposta do arame está o suporte da amostra que fica totalmente submerso na água do béquer, como mostra o arranjo experimental utilizado para a determinação das massas da Figura 252.

Figura 252 - ensaio de densidade e porosidade aparente.

Fonte: Produção própria do autor.

O Quadro 19 mostra os resultados do ensaio de DAPA junto com suas estatísticas. Pode-se observar que o valor da densidade final do concreto seco foi $\rho = 2380 \text{ kg/m}^3$ e sua porosidade final foi de $n = 23,17 \%$ a qual poderia ser considerada como uma porosidade

consideravelmente elevada. Assume-se que esse resultado pode ser devido aos efeitos da preparação do corpo de prova, onde (1) não foi utilizada vibração e (2) a preparação do corpo de prova de tamanho médio foi feita com várias bateladas que foram adicionadas no molde.

Quadro 19 - Resultados de Densidade Aparente, Porosidade Aparente.

Em água	Densidade Aparente	Porosidade Aparente
Amostra No.	[gr/cm ³]	[%]
1	2,38	22,99%
2	2,34	24,69%
3	2,37	23,54%
4	2,40	22,63%
5	2,36	23,91%
6	2,39	22,21%
7	2,38	21,92%
8	2,44	21,68%
9	2,35	22,89%
10	2,37	23,88%
11	2,36	24,49%
Médias	2,38	23,17%
Desvio	0,03	1,02%

Fonte: Produção própria do autor.

E.4 Análise simultânea termogravimétrica e termo diferencial (T.G.A.)

Trata-se uma técnica do ramo de análises térmicas, para monitorar a variação da massa e de fluxo de calor de uma amostra em função da temperatura ou do tempo em um ambiente de temperatura e atmosfera controladas.

No presente trabalho, a técnica foi utilizada para reproduzir o processo de secagem do concreto refratário em estudo, com amostras de volume representativo e taxas de aquecimento definidas e controladas para avaliar a taxa de saída de água com a perda de massa do corpo de prova, assim como para definir as temperaturas críticas de secagem em função das reações endo e exotérmicas ocorridas durante o aquecimento. Este ensaio foi realizado na EEIMVR-UFF. Na Figura 253 é mostrado o equipamento em conjunto e na Figura 254 pode ser observado o detalhe dos cadinhos com as amostras representativas do concreto. Foram tomados cuidados para incluir matriz e agregado nas amostras e os ensaios foram repetidos três vezes para obter os valores que foram utilizados no modelo matemático.

Figura 253 – Equipamento utilizado para ensaio TGA.

Fonte: Produção própria do autor.

Figura 254 – Equipamento utilizado para ensaio TGA.

Fonte: Produção própria do autor.

Na Figura 255 é mostrado um gráfico resultante de um ensaio sobre uma amostra do concreto, a curva cor verde mostra a variação de massa do (TGA) % e a curva cor vermelho mostra a medição da variação de fluxo de calor ou calorimetria diferencial (DSC) em unidades W/g.

Figura 255 - Exemplo dos gráficos obtidos nos ensaios de TGA – DSC.

Fonte: Produção própria do autor.

No gráfico pode-se observar que a perda de massa principal se encontra a partir de 200°C e até 350°C. Esse comportamento foi repetitivo em todos os ensaios realizados com o concreto em estudo. Este tipo de análise do comportamento do concreto quando submetido a aquecimento fornece dados relevantes que podem ser considerados na determinação de curvas de secagem. Por exemplo, neste estudo verifica-se que a determinação de algum patamar para a saída da água livre deveria ser acima de 200°C e abaixo de 280°C onde é observado um incremento na variação de calor que demonstra provavelmente o início de mudanças químicas consequentes.

ANEXO A – Instalação concreto sem cimento

INSTRUÇÃO DE USO / INSTRUCTION FOR USE

CONCRETO REFRAATÓRIO SEM CIMENTO

Por esta marca são designados os concretos sem cimento, cuja formulação especial, aliada a uma granulometria rigorosamente controlada, nos permite, durante a aplicação, atingir a compactação ideal dos seus grãos.

Sua aplicação por vibração permite a confecção dos mais variados formatos especiais, bem como o revestimento de grandes estruturas. Isentos de CaO, os concretos são indicados para aplicações onde tal composto é indesejado. A aplicação destes concretos deve ser feita com prévia orientação do nosso Dept. Técnico.

são fornecidos em sacos multifolhados de papel ou em big bags. Estocar o produto em local protegido da umidade, por período não superior a 6 meses.

1- EQUIPAMENTOS NECESSÁRIOS:

1.1- **Misturador:** Tipo galga ou planetário.

1.2 - **Vibrador:** Os concretos densos devem ser aplicados usando-se um vibrador de alta frequência. Vibrador de imersão a ar comprimido com 17.000 vibrações por minuto ou mais é recomendado. Normalmente esses vibradores de alta frequência trabalham com uma pressão de 7kg/cm² e uma vazão de 1m³/min. Outros vibradores de ação mecânica utilizados na construção civil têm também sido empregados com resultados satisfatórios.

1.3 - **Compressor:** É indicado um compressor de ar, com pressão de ar de 7kg/cm² e uma vazão de 1m³/min por vibrador utilizado. Este equipamento deve ter capacidade suficiente para manter 2 vibradores de imersão trabalhando simultaneamente.

1.4 - **Fôrmas e Gabaritos:** Todas as fôrmas e gabaritos de aço devem ser lisos e livres de ferrugem. Deverá ser aplicada uma fina camada de óleo nas fôrmas e gabaritos antes de se fundir o concreto. Tal procedimento evitará a aderência do concreto, facilitando sua desmoldagem. Quando se utilizarem fôrmas de madeira, também deverá ser aplicada uma fina camada de óleo, ou cobrir as faces internas com uma folha de plástico (polietileno).

2- **MISTURA DO CONCRETO:** Colocar no misturador limpo o material seco e misturá-lo durante 3 minutos. Colocar 90% da água recomendada, misturar durante 8 minutos aproximadamente e, se for necessário, colocar o restante da água para ajustar a trabalhabilidade. O concreto misturado deve ser aplicado no máximo em 20 minutos contados da adição da água, a partir do que se inicia a pega.

A temperatura ambiente ideal de aplicação situa-se entre 18°C e 38°C. Caso a temperatura ambiente esteja abaixo de 18°C, recomenda-se que a temperatura da água a ser utilizada na mistura esteja próximo de 38°C. No caso da temperatura ambiente estar acima de 38°C, recomenda-se resfriar a água a ser utilizada na mistura com gelo.

Observação: Fazer o teste de vibração em um pequeno recipiente. Vibrar durante 1 min um pouco de material. Este deverá se adensar e não deverá surgir na superfície uma camada de água e nem de nata do material. Vibrar de baixo para cima e tirar o vibrador lentamente.

O tempo de pega pode variar de 30 min a 6 h. O tempo de cura é de aproximadamente 24 h. Para acabamento, se necessário, pode-se cortar o excesso de massa antes do início de pega.

3- **CURVA DE AQUECIMENTO:** Após a cura, o aquecimento deve ser lento, 10°C/h até 110°C. O patamar mínimo de 110°C é de 2 h para cada 50 mm de espessura e, posteriormente, o aquecimento deve ser de 30°C/h até 700°C, mantendo-se essa temperatura por 2 h para cada 50mm de espessura. Após este patamar, o aquecimento pode prosseguir até a temperatura de trabalho à razão de 50°C/h.

Cement Free Refractory Castable

cement-free castables have a special formula, which, together with severely controlled grain sizing, allows us to achieve adequate grain compaction during application.

Its application, by vibrating, allows installation of the most diversified special shapes as well as lining of large structures. The castables, CaO-free, are recommended for applications where CaO is not desired. Application of these castables should never be made without previous guidance from our Technical Department.

is supplied in 25 kg, multilayered paper bags. The product must be stored in a moisture-free environment for no longer than 6 months.

1- EQUIPMENT REQUIRED:

1.1- **Mixer:** Roller or planetary type.

1.2- **Vibrator:** These cement-free castables require the use of high frequency vibrators. The most highly recommended are the immersion type high frequency vibrators with 17,000 cycles or more per minute. These types of vibrators usually require 7kg/cm² air pressure and 1m³/minute air consumption. Other mechanical vibrators commonly used in civil construction have been utilized for these castables, with satisfactory results.

1.3- **Compressor:** An air compressor with 7kg/cm² air pressure and 1m³/minute air consumption per vibrator is recommended. This compressor should have sufficient capacity to maintain 2 immersion type vibrators working simultaneously.

1.4- **Moulds and Templates:** All steel moulds and templates should be smooth and rust-free. Before casting, a thin layer of oil (diesel) must be applied in order to facilitate mould removal. For wood moulds you may either apply a thin layer of oil (diesel) or cover the internal surfaces with polyethylene film.

2- **MIXING:** Place dry product in a clean mixer and mix for 3 min. Add 90% of recommended amount of water, mixing 8 more minutes. If necessary, gradually add the rest of the water to adjust workability. The mixed concrete should be applied within 20 min from water addition, point at which hydraulic setting begins.

The recommended room temperature for application is between 18°C and 38°C. In cases where room temperature is below 18°C, mixture water temperature should be close to 38°C. In cases where room temperature is above 38°C, mixture water should be cooled with ice.

Note: Do a vibration test in a small container. Vibrate a small amount of product for 1 min. Product should become dense and neither a water layer nor a thin concrete layer should appear on surface of material. Vibrate from bottom to top and remove vibrator slowly.

Setting time may vary from 30 min to 6 hours. Curing time is approximately 24 hours. For finishing, if necessary, trim excess mixture with trowel or trimming spade before setting begins.

3- **HEAT-UP SCHEDULE:** After curing, heat-up should be slow, 10°C/hour up to 110°C. The minimum level of 110°C should be held for 2 hours per each 50 mm of thickness and, afterwards, heat-up should be 30°C/h up to 700°C, holding this temperature for 2 hours per each 50 mm of thickness. After holding at this level, heat-up may continue up to working temperature at a rate of 50°C/h.

JUN/2009 REV.10

MARCA / BRAND: _____

ADIÇÃO DE ÁGUA / ADDED WATER (LITROS / 100 KG): _____

ANEXO B – Instalação concreto com sílica coloidal

INSTRUÇÃO DE USO / INSTRUCTION FOR USE

CONCRETO REFRAATÓRIO SEM CIMENTO

Por esta marca são designados os concretos sem cimento, cuja formulação especial, aliada a uma granulometria rigorosamente controlada, nos permite durante a aplicação atingir a compactação ideal dos seus grãos.

Sua aplicação por vibração permite a confecção dos mais variados formatos especiais, bem como o revestimento de grandes estruturas. Isentos de CaO, os concretos ; são indicados para aplicações onde tal composto é indesejado. A aplicação destes concretos deve ser feita com prévia orientação do nosso Departamento Técnico.

são fornecidos em sacos multifolhados de papel ou big bags. Estocar o produto em local protegido da umidade, por período não superior a 6 meses.

1- EQUIPAMENTOS NECESSÁRIOS:

1.1- Misturador: Tipo galga ou planetário.

1.2 – Vibrador: Os concretos densos devem ser aplicados usando-se um vibrador de alta frequência. Vibrador de imersão a ar comprimido com 17.000 vibrações por minuto ou mais é recomendado. Normalmente esses vibradores de alta frequência trabalham com uma pressão de 7kg/cm² e uma vazão de 1m³/min. Outros vibradores de ação mecânica utilizados na construção civil têm também sido empregados com resultados satisfatórios.

1.3 – Compressor: É indicado um compressor de ar, com pressão de ar de 7kg/cm² e uma vazão de 1m³/min por vibrador utilizado. Este equipamento deve ter capacidade suficiente para manter 2 vibradores de imersão trabalhando simultaneamente.

1.4 - Fôrmas e Gabaritos: Todas as fôrmas e gabaritos de aço devem ser lisos e livres de ferrugem. Deverá ser aplicada uma fina camada de óleo nas fôrmas e gabaritos antes de se fundir o concreto. Tal procedimento evitará a aderência do concreto, facilitando sua desmoldagem. Quando se utilizar em fôrmas de madeira, também deverá ser aplicada uma fina camada de óleo, ou cobrir as faces internas com uma folha de plástico (polietileno).

2- MISTURA DO CONCRETO: Colocar no misturador limpo o material seco e misturá-lo durante 2 minutos. Adicionar 2% de água potável e misturar por 2 minutos, em seguida adicionar 90% do ligante recomendado, misturar durante aproximadamente 6 minutos e, se for necessário, adicionar o restante do ligante para ajustar a trabalhabilidade. O concreto misturado deve ser aplicado no máximo em 20 minutos contados da adição do ligante, a partir do que se inicia a pega.

Observação: Fazer o teste de vibração em um pequeno recipiente. Vibrar durante 1 min um pouco de material. Este deverá se adensar e não deverá surgir na superfície uma camada de ligante e nem de nata do material. Vibrar de baixo para cima e tirar o vibrador lentamente.

O tempo de cura é de aproximadamente 24 h. Para acabamento, se necessário, pode-se cortar o excesso de massa antes do início de pega.

3- CURVA DE AQUECIMENTO PARA OS CONCRETOS CASTOGNI-CFS: Logo após a moldagem deve ser feita a cura entre 40°C e 70°C (no molde) por período mínimo de 6:00 horas. Concluída a cura, a secagem e aquecimento poderão ser iniciados na razão de 100°C/hora até 200°C. Esta temperatura deve ser mantida por 24 horas. Retomar o aquecimento a 100°C/hora até a temperatura de trabalho. Recomenda-se manter esta temperatura por 5:00 horas.

MARCA / BRAND: _____

ADIÇÃO DE LIGANTE / AMOUNT OF BINDER (LITROS / 100 KG): _____

Cement Free Refractory Castable

cement-free castables have a special formula, which, together with severely controlled grain sizing, allows us to achieve adequate grain compaction during application.

Its application, by vibrating, allows the installation of the most diversified special shapes as well as lining of large structures. The castables, CaO-free, are recommended for applications where CaO is not desired. Application of these castables should never be made without previous guidance from our Technical Department.

is supplied in, multilayered paper bags. The product must be stored in a moisture-free environment for no longer than 6 months.

1- EQUIPMENT REQUIRED:

1.1- Mixer: Roller or planetary type

1.2- Vibrator: These cement free castables require the use of high frequency vibrators. The most highly recommended are the immersion type high frequency vibrators with 17,000 cycles or more per minute. These types of vibrators usually require 7kg/cm² air pressure and 1m³/minute air consumption. Other mechanical vibrators commonly used in civil construction have been utilized for these castables, with satisfactory results.

1.3- Compressor: An air compressor with 7kg/cm² air pressure and 1m³/minute air consumption per vibrator is recommended. This compressor should have sufficient capacity to maintain 2 immersion type vibrators working simultaneously.

1.4- Moulds and Templates: All steel moulds and templates should be smooth and rust-free. Before casting, a thin layer of oil (diesel) must be applied in order to facilitate mould removal. For wood moulds you may either apply a thin layer of oil (diesel) or cover the internal surfaces with polyethylene film.

2- MIXING: Place dry product in a clean mixer and mix for 3 min. Add 2 % of clean water and mix for 2 minutes, then add 90% of recommended binder and mix for about 6 minutes. If necessary, add the rest of the binder to adjust workability. The mixed concrete should be applied within 20 min from water addition, point at which hydraulic setting begins.

Note: Do a vibration test in a small container. Vibrate a small amount of product for 1 min. Product should become dense and neither a water layer nor a thin concrete layer should appear on surface of material. Vibrate from bottom to top and remove vibrator slowly.

Curing time is approximately 24 hours. For finishing, if necessary, trim excess mixture with trowel or trimming spade before setting begins.

3-HEAT-UP SCHEDULE: Soon after moulding, there should be curing between 40 and 70°C (in the mould) for at least 6 hours. After that, drying and heating can be started at a rate of 100°C/hour to 200°C. This temperature should be maintained for 24 hours. Redo the heating at 100°C/hour up to working temperature. It is recommended to maintain this temperature for 5:00 hours.

AGO/2011 REV.6